

Cappadocia



IMSTEC
2017

Nevşehir Hacı Bektaş Veli University

2

Proceedings

International Conference on

Material Science and Technology

in **Cappadocia**



www.imstec2017.org



Editors
Prof. Dr. Bülent KURT
Doç. Dr. Zahide BAYER ÖZTÜRK
Yrd. Doç. Dr. Cemal ÇARBOĞA
Yrd. Doç. Dr. Nilüfer KÜÇÜKDEVECİ

October 11-13, 2017





International Conference on
Material Science and Technology
in **Cappadocia**
11-13 October 2017

Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi Yayınları: 23

Bu kitabın basım, yayım ve satış hakları Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesine aittir.
Bütün hakları saklıdır.

Kitabın tümü ya da bölümü/bölemleri Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesinin yazılı izni
olmadan elektronik, optik, mekanik ya da diğer yollarla basılamaz, çoğaltılamaz ve
dağıtılamaz.

Copyright 2017 by Nevşehir Hacı Bektaş Veli University. All rights reserved.

No part of this book may be printed, Reproduced or distributed by any electrical, optical,
mechanical or other means without the written permission of Nevşehir Hacı Bektaş Veli
University.

Kapak Düzeni:Öğr.Gör. Bülent BİLGİN

Dizgi: Arş.Gör. Serkan DAL

ISBN: 978-605-4163-40-3

1. Baskı

Nevşehir, Aralık, 2017

CONFERENCE SECRETARY / KONFERANS SEKRETERİ

Res. Asst.Serkan DAL

Nevşehir Hacı Bektas Veli University
Engineering-Architecture Faculty
Metalurgy and Material Engineering
2000 Evler Mah. Zübeyde Hanım Cad. 50300/Nevşehir/TÜRKİYE
Phone: +90 384 228 10 00 (15051)
Fax: +90 384 228 10 37
Email: imstec2017@imstec2017.org; imstec2017@gmail.com

PREFACE

International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia (IMSTEC'17) organised by Nevsehir Haci Bektas Veli University and BAYEM Ajans is held in October 11-13, 2017 in Nevsehir, Turkey. This symposium is aimed at bringing together academics, researchers and engineers, iron and steel manufacturers, exporters and importers, suppliers, technology producers and non-governmental organizations around the world to share and discuss their latest works and the new methodologies to improve the structure and properties of the materials. The topics of IMSTEC'17 covered are Metallurgy and materials, Casting, Heat treatment, coating and corrosion, welding and cutting, forming and machining, Energy and environment, Marketing and finance, Automation, Occupational health and safety.

The Symposium includes invited papers of national and international academicians and the papers submitted by academia in all aspects of the material industries.

Cappadocia region, the capital of Nevşehir, has one of the most interesting and spectacular landscapes in the World, which is the first settlements dating back to 3000 BC; The oldest name was "Nyssa". It is the perfect starting point to visit the area. The castle standing at the highest point in the city which comes from seljuks period is also one of the most interesting ruins. The Kursunlu Mosque has an impressive complex of buildings and a medrese surrounding it which dates back to 1726. The museum displays a rich collection of the local finds. Gulsehir, and Hacibektas which is the town where Haci Bektas Veli settled in the 14th century, and set up his own Bektas Dervish order which was based on love and humanism.

We would like to express our sincere thanks to those who spend great effort to make this event take place. We would also like to thank to BAYEM Ajans and other sponsors of IMSTEC'17 as their names and company logos stated. We also express our gratitude to the members of Honorary Committee, Scientific Committee, Organizing Committee, Secretarial Assistance, and Students for their great effort to make the event successful. Lastly, we would like to thank to academicians, practitioners, and the experts who were joined to imstec'17 in order to share their knowledge.

With the wishes to see you all at the next International Symposium...

CHAIRMAN OF IMSTEC

Prof.Dr. Bülent KURT

ONURSAL BAŐKANLAR HONORABLE CHAIRS

Prof.Dr.Mazhar BAĐLI-Rector
Prof.Dr.Alim YILDIZ-Rector

BAŐKANLAR CHAIRMAN OF IMSTEC

Prof.Dr.Bülent KURT
Assoc.Prof.Dr.Zahide BAYER ÖZTÜRK
Assist.Prof. Dr. Cemal ÇARBOĐA

ORGANİZASYON KOMİTESİ ORGANIZING COMMITTEE

Prof.Dr.Bülent KURT
Assoc. Prof. Dr.Ahmet DURGUTLU
Assoc.Prof. Dr.Bilal DEMİREL
Assoc.Prof.Dr.Zahide BAYER ÖZTÜRK
Assist.Prof.Dr.Cemal ÇARBOĐA
Assist.Prof.Dr.İlyas SOMUNKIRAN
Assist. Prof..Dr. Nilüfer KÜÇÜKDEVECİ
Assist.Prof.Dr.Soner BUYTOZ

INVITED SPEAKERS



Speakers

Prof.Dr. Fahrettin
Yakuphanoglu-Firat
University

Smart Plastic Materials



Speakers

Prof.Dr.Mehmet Şimşir-
Cumhuriyet University



Speakers

Dr.Amir A. Shirzadi-
Open University
United Kindom



Speakers

Assoc.Prof.Dr.Rozina
Yordanova- University of
Chemical Technology and
Metallurgy-Sofia Bulgaria

BİLİMSEL KOMİTE SCIENTIFIC COMMITTEE

- Prof.Dr.Abdullah ÖZTÜRK-Middle East Technical University
- Prof.Dr.A. Kneissl-Montanuniversitat Leoben
- Prof.Dr.Adem BAKKALOĞLU-Yildiz Technical University
- Prof.Dr.Adem KURT-Gazi University
- Prof.Dr.Adnan ÇALIK-Süleyman Demirel University
- Prof.Dr.Alexander SYTSHEV- ISMAN, Chernogolovka, Russia
- Prof.Dr.Ali KALKANLI-Middle East Technical University
- Prof.Dr.Ali Ramazani- University of Michigan-Ann Arbor
- Prof.Dr.Alpagut KARA-Anadolu University
- Prof.Dr.Anthony D. ROLLETT-Carnegie Mellon University
- Prof.Dr.Barbara ALBERT Technische Universität Darmstadt, Germany
- Prof.Dr.B. Wielage- TU Chemnitz
- Prof.Dr.Bahri ERSOY-Afyon Kocatepe University
- Prof.Dr.Bilge DEMİR- Karabük University
- Prof.Dr.Burhanettin İNEM-Gazi University
- Prof.Dr.Bülent BOSTAN-Gazi University
- Prof.Dr.Bülent KURT-Nevşehir Hacı Bektaş Veli University
- Prof.Dr.Bülent YEŞİLATA-Harran University
- Prof.Dr.C.-K. Kim-KUT Cheonan
- Prof.Dr.Carl D. Lundin-The University of Tennessee Knoxville
- Prof.Dr.Celalettin Sencer İMER-Hacettepe University
- Prof.Dr.Cemil ÇETİNKAYA-Gazi University
- Prof.Dr.Cuma BİNDAL-Sakarya University
- Prof.Dr.David K. Matlock- Colorado School of Mines
- Prof.Dr.Dragana ZIVKOVIC University of Belgrade
- Prof.Dr.Duc Truong PHAM- University of Birmingham
- Prof.Dr.E. Pernicka- Eberhard-Karls-University
- Prof.Dr.E. Hornbogen- Ruhr-Universität Bochum
- Prof.Dr.Emil Mihailow- Universty of Chemical and Technology
- Prof.Dr.Eyüp Sabri KAYALI-Istanbul Technical University
- Prof.Dr Fatma KARİPCİN-Nevşehir Hacı Bektaş Veli University
- Prof.Dr.Ferhat Gül-Gazi University
- Prof.Dr.Ferhat KARA-Anadolu University
- Prof.Dr.G.Liu-Peking University
- Prof.Dr.G.Schneider-Hochschule Aalen
- Prof.Dr.H. Park-KUT, Cheonan
- Prof.Dr.H.-H. Uchida- Tokai University, Hiratsuka
- Prof.Dr.Halil ARIK-Gazi University
- Prof.Dr.Halil DEMİR-Karabük University
- Prof.Dr.Halis ÇELİK-Fırat University
- Prof.Dr.Hani HENEIN -University of Alberta
- Prof.Dr.Hatem AKBULUT-Sakarya University
- Prof.Dr.Hayrettin AHLATÇI- Karabük University
- Prof.Dr.Hüseyin ÇİMENOĞLU-Istanbul Technical University
- Prof.Dr.Hüseyin TURHAN -Bitlis Eren University
- Prof.Dr.Iván Enrique Campos Silva- Instituto Politécnico Nacional
- Prof.Dr.İhsan Efeoğlu Atatürk University
- Prof.Dr.Irinei RADOMIR- Transilvania University of Brasov
- Prof.Dr.J. Mayer- RWTH Aachen
- Prof.Dr.Jahan Rasty-Texas Tech University
- Prof.Dr.Joao MASCARENHAS- Ulusal Enerji ve Jeoloji Laboratuvarı (PORTEKİZ)
- Prof.Dr.Jay Khodadadi, Auburn University, USA
- Prof.Dr.Jingkun XU, Technology Normal University / CHINA
- Prof.Dr.Juan Carlos Martinez-ANTON, Complutense University of Madrid / SPAIN
- Prof.Dr.Juan Mario GARCIA de MARIA, University of Madrid, SPAIN

- Prof.Dr.Julian ANTONIAC- University Politehnica of Bucharest, Romania
- Prof.Dr.Karl Ulrich KAINER- Helmholtz-Zentrum Geesthacht, Germany
- Prof.Dr.Kemal ALDAŞ-Aksaray University
- Prof.Dr.K.W. Chau, Hong Kong Polytechnic University, HONG KONG
- Prof.Dr.Khasan S. Karimov, GIK Institute, Pakistan
- Prof.Dr.Kiyotaka Matsuura-Hokkaido University
- Prof.Dr.Leszek Wojnar- Cracow University of Technology
- Prof.Dr.M.Goken-Friedrich-Alexander University
- Prof.Dr.M. Hasnaoui, University Cadi Ayyad, MOROCCO
- Prof.Dr.M. Pohl, Ruhr-Universitat Bochum
- Prof.Dr.Mahdi Mahfouf-Sheffield University
- Prof.Dr.Majid Pouranvari- Sharif University of Technology-Iran
- Prof.Dr.Majumdar J. Datta, Indian Institute of Tehcnology Kharagpur, INDIA
- Prof.Dr.Marco Antonio Schiavon, Universidade Federal de São João Del Rei / BRAZIL
- Prof.Dr.Marga Jann, Girne American University, TRNC
- Prof.Dr.Mariam Ali S A Al-Maadeed, Qatar University / QATAR
- Prof.Dr.Mehmet EROĞLU-Fırat University
- Prof.Dr.Mehmet Gavgalı-Atatürk University
- Prof.Dr.Mehmet HANÇER-Muğla Sıtkı Koçman University
- Prof.Dr.Mehmet KORKUT-Fırat University
- Prof.Dr.Mehmet ŞİMŞİR- Cumhuriyet University
- Prof.Dr.Messaoud Saidani, Coventry University, UK
- Prof.Dr.Mihai Alin POP- Transilvania University of Brasov
- Prof.Dr.Mihai CERNAT- Transilvania University of Brasov
- Prof.Dr.Moghtada Mobedi, İzmir High Technology Institute, TR
- Prof.Dr.Mohamed Bououdina, Univeristy of Bahrain / KINGDOM OF BAHRAIN
- Prof.Dr.Muhammad Hassan Sayyad, Ghulam Ishaq Khan Institute / PAKISTAN
- Prof.Dr.Mustafa BOZ-Karabük University
- Prof.Dr.Muzaffer ZEREN-Kocaeli University
- Prof.Dr.Najib Laraqi, University Paris Ouest LTIE-GTE, FRANCE
- Prof.Dr.Nic BARCZA- MINTEK, South Africa
- Prof.Dr.Nizamettin KAHRAMAN -Karabük University
- Prof.Dr.Nourah AL Senany, King Abdulaziz University / SAUDI ARABIA
- Prof.Dr.Nuran AY-Anadolu University
- Prof.Dr.Onuralp YÜCEL-İstanbul Teknik University
- Prof.Dr.Paer JÖNSSON- KTH, Sweden
- Prof.Dr.P.D. Portella-BAM, Berlin
- Prof.Dr.P. A. Dearnley-University of Leeds
- Prof.Dr.Ramazan ÇITAK-Gazi University
- Prof.Dr.Ramin Yousefi, Islamic Azad University / IRAN
- Prof.Dr.Richard HOOD- University of Birmingham
- Prof.Dr.Ridha Ben Yedder, Université de Québec, CANADA
- Prof.Dr.R.Vasant KUMAR University of Cambridge, United Kingdom
- Prof.Dr.R.H.Al Orainy, King Abdulaziz University, SAUDI ARABIA
- Prof.Dr.Ramazan KAÇAR- Karabük University
- Prof.Dr.Ramazan YILMAZ-Sakarya University
- Prof.Dr.Recep ÇALIN - Kırıkkale Üniversitesi
- Prof.Dr.Saad Hamad BINOMRAN, King Saud Univeristy / SAUDI ARABIA
- Prof.Dr.Sakin ZEYTİN-Sakarya University
- Prof.Dr.Sein Leung SOO- University of Birmingham
- Prof.Dr.Serdar SALMAN-Marmara University
- Prof.Dr.Sermin OZAN-Fırat University
- Prof.Dr.Servet TURAN-Anadolu University
- Prof.Dr.Simona CAVALU- University of Oradea, Romania
- Prof.Dr.Süleyman GÜNDÜZ -Karabük University
- Prof.Dr.Şaduman SEN-Sakarya University
- Prof.Dr.Tahir I. Khan, University of Bradford, UK
- Prof.Dr.Tanmay Basak, Indian Institute of

- Technology, INDIA
- Prof.Dr.Temel SAVAŞKAN-Karadeniz Technical University
 - Prof.Dr.Uğur SEN-Sakarya University
 - Prof.Dr.Virgil GEAMAN- Transilvania University of Brasov
 - Prof.Dr.Vítor António Ferreira da Costa, Universidade de Aveiro, PORTUGAL
 - Prof.Dr.Wazirzada Aslam Farooq, King Saud University / SAUDI ARABIA
 - Prof.Dr.Weite Wu, National Chung Hsing University, TAIWAN
 - Prof.Dr.Yannis F.Missirlis- University of Patras
 - Prof.Dr.Young Sik Pyun - Sunmoon University-Republic of Korea
 - Prof.Dr.Yu Bo, China University of Petroleum, P. R. CHINA
 - Prof.Dr.Yusuf Al-Turki, King Abdulaziz University / SAUDI ARABIA
 - Prof.Dr.Yusuf Öztürk, San Diego State University, USA
 - Prof.Dr.Yusuf ÖZÇATALNBAŞ-Gazi University
 - Prof.Dr.Yücel BİROL-Dokuz Eylül University
 - Prof.Dr.Zaitsev, D. D., Moscow State University / RUSSIA
 - Prof.Dr.Zaki Mohamed, Taif University, EGYPT
 - Prof.Dr.Zeyad A. Alahmed, King Saud University, SAUDI ARABIA
 - Prof.Dr.Zoubir Zouaoui, Glyndwr University, UK
 - Assoc.Prof.Dr.Ahmet DURGUTLU-Gazi University
 - Assoc.Prof.Dr.Ali Kaya GUR-Fırat University
 - Assoc.Prof.Dr.Aslihan KARATEPE- Nevşehir Hacı Bektaş Veli University
 - Assoc.Prof.Dr.Bayram DEVİREN- Nevşehir Hacı Bektaş Veli University
 - Assoc.Prof.Dr.Behçet GÜLENÇ-Gazi University
 - Assoc.Prof.Dr.Bülent AKTAŞ-Harran University
 - Assoc.Prof.Dr.Bilal DEMİREL-Erciyes University
 - Assoc.Prof.Dr.Hakan ATEŞ-Gazi University
 - Assoc.Prof.Dr.Havva KAZDAL ZEYTİN-Tubitak Mam.
 - Assoc.Prof.Dr.Khangardas ASGAROV- Bartın University.
 - Assoc.Prof.Dr.Mehmet KAYA - Adıyaman University
 - Assoc.Prof.Dr.Murat ESKİL-Aksaray Univesity
 - Assoc.Prof.Dr.M.Sabri GÖK-Bartın Univesity
 - Assoc.Prof.Dr.Mücahit SÜTÇÜ-İzmir Katip Çelebi Univesity
 - Assoc.Prof.Dr.Serdar ÖNSES-Erciyes Univesity
 - Assoc.Prof.Dr.Sezen AKSÖZ-Nevşehir Hacı Bektaş Veli University
 - Assoc.Prof.Dr.Tanju TEKER -Adıyaman University
 - Assoc.Prof.Dr.Tülay YILDIZ-Fırat University
 - Assoc.Prof.Dr.Uğur CALIGULU-Fırat University
 - Assoc.Prof.Dr.Yavuz SUN-Karabük University
 - Assoc.Prof.Dr.Zahide BAYER ÖZTÜRK- Nevşehir Hacı Bektaş Veli University
 - Assist.Prof.Dr.A.Cahit KARAOĞLANLI- Bartın University
 - Assist.Prof.Dr.Ali GÜNEN-İskenderun Technical University
 - Assist.Prof.Dr.Cemal ÇARBOĞA-Nevşehir Hacı Bektaş Veli University
 - Assist.Prof.Dr.Cengiz BAĞCI-Hitit University
 - Assist.Prof.Dr.Elif EREN GÜLTEKİN- Nevşehir Hacı Bektaş Veli University
 - Assist.Prof.Dr.İskender MUZ-Nevşehir Hacı Bektaş Veli University
 - Assist.Prof.Dr.İlyas SOMUNKIRAN-Fırat University
 - Assist.Prof.Dr.Kubilay KARACİF-Hitit University
 - Assist.Prof.Dr.Mustafa ULUTAN -Eskisehir Osmangazi University
 - Assist.Prof.Dr.Soner BUYTOZ-Fırat University
 - Assist.Prof.Dr.Şeyma DEVİREN-Nevşehir Hacı Bektaş Veli University
 - Assist.Prof.Dr.Tayfun FINDIK- Gazi University
 - Assist.Prof.Dr.Vahdettin KOÇ- Adıyaman University
 - Assist.Prof.Dr.Volkan KILIÇLI- Gazi University
 - Assist.Prof.Dr.Volkan KIRMACI-Bartın University

- Dr.D.Danalev-University of Chemical Technology and Metallurgy, Bulgaria
- Dr.G.Cholakov-University of Chemical Technology and Metallurgy, Bulgaria
- Dr.J. Carda-University Jaime I, Castellon, Spain
- Dr.M. Bojinov-University of Chemical Technology and Metallurgy, Bulgaria
- Dr.M. Jitaru-University "Babeş-Bolyai", Cluj-Napoca, Romania
- Dr.N.Dishovsky-University of Chemical Technology and Metallurgy, Bulgaria
- Dr.N.Yu.Bashkirceva-National Research Technological University, Kazan
- Dr.S.J. Allen-Queens University of Belfast, UK
- Dr.S.J.C. Feyo de Azevedo-Universidade do Porto, Portugal
- Dr.S. Kalcheva-University of Chemical Technology and Metallurgy, Bulgaria
- Dr.V Dimitrov-Bulgarian Academy of Sciences

IMSTEC'17 PROGRAM

11 OCTOBER 2017-11 EKİM 2017

09:00-10:00	REGISTRATION/KAYIT
10:00-11:10	OPENING CEROMONY/AÇILIŞ TÖRENİ
11:10-11:30	INVITED SPEAKER: Prof.Dr. Fahrettin Yakuphanoğlu
11:30-11:50	INVITED SPEAKER: Dr.Amir A. Shirzadi
11:50-12:10	INVITED SPEAKER: Porf.Dr.Mehmet Şimşir
12:10-12:30	INVITED SPEAKER: Assoc.Prof.Dr.Rozina Yordanova
12:30-13:30	LUNCH/ÖĞLE YEMEĞİ
SESSION 1 / OTURUM 1	
<i>Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Oktay ERDOĞAN</i> <i>HALL 1 / SALON 1</i>	
13:30-13:50	HARDNESS AND TENSILE STRENGTH of Al-Cu-Si-Mg QUATERNARY EUTECTIC ALLOY <i>Yusuf KAYGISIZ, Necmettin MARAŞLI</i>
13:50-14:10	MEASURED AND COMPARED OF CONTACT ANGLE OF Sn-3Ag AND Sn-0,3Ag-0,7Cu ALLOYS ON Cu SUBSTRATE <i>Ahmet Mustafa Erer</i>
14:10-14:30	AUSTENITE GRAIN SIZE ANALYSIS IN RAIL STEELS AND EFFECT ON TENSILE PROPERTIES <i>Bilge DEMİR, Muhammed ELİTAŞ</i>
14:30-14:50	PHYSICAL PROPERTIES OF DIRECTIONALLY SOLIDIFIED Al-Si-Bi ALLOY <i>A.Aker and H. Kaya</i>
14:50-15:10	MECHANICAL AND ELECTRICAL PROPERTIES OF Ag, Sn and Zn ADDICTIVE ELEMENTS ON Al-Cu EUTECTIC ALLOY <i>Aynur AKER, Fehmi NAİR, İsmail YIDIRIM, Hasan KAYA</i>
<i>Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr. Osman Gökdoğan</i> <i>HALL 2 / SALON 2</i>	
13:30-13:50	OBTAIN OF BIOFUEL FROM PYROLYSIS OF PUMPKIN (CUCURBETA PEPO) WASTE <i>Meltem Dilek, Nazan Yılmaz, Oğuzhan Alagöz</i>
13:50-14:10	IMPROVE SUPER THERMAL INSULATION OF LIGHT CONCRETE BLOCKS USING AEROGEL AND ENHANCED BY NANO SILICA <i>Issra Al ZAIDI, Bilal DEMİREL, Cengiz Duran ATİŞ</i>
14:10-14:30	FLEXURAL PROPERTIES OF NATURAL BAST FIBER/CORK REINFORCED POLYESTER COMPOSITES <i>Yekta Karaduman</i>
14:30-14:50	COMPARISON AND STUDY OF THE EFFECT OF DIFFERENT STORAGE METHODS ON THE THERMAL INSULATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF LIGHT BLOCKS WITH HYDROPHOBIC SILICA AEROGEL AND FLY ASH <i>Issra Al ZAIDI, Bilal DEMİREL, Cengiz Duran ATİŞ</i>
14:50-15:10	SPECTROSCOPIC STUDY OF POLYVINYL ALCOHOL (PVA) <i>Tuba Özdemir Öge, Firdevs Banu Özdemir</i>
<i>Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.İskender MUZ</i> <i>HALL 3 / SALON 3</i>	
13:30-13:50	KATILAŞTIRMA HIZININ Sn_{91,2-x}Zn_{8,8}Ag_x ALAŞIMLARININ ÇEKME DAYANIMINA VE BASMA AKMA DAYANIMINA ETKİSİNİN İNCELENMESİ <i>M. Şahin, E. Çadırılı</i>
13:50-14:10	SABİT SICAKLIK GRADYENTİNDE DOĞRUSAL OLARAK KATILAŞTIRILMIŞ Bİ-43 Sn ALAŞIMINDA LAMELSEL MESAFE VE MİKRO SERTLİĞİN BÜYÜME HIZINA BAĞLILIĞI <i>E. Üstün ve E. Çadırılı</i>
14:10-14:30	MICROSTRUCTURAL INVESTIGATION of RAPIDLY SOLIDIFIED Cu_(100-x)Al₁₃Mn_x (x=1-14) RIBBONS <i>Sultan ÖZTÜRK, Murat EROĞLU, Sefa Emre SÜNBÜL, Kürşat İCİN, Bülent ÖZTÜRK</i>
14:30-14:50	INVESTIGATION OF EFFECTS ON THE RESULTS OF DIFFERENT TEST RATES IN METALLIC MATERIALS <i>Bülent AYDEMİR, Hasan TAŞCAN, Cemalettin ÇAMYURDU, Onur BARAN, Ali TEMİZ</i>
14:50-15:10	UNDERSTANDING THE STRUCTURAL PROPERTIES OF CdTeSe NANOPARTICLES FOR SOLAR CELL APPLICATIONS <i>Mustafa KURBAN and İskender MUZ</i>
<i>Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Bayram DEVİREN</i> <i>HALL 4 / SALON 4</i>	
13:30-13:50	MULTI-WALLED CARBON NANOTUBE – GOLD DEPOSITED MODIFIED GLASSY CARBON ELECTRODE SURFACE FOR HEAVY METAL DETECTION <i>Abdurrahman Taha GULDEREN and Yasemin OZTEKİN</i>

13:50-14:10	PHOTOCATALYTIC HYDROGEN EVOLUTION BY NICKEL SULFIDE/CARBON NANOTUBE COMPOSITE <i>EmreAslan, GizemYanalak,IlkerAkin and Imren Hatay Patir</i>
14:10-14:30	DYNAMICS OF THE MIXED SPIN (1/2, 1) ISING NANOTUBE SYSTEM <i>Bayram Deviren, Seyma Akkaya Deviren and Barış Recber</i>
14:30-14:50	COBALT SULFIDE/CARBON NANOTUBE CATALYZED HYDROGEN EVOLUTION AT LIQUID/LIQUID INTERFACES <i>Gizem Yanalak Emre Aslan, Ilker Akin , and Imren Hatay Patir</i>
14:50-15:10	THE EFFECT OF MAGNESIUM, TEMPERATURE AND NANO-SIZED MAGNESIUM OXIDE ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF METAL MATRIX COMPOSITES <i>Halil İbrahim KURT, Musa YILMAZ, Necip Fazıl YILMAZ ve Murat ODUNCUOĞLU</i>
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Serkan ŞAHİNKAYA HALL 5 / SALON 5	
13:30-13:50	FIRE BEHAVIOUR ASSESSMENT OF RIGID POLYURETHANE FOAMS CONTAINING NANOCCLAY AND INTUMESCENT FLAME RETARDANT BASED ON CONE CALORIMETER TESTS <i>Bilal AYDOĞAN and Nazım USTA</i>
13:50-14:10	THEORETICAL MODEL COMPARION FOR THE TOTAL PROTON REACTION CROSS SECTION CALCULATIONS <i>Halim Büyükuşlu, Firdevs Banu Özdemir, Tuba Özdemir Öge</i>
14:10-14:30	UNFOLDING OF SHEET METAL COMPONENT USING STEP FILE OF CAD MODEL <i>Veysel ÇELİK and İ. Hüseyin FİLİZ</i>
14:30-14:50	MECHANICAL AND MORPHOLOGICAL PROPERTIES OF RECYCLED POLYETHYLENE-LEATHER WASTE COMPOSITES <i>Eylem Kılıç, Kadir Gündoğan, Deniz Gürler Karaman and Gökhan Zengin</i>
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Hüseyin CÜCE HALL 6/ SALON 6	
13:30-13:50	OKSIDATION BEHAVIOR at HIGH TEMPERATURE of CuAlTa SHAPE MEMORY ALLOY <i>E.Ercan and F.Dağdelen</i>
13:50-14:10	THEORETICAL INVESTIGATION OF ELECTRONIC AND OPTICAL PROPERTIES OF Cr AND Cr-N DOPED ANATASE TiO₂ <i>Veysel Çelik and Ersen Mete</i>
14:10-14:30	THERMODYNAMICS OF SHAPE MEMORY ALLOYS <i>Ömer Çakmak, Mehmet Kaya</i>
14:30-14:50	INVESTIGATION OF BIOCOMPATIBILITY PROPERTY OF POROUS TiNbSn ALLOY <i>Mehmet KAYA, Ömer ÇAKMAK, Ebru Elibol, Mustafa Köm</i>
14:50-15:10	COOLING CONDITION EFFECTS ON TRANSFORMATION TEMPERATURE AND MICROSTRUCTURE OF QUATERNARY CUALNITI SMA <i>Fethi DAGDELEN, M.Sait KANCA, Mustafa BOYRAZLI</i>
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Cengiz BAĞCI HALL 7/ SALON 7	
13:30-13:50	SYNTHESIS OF STRONTIUM BORATE WITH USE OF THE TURKISH CELESTITE AND BORIC ACID <i>Duygu Yılmaz, Nursen Koç, Servet Turan</i>
13:50-14:10	SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE OF Nb DOPED LiFePO₄/C CATHODES BY MECHANOCHEMICAL ACTIVATION <i>Cengiz Bağci and Oncu Akyildiz</i>
14:10-14:30	CHARACTERIZATION OF SiC PARTICLES PREPARED FROM MECHANOCHEMICALLY ACTIVATED GEOPOLYMER <i>Cengiz Bağci</i>
14:30-14:50	MAGNETIZATION PLATEAUS AND GROUND-STATE PHASE DIAGRAMS OF THE SPIN-1 ISING MODEL ON THE SHASTRY-SUTHERLAND LATTICE <i>Seyma Akkaya Deviren and Bayram Deviren</i>
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr. İsmail DİNÇER HALL 8/ SALON 8	
13:30-13:50	EFFECT OF DIFFERENT CURE PROCESSES ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF EPOXY/CTBN BLEND <i>Harun SEPET and Necmettin Tarakcioglu</i>
13:50-14:10	THE SELECTION OF MATERIAL TO USE IN SPOILER DESIGN BY MULTI-CRITERIA DECISION METHOD <i>Bilal DEMIREL, Ercan SENYIGIT, Nursena ULUER, Serkan KILICTEK, Fehim SARUHAN, Emre Can SIMSEK</i>
14:10-14:30	FAILURE ANALYSIS OF V-NOTCHED CARBON/EPOXY COMPOSITE PLATES <i>Ahmet SAYLIK, Mete Onur KAMAN</i>

14:30-14:50	SYNTHESIS OF NiO/ZnO NANOCOMPOSITE PARTICLES BY ULTRASONIC SPRAY PYROLYSIS (USP) METHOD <i>Duygu Yeşiltepe Özçelik</i> and Sebahattin Gürmen
15:10-15:30	COFFE BREAK / ÇAY-KAHVE ARASI
SESSION 2 / OTURUM 2	
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Ali Kaya GÜR HALL 1 / SALON 1	
15:30-15:50	MICROSTRUCTURAL, MECHANICAL AND ELECTRICAL CHARACTERIZATION OF DIRECTIONALLY SOLIDIFIED Al-Si-Mg EUTECTIC ALLOY <i>Yusuf KAYGISIZ</i> , Necmettin MARAŞLI
15:50-16:10	GRINDING PROCESS AND SUBSURFACE DAMAGE EXPLORATION OF LOW EXPANSION GLASSES <i>Ceyda Özdemir</i> , Yusuf Özçatalbaş, Tuğba Bolat, Sezgin Kocaer, Burak Aydemir, Özgür Selimoğlu, Özgür Karcı
16:10-16:30	INVESTIGATION OF USE OF IMAGE PROCESSING METHODS IN DETERMINING SPRAYING CHARACTERIZATION OF FUEL INJECTION SYSTEMS Burak TANYERİ, Orhan ATİLA, Fatma TEBER, Hüseyin SEVİNÇ
16:30-16:50	INVESTIGATION OF WEAR PERFORMANCE OF TIN COATED ENGINE PARTS WITH PVD TECHNIQUE <i>F. Teber</i> , E. Gerçekcioğlu
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.İskender MUZ HALL 2 / SALON 2	
15:30-15:50	OPTICAL PROPERTIES OF (Cu, Al, In)-DOPED SnO ₂ THIN FILMS GROWN BY SPRAY METHOD <i>Sibel Gürakar</i> and Tülay Serin
15:50-16:10	Sn _{91.2-x} -Zn _{8.8} -Ag _x ALAŞIMLARININ TERMO-ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ <i>M. Şahin</i> , E. Çadırılı
16:10-16:30	ÖTEKTİKÜSTÜ Sn-3Cu ALAŞIMINDA MİKRO SERTLİK VE TERMO-ELEKTRİK ÖZELLİKLERİN İNCELENMESİ <i>E. Üstün</i> ve <i>E. Çadırılı</i>
16:30-16:50	THE DETERMINATION OF MICROSTRUCTURE, THERMAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF SOME INTERMETALLIC ALLOYS IN Sn-Zn-Cu SYSTEM <i>Sezen AKSÖZ</i> , Pınar ATA ESENER, Esra ÖZTÜRK, Necmettin MARAŞLI
16:50-17:10	2D-3D STRUCTURAL TRANSITION IN Si _n C _{5-n} H ₈ (n=0-5) SERIES <i>İskender MUZ</i> and <i>Mustafa KURBAN</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.İlyas SOMUNKIRAN HALL 3 / SALON 3	
15:30-15:50	EFFECTS OF INORGANIC MINERALS ON COMPRESSIVE STRENGTH OF RIGID POYURETHANE FOAMS <i>Bilal AYDOĞAN</i> , <i>Recep YURTSEVEN</i> and <i>Nazım USTA</i>
15:50-16:10	THE SPECTROSCOPIC STUDY OF HYPERICIN MOLECULE <i>Tuba Özdemir Öge</i> , Halil Gökce
16:10-16:30	OPTICAL POWER CALCULATIONS OF OPHTHALMIC LENSES <i>Tuba Özdemir Öge</i> , <i>Firdevs Banu Özdemir</i> , Halim Büyükuslu
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Uğur ÇALIGÜLÜ HALL 4 / SALON 4	
15:30-15:50	QUANTUM DOT SOLAR CELLS AND DESIGNING <i>Cem ÖKSEL</i> , <i>Yıldız KOÇ</i> , <i>Hüseyin YAĞLI</i> , <i>Ali KOÇ</i>
15:50-16:10	INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF LIGHT ALLOYS PRODUCED BY CASTING METHOD <i>Hakan Yaykaşlı</i> and <i>Musa Gögebakan</i>
16:10-16:30	OTOMOTİVDE KULLANILAN ULTRA YÜKSEK MUKAVEMETLİ SAC METAL MALZEMELERİN İLİK ŞEKİLLENDİRİLMESİNDE ŞEKİLLENDİRME HIZ HASSASİYETİNİN (STARİN RATE) TESPİTİ <i>Nuri ŞEN</i> , İlyas UYGUR, Fikret POLAT
16:30-16:50	OTOMOTİVDE KULLANILAN ULTRA YÜKSEK MUKAVEMETLİ SAC METAL MALZEMELERİN İLİK ŞEKİLLENDİRİLMESİNDE ŞEKİLLENDİRME SICAKLIK ARALIĞININ TESPİTİ <i>Nuri ŞEN</i> , İlyas UYGUR, Yakup Okan ALPAY
16:50-17:10	A FINITE ELEMENT SIMULATION OF AN AUTOMOTIVE EXTERIOR PANEL (FENDER) BUCKLING BEHAVIOR WITH STAMPING INDUCED DATA <i>Beyhan MUTLU</i> and <i>Alican KILIÇASLAN</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Soner BUYTOZ HALL 5 / SALON 5	
15:30-15:50	THE INFLUENCE OF MULTISTAGE COATING ON THE STRUCTURAL INTEGRITY OF THE RETICULATED ZnO CERAMICS FABRICATED BY THE REPLICATION METHOD <i>Memnune Kardeş</i> and <i>Koray Öztürk</i>

15:50-16:10	INVESTIGATION OF THE WC/Co COATABILITY OF AISI 304 AND AISI 316 STAINLESS STEELS USING HVOF PROCESS Ümit ZEYBEK, Osman ASİ
16:10-16:30	INVESTIGATION OF THE EFFECT OF COATING THICKNESS ON THE COATING PROPERTIES OF HVOF SPRAYED WC/Co COATING TO AISI 420 STAINLESS STEEL Ümit ZEYBEK, Osman ASİ
16:30-16:50	INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURAL PROPERTIES OF FETICOATINGS ON AISI 4140 STEEL PERFORMED BY THERMO-REACTIVEDIFFUSIONTECHNIQUE Soner Buytoz, Bülent Kurt, Y. Buğra Yıldırım, F. Nur Harputlugil
16:50-17:10	INVESTIGATION OF TOOL COATING EFFECT ON THERMAL CONDUCTIVITY BETWEEN TOOL AND CHIP IN TURNING OPERATION BY USING FEM Kamuran Kamil YEŞİLKAYA, Kemal YAMAN, Özer TAGA and Emre OKUR
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc. Prof. Dr. Tülay YILDIZ HALL 6/ SALON 6	
15:30-15:50	EFFECT OF BARIUM CARBONATE ADDITION ON THE PROPERTIES OF PORCELAIN CERAMIC TILE Hülya Kaftelen Odabaşı, Ümit Engin Anıl, Akın Odabaşı, Battal Kadir Kocabıyık
15:50-16:10	THE EFFECT OF SINTERING PRESSURE ON THE THERMAL CONDUCTIVITY OF Yb₂O₃ CONTAINING SILICON NITRIDE CERAMICS Pınar UYAN and Servet TURAN
16:10-16:30	THE EFFECT OF CERAMIC MEDIA ON MILLING AND EXPERIMENTAL TESTING OF MEDIA WEAR O.Y. Toraman, O. Ersoy, Y. Kaplan, A. Teymen H. Kose, B. Bitirmis
16:30-16:50	PRODUCTION OPEN CELL METAL FOAM BY CASTING METHOD Orhan ŞAHİN, Melik ÇETİN
16:50-17:10	ECO-FRIENDLY CERAMIC MEMBRANE BIOREACTOR (MBR) BASED ON RECYCLED AGRICULTURAL AND INDUSTRIAL WASTES FOR WASTE WATER REUSE Alpagut KARA
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc. Prof. Dr. Bayram DEVİREN HALL 7/ SALON 7	
15:30-15:50	THE INFLUENCE OF TRISODIUM PHOSPHATE CONCENTRATION ON TRIBOLOGICAL AND CORROSION PROPERTIES OF MAO'ED AZ91 MAGNESIUM ALLOY Faiz Muhaffel, Ali Serdar Vanlı, Huseyin Cimenoglu
15:50-16:10	NITRIDING OF INCONEL 713 LC SUPERALLOY VIA FLUIDIZED BED Mine Yucel, Faiz Muhaffel and Huseyin Cimenoglu
16:10-16:30	THE RELATIONSHIP BETWEEN ELECTRICITY CONSUMPTION AND CARBON DIOXIDE EMISSION: HIERARCHICAL STRUCTURE METHODS Seyma Akkaya Deviren and Bayram Deviren
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist. Prof. Dr. Nilüfer KÜÇÜKDEVECİ HALL 8/ SALON 8	
15:30-15:50	GENERAL OVERVIEW OF PUMICE INDUSTRY IN NEVŞEHİR İsmail DİNÇER, Ahmet ORHAN, Mutluhan AKIN and Serap ÇOBAN
15:50-16:10	A REVIEW OF TREATMENT OF COKING INDUSTRY WASTEWATERS Serkan Sahinkaya
16:10-16:30	USAGE OF PUMICE STONE IN THE PRODUCTION OF NOISE INSULATION MATERIALS Serkan Sahinkaya
16:30-16:50	INVESTIGATION ON WELDABILITY OF 304L STAINLESS STEEL Furkan GÖKÇE, Cemal ÇARBOĞA, Bülent KURT, Serkan DAL, Yusuf KARACA
16:50-17:10	CHARACTERIZATION OF BORON CARBIDE AND NANO B4C PARTICLE PRODUCTION Barış GÜNAY, Bülent KURT, Cemal ÇARBOĞA, Khangardas Askerov, Serkan Dal
20:30-	GALA / GALA URANOS SARIKAYA <i>(with Turkish night)</i>
12 OCTOBER 2017- 12 EKİM 2017	
SESSION 3 / OTURUM 3	
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc. Prof. Dr. Zahide BAYER ÖZTÜRK HALL 1/ SALON 1	
08:50-09:10	THE EFFECT OF INDUCTION SURFACE HARDENING ON ABRASIVE WEAR BEHAVIOR OF GGG40 CAST IRONS Uğur ÇALIGÜLÜ, Mustafa TÜRKMEN, Hülya DURMUŞ, Uğur GENÇSOY, Remzi KALLI
09:10-09:30	EXPERIMENTAL AND NUMERICAL INVESTIGATION OF TIE ROD FATIGUE PERFORMANCE K. Taş and Y. Pekbey

09:30-09:50	EFFECT OF DIFFERENT METAL OXIDES ON VICKERS HARDNESS OF THE FRIT BASED CRYSTALLINE GLAZES <i>Keriman Pekkan, Yalçın Gün</i>
09:50-10:10	DEVELOPMENT OF AVENTURINE GLAZE COMPOSITIONS IN TRIAXIAL GLAZE SYSTEMS <i>Eda Taşçı, Keriman Pekkan, Kadir Öztaş, Suna Yılmaz</i>
10:10-10:30	USING OF FUNCTIONALLY GRADED MATERIALS AND THEIR APPLICATIONS <i>Hakan Pekel</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Ali Kaya GÜR HALL 2 / SALON 2	
08:50-09:10	INVESTIGATION OF MECHANICAL STRESSES OF 3D TRUSS ROOF MODEL BY ANSYS METHOD <i>Ali Kaya GÜR, Semih TAŞKAYA, Nida KATI, Tülay YILDIZ</i>
09:10-09:30	DİNAMİK AKMA EĞRİSİ MODELLERİNİN TWIP900 ÇELİĞİNDEKİ PERFORMANSLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ <i>Süleyman KILIÇ, Fahrettin ÖZTÜRK</i>
09:30-09:50	FARKLI SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN MİKROYAPI VE SERTLİĞİNİN İNCELENMESİ <i>Bilge DEMİR, Ömür YAZICI, Aytekin KURT, Muhammed ELİTAŞ</i>
09:50-10:10	COMPARISON OF CONVENTIONAL AND INDUCTIVE DRIVEN MILK PASTEURIZATION SYSTEMS ACCORDING TO ENERGY AND EXERGY <i>Anıl Başaran, Tuncay Yılmaz Can ÇİVİ</i>
10:10-10:30	DIFFERENCES OF LATEST VERSIONS OF ISO 6892-1 AND ASTM E8 TENSILE TESTING STANDARDS <i>Haldun DİZDAR, Bülent AYDEMİR and Cemal VATAN</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Bilal DEMİREL HALL 3 / SALON 3	
08:50-09:10	ADSORPTION STUDY OF CARVACROL ON MODIFIED BENTONITE <i>Doha BERRAAOUAN, Mohamed EL MIZ, Abdesselam TAHANI</i>
09:10-09:30	KORDİYERİT TABANLI VİTRİFİYE FIRIN ATIKLARININ SERAMİK KÖPÜK FİLTRE ÜRETİMİNDE KULLANIMININ ÖN ARAŞTIRMASI <i>Eray Çaşın, İskender Işık, Mustafa Yaman</i>
09:30-09:50	ADDITION OF SPODÜMENE ON SINTERING BEHAVIOUR OF HARD PORCELAIN BODIES <i>Hanife KADIOĞLU, Alpagut KARA</i>
09:50-10:10	COMPARISON OF MECHANICAL PROPERTIES OF MgO-C REFRACTORY BRICKS BY INCORPORATION OF GRAPHITE AND PYROLYTIC CARBON BLACK <i>Tuba Bahtlı, Veysel Murat Bostancı, Derya Yeşim Hopa, Şerife Yalçın Yastı</i>
10:10-10:30	FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF FIRED CLAY BRICKS WITH PAPER PROCESSING WASTE AND EXPANDED PERLITE ADDITION FOR BUILDING APPLICATIONS <i>Irmak Su Ökten, Ece Budak, Savaş Öztürk, Mücahit Sütçü</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Prof.Dr.Sermin OZAN HALL 4 / SALON 4	
08:50-09:10	BETON KARIŞIM SUYUNUN DONATI KOROZYONUNA ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI <i>Mine KURTAY, Hüsnü GERENGİ</i>
09:10-09:30	BORONYUM KATKILI KOROZYON İNHİBİTÖRLERİ <i>Mesut YILDIZ, Hüsnü GERENGİ, H. İbrahim UĞRAŞ</i>
09:30-09:50	INTERNAL STRUCTURE – RESİSTANCE RELATIONSHIP OF FLY ASH MORTAR MIXTURES AT EARLY AGES <i>Eda Taşçı, Abdullah Demir, M. Uğur Toprak, Zişan Demirdaş</i>
09:50-10:10	INVESTIGATION OF THE EFFECTS OF POLYPROPYLENE FİBER AND HAZELNUT SHELL ASH ADDİTİVES ON DENSITY, POROSİTY AND WATER ABSORPTION RATES OF CEMENT <i>Başak Mesci Oktay, Burcu Demirbaş</i>
10:10-10:30	HIGH TEMPERATURE OXIDATION OF BORON CARBIDE <i>Esra DOKUMACI, İlker ÖZKAN and A.Bülent ÖNAY</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Yavuz SUN HALL 5 / SALON 5	
08:50-09:10	SILVER CATALYZED NICKEL MESH CATHODE FOR ALUMINIUM AIR BATTERY <i>Rasiha Nefise MUTLU and Birgül YAZICI</i>
09:10-09:30	AN ENZYMELESS HYDROGEN PEROXIDE AMPEROMETRIC SENSOR BASED ON PD NANOPARTICLES SUPPORTED ON (3-AMINOPROPYL) TRIETHOXYSILANE FUNCTIONALIZED CEO₂ <i>Muhammet Guler Vedat Turkoglu</i>
09:30-09:50	EFFECTS OF NANO DOPANT ON THE LOW-TEMPERATURE PHASE IN Ba-Ca-Cu-O SUPERCONDUCTOR <i>Şahin Ünlüer, İbrahim Karaca, Nihat Şimşek</i>
09:50-10:10	EFFECTS OF SAMARIUM DOPANT ON REFINEMENT OF THE RE123 SUPERCONDUCTORS <i>I. Karaca, N. Şimşek, Ş. Ünlüer, and S. Çelebi</i>

10:10-10:30	CHARACTERIZATION OF SM123 INFILTRATED-Y123 SUPERCONDUCTORS Nihat Simsek, İbrahim Karaca
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr. İlyas SOMUNKIRAN HALL 6 / SALON 6	
08:50-09:10	SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF TRI-CALCIUM PHOSPHATE DOPED WITH STRONTIUM, CHLORIDE AND FLUORIDE IONS Redar Wasurahman AHMED, Serap GÜNGÖR KOÇ
09:10-09:30	EFFECT OF NANO TIN(Sn) DOPANT ON THE SM123 SUPERCONDUCTOR Deniz Yıldırım, İbrahim Karaca
09:30-09:50	ELECTRICAL AND OPTICAL CHARACTERISTICS OF Au/PTB7:PCBM/N-SI HETEROJUNCTION SCHOTTKY BARRIER DIODE H. Muzaffer ŞAĞBAN, Tuğba ÖZDEMİR, Özge TÜZÜN ÖZMEN
09:50-10:10	SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND INVESTIGATION OF MESOMORPHIC PROPERTIES OF NOVEL CALAMITIC 2,5-DIMETOXY IMINE DERIVETES Hülya ELMALI GÜLBAŞ, Ali ANTEPLİ, Belkız BİLGİN ERAN
10:10-10:30	EFFECT OF THE ZINC (Zn) DOPING ON CHARACTERIZATION OF THE Sn-BASED SUPERCONDUCTOR Selva Büyükkakçaş, İbrahim Karaca, Şahin Ünlüer
Session Chairman / Oturum Başkanı: Prof.Dr.Alpagut KARA HALL 7 / SALON 7	
08:50-09:10	LATEST DEVELOPMENTS IN SOLID-STATE DIFFUSION BONDING OF UN-WELDABLE ALLOYS AND THEIR APPLICATIONS IN JET ENGINES, ELECTRIC CARS, VACUUM SYSTEMS AND NUCLEAR POWER PLANTS Amir A. Shirzadi
09:10-09:30	HIGH TEMPERATURE MECHANICAL PROPERTIES OF FRICTION STIR PROCESSED ALUMINUM METAL MATRIX COMPOSITE Ali Hosseinzadeh and Guney Guven Yapici
09:30-09:50	PROCESSING ROUTE - PROPERTY RELATIONS OF AISI 304 ALLOY AFTER CONSTRAINED GROOVE PRESSING Zeynel Guler and Guney Guven Yapici
09:50-10:10	THE EFFECTS OF THE ELECTRODE PRESSURE ON TENSILE STRENGTH AND FRACTURE MODES OF THE RSW JUNCTIONS OF DP600 SHEET STEEL Muhammed ELITAS, Bilge DEMİR, Omur YAZICI
10:10-10:30	SIZE EFFECTS OF RECOVERED Tİ-6AL-4V ALLOY SCRAP BY CONVENTİONAL P/M TECHNIQUES Mustafa Ustundag, Mehmet Fahri Sarac and Remzi Varol
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Volkan KIRMACI HALL 8 / SALON 8	
08:50-09:10	REMOVAL OF EMERGING CHEMICALS USING UİO-66 METAL ORGANIC FRAMEWORKS Selin Şahin, ElafAbdelillah Ali Elhussein and Şahika Sena Bayazit
09:10-09:30	AN EXPERIMENTAL PERFORMANCE ANALYSIS OF TWO PARALLEL CONNECTED COUNTER FLOW RANQUE-HILSCH VORTEX TUBES SYSTEM WITH NOZZLES MADE OF POLYAMIDE AND BRASS USING OXYGEN AS A WORKING FLUID Volkan KIRMACI, Hüseyin KAYA, Fahrettin GÜNVER
09:30-09:50	AN INVESTIGATION PERFORMANCE ANALYSIS OF PARALLEL CONNECTED TWO COUNTER FLOW RANQUE-HILSCH VORTEX TUBES WITH MADE OF BRONZED TEFLON AND STEEL NOZZLES Volkan KIRMACI, Hüseyin KAYA, Fahrettin GÜNVER
09:50-10:10	A CERAMIC COATING FOR CORROSION PROTECTION ON AISI 316TI STAINLESS STEEL Cengizhan Taslicay, Yakup Yurekturk, Faiz Muhaffel, Murat Baydoğan
10:10-10:30	SYNTHESIS OF ZIRCONIA/MAGNESIA COMPOSITE COATING ON AZ91 MAGNESIUM ALLOY Ekin Selvi, Faiz Muhaffel and Murat Baydoğan
10:30-10:50	COFFE BREAK / ÇAY-KAHVE ARASI
SESSION 4 / OTURUM 4	
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Musa KILIÇ HALL 1 / SALON 1	
10:50-11:10	EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF SOFC WITH DIRECT METHANOL AT DIFFERENT TEMPERATURE AND CONCENTRATION F. YUCEL, S. CELİK
11:10-11:30	LOW-VELOCITY IMPACT BEHAVIOURS of BORON PARTICLE REINFORCED IRON MATRIX COMPOSITES (Fe/B) Mustafa HAMAMCI, Fehmi NAİR, A. Alper CERİT, Recep GÜNEŞ

11:30-11:50	INVESTIGATION OF THE EFFECT OF BORON on NiTi / Ni3Al INTERMETALLIC FUNCTIONALLY GRADED MATERIAL PRODUCED BY SELF-PROGRESSIVE HIGH TEMPERATURE SYNTHESIS <i>Musa KILIÇ, Esra BATIBAY, Fatih Demir, Serkan BATI, İbrahim Biliz</i>
11:50-12:10	EFFECT OF METAL COATED DIAMOND ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF METAL MATRIX COMPOSITES <i>Halit SÜBÜTAY, Mehmet ŞİMŞİR</i>
12:10-12:30	CHARACTERIZATION OF CrN COATING ON DIN 1.2379 AND DIN 1.2842 COLD WORK TOOL STEELS BY PHYSICAL VAPOR DEPOSITION <i>Selim KORKMAZ, Mehmet ŞİMŞİR, Mehmet KUL</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr. İbrahim KARACA HALL 2 / SALON 2	
10:50-11:10	THE EFFECTS OF NANO-SM DOPING ONTO THE SUPERCONDUCTING LEVITATION FORCE <i>Nihat Şimşek, İbrahim Karaca, Şahin Ünlüer</i>
11:10-11:30	A COMPARATIVE STUDY OF THE LEVITATION FORCE MEASUREMENTS IN Ba-Ca-Cu-O SUPERCONDUCTOR <i>Şahin Ünlüer, İbrahim Karaca</i>
11:30-11:50	MAGNETIC FLUX PROFILE OF B(Pb)SCCO SUPERCONDUCTOR <i>İbrahim Karaca, Şahin Ünlüer, Nihat Şimşek</i>
11:50-12:10	SYNTHESIS AND CRYSTAL STRUCTURE ANALYSIS OF YTTERBIUM OXIDE AND ERBIUM OXIDE DOPED BISMUTH OXIDE FOR SOLID OXIDE FUEL CELLS <i>Pelin GÜLER, Serdar YILMAZ ve Esra KORKMAZ YILDIZ</i>
12:10-12:30	THE INVESTIGATION OF TEMPERATURE AND CONCENTRATION EFFECT ON THE CORROSION INHIBITION OF MILD STEEL BY A NEWLY SYNTHESIZED SCHIFF BASE DERIVATIVE CONTAINING ELECTRON-DONATING GROUPS IN ITS STRUCTURE <i>Demet ÖZKIR</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Prof.Dr. Bülent BOSTAN HALL 3 / SALON 3	
10:50-11:10	EVALUATION OF THE MACHINABILITY OF PLASTIC MOLD STEELS AISI 1148 STEEL <i>Mahir AKGÜN, Barış ÖZLÜ, Halil DEMİR</i>
11:10-11:30	THE INFLUENCE OF CUTTING CONDITION ON SURFACE ROUGHNESS IN TURNING OF AUSTENITIC STAINLESS STEELS AISI 304 <i>Mahir AKGÜN, Barış ÖZLÜ, Halil DEMİR, Hasan Basri ULAŞ</i>
11:30-11:50	EVALUATION OF THE MACHINABILITY OF AISI D2 STEEL USED IN THE INDUSTRY DIE/MOLD <i>Mahir AKGÜN, Barış ÖZLÜ, Hasan BALLIKAYA, Hasan Basri ULAŞ</i>
11:50-12:10	INFLUENCE OF THE THERMAL PARAMETERS ON THE FAILURE OF THE FUNCTIONALLY GRADED CYLINDER <i>Ali ÖZTÜRK</i>
12:10-12:30	SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN FARKLI PARAMETRELER ALTINDA ABRASİF AŞINMA DAVRANIŞI <i>Bilge DEMİR, Ömür YAZICI, Aytekin KURT, Muhammed ELİTAŞ</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr. Mehmet KAYA HALL 4 / SALON 4	
10:50-11:10	PRODUCTION OF POROUS Ni-RICH NiTi ALLOY COMPACTS PREPARED BY POWDER METALLURGY METHOD <i>Sinan Aksöz, Ümit Demir, Hakan Ada, Bülent Bostan</i>
11:10-11:30	MICROSTRUCTURE CHARACTERISTICS OF Ti-16Nb-4Sn ALLOY PRODUCED BY POWDER METALLURGY <i>Mehmet Kaya, Ömer Çakmak</i>
11:30-11:50	THE EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF POROUS TiNbZr ALLOY <i>Mehmet Kaya, Fahrettin Yakuphanoglu, Ömer Çakmak</i>
11:50-12:10	NICKEL MICRO PADS AND COLUMNS FOR TRAPPING IMMUNOMAGNETIC BEADS AND CAPTURED LEUKEMIA CELLS <i>Mustafa Büyük, Muhammad Noman Hasan, Günyaz Ablay, Kutay İçöz</i>
12:10-12:30	BASINÇLI DÖKÜM YÖNEMİYLE ÜRETİLEN Mg-4Sn-1Y ALAŞIMINA Zr İLAVESİNİN MEKANİK ÖZELLİKLERE ETKİSİ <i>Güven YARKADAŞ, Güher TAN, Hüseyin ŞEVİK, İsmail AKYÜZ</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr. Bilal DEMİREL HALL 5 / SALON 5	
10:50-11:10	OPTIMIZATION OF HIP PROSTHESIS <i>Bilal DEMİREL, Fatih AKKURT, Burak PEHLİVANLI, Mustafa ERDEM, Kamil ÖRDEK</i>
11:10-11:30	FARKLI LANTANİT ELEMENTLERİN SrAl2O4 FOSFORLARIN IŞIK ŞİDDETİ VE KRİSTAL YAPISI ÜZERİNE ETKİLERİ <i>Yusuf Ziya HALEFOĞLU</i>

Session Chairman /Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Nilüfer KÜÇÜKDEVECİ		HALL 6 / SALON 6
10:50-11:10	LONG ENDURANCE OF PERFORMANCE FOR START STOP BATTERIES IN LIFETIME <i>Yıldırım Eydemir, Mustafa Bahadır Özdemir</i>	
11:10-11:30	THE STANDARDIZATION in AGRICULTURAL IRRIGATION EQUIPMENTS <i>M. Cüneyt BAĞDATLI</i>	
11:30-11:50	OUTDOOR PERFORMANCE OF THREE DIFFERENT PHOTOVOLTAIC (PV) ON-GRID PANELS IN DÜZCE AREA FROM 2014 TO 2016 <i>Özge TÜZÜN ÖZMEN, H. Muzaffer ŞAĞBAN, Tuğba ÖZDEMİR</i>	
11:50-12:10	EFFECTS OF THE MOLARITY OF THE DEPOSITION SOLUTION COMPOSITION on CdO FILMS OBTAINED BY ELECTRODEPOSITION <i>Ayça KIYAK YILDIRIM and Barış ALTIOKKA</i>	
12:10-12:30	PHYSICAL PROPERTIES OF THE CdO FILMS OBTAINED BY ELECTRODEPOSITION AT DIFFERENT CATHODIC POTENTIALS <i>Barış ALTIOKKA and Ayça KIYAK YILDIRIM</i>	
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.İlyas SOMUNKIRAN		HALL 7 / SALON 7
10:50-11:10	INVESTIGATION OF BENDING PROPERTIES OF HAZELNUT SHELL FILLED POLYETHYLENE COMPOSITES <i>İlyas Kartal, Halil Demirer, Sinan Fevzi Demircan, Kenan Büyükkaya</i>	
11:10-11:30	SICAK PRESLEME İLE ÜRETİLEN T/M PARÇALARIN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNE SIKIŞTIRMA BASINCI VE YAĞLAYICI GİDERME PARAMETRELERİNİN ETKİSİ <i>Tuğçe Şahin, Yusuf Özçatalbaş, ve C. Gizem Delibalta</i>	
11:30-11:50	T/M PARÇALARIN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNE SIKIŞTIRMA BASINCI VE YAĞLAYICI GİDERME PARAMETRELERİNİN ETKİSİ <i>A.Besim Baykal, Yusuf Özçatalbaş, ve C. Gizem Delibalta</i>	
11:50-12:10	NİTİNOL ALAŞIMININ MİKROYAPISI ÜZERİNE YAŞLANDIRMA SICAKLIĞININ ETKİSİ <i>Mehmet Kaya, Tuğba Yıldız Saygılı, Ömer Çakmak</i>	
12:10-12:30	NİKELCE ZENGİN NİTİ ALAŞIMININ FAZ DÖNÜŞÜM DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ <i>Mehmet Kaya, Tuğba Yıldız Saygılı, Ömer Çakmak</i>	
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Ali Kaya GÜR		HALL 8 / SALON 8
10:50-11:10	SYNTHESIS AND PHOTOLUMINESCENT CHARACTERIZATION OF LANTHANUM STANNATE PYROCHLORE <i>Erkul KARACA OGLU and Esra ÖZTÜRK</i>	
11:10-11:30	PHOTOLUMINESCENT PROPERTIES OF CE^{3+}- ION DOPED $Sm_2Ti_2O_7$ PYROCHLORE <i>Erkul KARACA OGLU and Esra ÖZTÜRK</i>	
11:30-11:50	THE SYNTHESIS OF NANOCRYSTALLINE VANADIUM DIOXIDE ELECTRODE FOR SOLAR CELL APPLICATION <i>Seher Cetin, Hasan Gocmez, Mustafa Tuncer</i>	
11:50-12:10	THE PREPARATION OF $TiO_2-Nb_2O_5$ PHOTOELECTRODE BY GEL AND SUPERCRITICAL SOLUTION METHODS FOR DYE SENSITIZED SOLAR CELL <i>Seher Cetin, Hasan Gocmez, Mustafa Tuncer</i>	
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Soner BUYTOZ		HALL 9 / SALON 9
10:50-11:10	BETON KARIŞIMLARINDA UÇUCU KÜLLERİN VE ÇİNKO CEVHER ATIĞININ KULLANIMI <i>Lütfü ARSLAN, Büşra SAĞLAR, Osman TOPRAKÇI, Şerife AYCAN, Merve Nur BAĞIRAN, Zahide BAYER ÖZTÜRK</i>	
11:10-11:30	INVESTIGATION OF THE PROPERTIES OF CERAMIC TILE SURFACES PREPARED BY SOL-GEL METHOD <i>Melek GÜNER, Zahide BAYER ÖZTÜRK</i>	
11:30-11:50	HEAT TREATMENT AND CHARACTERIZATION OF BORON ADDED AISI 4140 (42CrMo4) QUENCHED & TEMPERING STEEL AT DIFFERENT RATES <i>Pınar ATA ESENER, Cemal ÇARBOĞA, Serkan DAL</i>	
11:50-12:10	THE ELEMENTAL AND STRUCTURAL ANALYSIS OF ARCHAEOLOGICAL FINDINGS: OYLUM HÖYÜK CASE REPORT <i>Aydoğan BOZKURT, Derya BOZKURT, Ali ÖZER, Atilla ENGİN</i>	
12:10-12:30	AISI D6 SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİĞİNİN YÜZEYİNİN TRD METODU İLE MODİFİKASYONU <i>Lutfullah ÖZDOĞAN, Bülent KURT, Cemal ÇARBOĞA, Khangardas ASGAROW</i>	
12:30-13:30	LUNCH/ÖĞLE YEMEĞİ	
SESSION 5 / OTURUM 5		
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.İbrahim KARACA		HALL 1 / SALON 1

13:30-13:50	EFFECT OF TEMPERATURE ON METAL MATRIX COMPOSITE MATERIALS ANALYSIS OF CREEP AND ELASTIC PROPERTIES BY ANSYS METHOD Ali Kaya GÜR, Semih TAŞKAYA, Tülay YILDIZ, Nida KATI
13:50-14:10	MECHANICAL PROPERTIES OF POLYLACTIC ACID BASED BIO-COMPOSITES <i>Sevim Alışır, Dileknur Odun</i>
14:10-14:30	MECHANICAL CHARACTERISTICS OF LIGHTWEIGHT COMPOSITES FABRICATED BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION Dhyai Hassan Jawad and Guney Guven Yapici
14:30-14:50	EFFECT OF C PARTICLE REINFORCEMENT AT DIFFERENT RATIOS ON THE MECHANICAL PROPERTIES AND MICROSTRUCTURE OF CU MATRIX COMPOSITES Mahir UZUN, Üsâme Ali USCA
14:50-15:10	EFFECT OF CUTTING PARAMETERS OF ABRASIVE WATER JET MACHINING ON THE SURFACE QUALITY OF AlMg3/SiCP COMPOSITES Mak.Yuk.Muh. Ahmet AKSU and Yrd.Doc.Dr. Nilhan Urkmez TASKIN and Yrd. Doc.Dr. Vedat TASKIN
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Bilal DEMİREL HALL 2 / SALON 2	
13:30-13:50	INVESTIGATION OF THE EFFECTS OF HIGH PURITY Al POWDERS SYNTHESIZED BY MECHANICAL MILLING METHOD OF NiTi SMA POWDERS <i>Sinan Aksöz, Gülizar Altınışık, Ekrem Emre Elverişli, Bülent Bostan</i>
13:50-14:10	POWDER METALLURGY PROCESSING OF TITANIUM-NIOBIUM ALLOYS FOR MEDICAL IMPLANT APPLICATIONS <i>Nuaman Jasim Filamarz Al-ZANGANA, Dana Kareem Hameed PALANI, Fevzi KELEN, Tarık AYDOĞMUŞ</i>
14:10-14:30	INFLUENCE OF NONIONIC SURFACTANTS ON THE MORPHOLOGY OF SnO₂ NANOPARTICLES AND INVESTIGATION OF THEIR GAS SENSING PROPERTIES <i>Filiz Boran and Sevil Çetinkaya</i>
14:30-14:50	FIRST-PRINCIPLES INVESTIGATIONS ON STRUCTURAL AND ELASTIC PROPERTIES OF YAl₃ Tahsin Özer
14:50-15:10	INVESTIGATION OF PHYSICAL PROPERTIES OF X-MN-SI (X=FE, CO) SUPERALLOYS <i>Selva Büyükkakış, İbrahim Karaca</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Hüseyin CÜCE HALL 3 / SALON 3	
13:30-13:50	REMOVAL OF COBALT IONS FROM AQUEOUS SOLUTIONS BY USING ULTRASONIC-ACID MODIFIED PUMICE <i>Erkan KALIPCI, Hüseyin CÜCE, Osman Önder NAMAL</i>
13:50-14:10	AGRICULTURAL MACHINERY INDUSTRY AND IMPORTANT IN TURKEY <i>Osman Gökdoğan and Oktay Erdoğan</i>
14:10-14:30	IMPROVEMENT IN ENERGY EFFICIENCY OF A BOILER BY PERIODIC MEASUREMENT <i>Aydın Rüşen, Mehmet Ali Topçu, Selmin Ener Rüşen</i>
14:30-14:50	INVESTIGATION OF BENDING PROPERTIES OF POLYPROPYLENE AND RECYCLED EPDM MIXTURES <i>İlyas Kartal, Halil Demirer, Yunus Tezcan, Kenan Büyükkaya</i>
14:50-15:10	THE USE OF INDUSTRIAL WASTES IN HEAVY METAL CONTAMINATED WASTE WATER TREATMENT: THE CASE OF FOUNDRY WASTES <i>Hüseyin CÜCE and Mustafa YEMEN</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Ali GÜNEN HALL 4 / SALON 4	
13:30-13:50	OBSERVATION CARD APPLICATION OF (OHS) OCCUPATIONAL HEALTH AND SAFETY <i>Ömer Saltuk BÖLÜKBAŞI, Volkan KIZILAY</i>
13:50-14:10	INVESTIGATION OF SHEAR BANDS OF HIGH SPEED SHEARING PROCESS WITH JOHNSON COOK MODEL Ersan KIRAR, Mehmet DEMİR, Erdoğan KANCA, Mustafa Serdar KARAKAŞ, <i>Ali GÜNEN</i>
14:10-14:30	ÇELİK ÜRETİMİNDE KALSİYUM İŞLEMİNİN ÇELİK TEMİZLİĞİNE ETKİLERİ <i>Barış KARABAYRAK ve Dilek TURAN</i>
14:30-14:50	EFFECT OF N₂ FLOW RATE ON THE STRUCTURAL AND OPTICAL PROPERTIES OF TiN_x THIN FILMS PREPARED BY CATHODIC ARC EVAPORATION <i>Belgin Tamışan and Tugay Tosun</i>
14:50-15:10	INVESTIGATION OF CORROSION BEHAVIOR OF BORIDED AISI 304L, AISI 4320 AND AISI 4140 STEELS IN NITRIC ACID SOLUTION <i>Ali GÜNEN</i>
Session Chairman / Oturum Başkanı.: Assoc.Prof.Dr.Yavuz SUN HALL 5 / SALON 5	
13:30-13:50	EFFECT ON MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS PROPERTIES OF HEAT DISTRIBUTION DURING FRICTION STIR WELDING OF 7039 Al ALLOY U.AVCI, Ş.TEMİZ

13:50-14:10	THE EFFECT OF EXPLOSIVE RATIO ON INTERFACE FORMATION IN EXPLOSION WELDING OF AISI 430 FERRITIC STAINLES STEEL AND AISI 316 AUSTENITIC STEEL PLATES <i>M.S. Yıldırım, Y. Kaya, B.Gülenç, N.Kahraman, A. Durgutlu</i>
14:10-14:30	JOINING OF ALUMINUM ALLOYS WITH A NOVEL SOLID STATE WELDING METHOD <i>Isam Jabbar Bajilane and Guney Guven Yapici</i>
14:30-14:50	INVESTIGATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF WELD METAL OF HIGH ALLOY STEELS IN DIFFERENT QUALITIES <i>Bünyamin ÇİÇEK, Ferdi YILDIRIM, Levent ELEN, Şenol LİMAN</i>
14:50-15:10	TERMİK SANTRALLERDE KULLANILAN P91 KALİTE KAYNAKLI ÇELİKLERİN YÜKSEK DEĞERLİ ISIL İŞLEMİ SONRASI MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ <i>Levent ELEN, Yavuz SUN, Bünyamin ÇİÇEK</i>

Session Chairman / Oturum Başkanı: Prof. Dr. Alpagut KARA

HALL 6 / SALON 6

13:30-13:50	INVESTIGATION OF THE EFFECTS OF NANOPARTICLES ON THE PROPERTIES OF EPOXY COATING <i>Fazliye Karabörk Ümit Esra Özcan, Şakir Yazman, Ahmet Akdemi</i>
13:50-14:10	INVESTIGATION OF SURFACE AND AESTHETIC PROPERTIES OF ENAMEL COATINGS <i>Şengül DANIŞMAN, Ayşe SEVÜK</i>
14:10-14:30	INVESTIGATION OF SURFACE AND MECHANICAL PROPERTIES OF ENAMEL COATINGS <i>Şengül DANIŞMAN, Ayşe SEVÜK</i>
14:30-14:50	EFFECTS OF Zn, Ni, Bi, In AND Co ON THE ELECTRICAL RESISTIVITY OF Sn-Ag-Cu SOLDER <i>Uğur Büyük and Sevda Engin</i>

Session Chairman / Oturum Başkanı: Prof. Dr. Bilge DEMİR

HALL 7 / SALON 7

13:30-13:50	İNDÜKSİYONLA VE GELENEKSEL OLARAK SİNERLENEN DEMİR ESASLI TOZ METAL NUMUNELERDE ÖZGÜL DİRENCİN SİNERLEMENE ETKİSİ <i>Can ÇİVİ, Enver ATİK</i>
13:50-14:10	EFFECT OF POWDER CONTENT ON MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS OF Fe-Cr-B-C COATING ON AISI 1020 COATED WITH PTA WELDING METHOD <i>Cihan ÖZEL and Turan GÜRGENÇ</i>
14:10-14:30	THE EFFECTS OF THE ELECTRODE PRESSURE ON MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF THE RSW OF DP600 STEEL <i>Muhammed ELİTAŞ, Bilge DEMİR^b, Ömür YAZICI</i>
14:30-14:50	THE EFFECTS OF THE ELECTRODE TYPE ON MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF THE RSW OF DP600 STEEL <i>Huseyin KARAKUS, Bilge DEMİR, Muhammed ELITAS</i>
14:50-15:10	SURFACE ANALYSIS OF LOCALIZED CORROSION OF BRACKET OF LANDING GEAR OF AIRCRAFT <i>Yusuf Er</i>

15:10-15:30

COFFE BREAK / ÇAY-KAHVE ARASI

PANEL

“YENİ NESİL İMPLANT MALZEMELER”

Beta (β)-tipi titanyum alaşımlarının vücut entegrasyonunu ve biyouyumluluğunu iyileştirmek amacıyla sol-jel yüzey modifikasyon işlemleri ile biyoaktif hibrid kaplamalar ile kaplanması ve karakterizasyonu Bu panel TÜBİTAK tarafından desteklenen 114M437'nolu projenin yaygın etkisinin artırılması amacıyla düzenlenmiştir.

Panel Manager/Panel Yöneticisi: Doç. Dr. Burak DİKİCİ (Atatürk Üniversitesi)

HALL 9 / SALON 9

14:00-14:20	Doç. Dr. Burak DİKİCİ (Atatürk Üniversitesi) <i>“Yeni nesil implant malzemeler ve TÜBİTAK-MAG 114M437'nolu proje tanıtımı”</i>
14:20-14:40	Yrd. Doç. Dr. Hakan YILMAZER (Yıldız Teknik Üniversitesi) <i>“Biomedikal β-Tipi Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr alaşımları: önemi, üretimi ve termomekanik işlemleri”</i> <i>(Biomedical β-Type Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr Alloys: Importance, Fabrication and Thermomechanical Treatments)</i>
14:40-15:00	Arş. Gör. Mehmet TOPUZ (Yüzüncü Yıl Üniversitesi) <i>“Metal oksit takviyeli hidroksiapatit matrisli seramik kaplamaların sentezlenmesi ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi”</i> <i>(The Synthesis and Determination of Mechanical Properties of Metal Oxide-Reinforced Hydroxyapatite Based Ceramic Coatings)</i>
15:00-15:20	Doç. Dr. Burak DİKİCİ (Atatürk Üniversitesi) <i>“Biyoaktif hibrid kaplamaların in-vitro korozyon cevapları”</i>

	<i>(In-Vitro Corrosion Responses of Bioactive Hybrid Coatings)</i>	
15:20-15:40	Doç. Dr. Mehmet TAŞPINAR (Yüzüncü Yıl Üniversitesi) "Biyoyumluluğunun iyileştirilmesi için β -Tipi titanyum alaşımlarının sol-jel biyoaktif kaplanması: Hücre Kültürü Cevapları" <i>(Sol-Gel Bioactive Coatings on β-Type Titanium Alloys for Improvement of Biocompatibility: Cell Culture Response)</i>	
15:40-16:00	Doç. Dr. Burak DİKİCİ (Atatürk Üniversitesi) "Biyoaktif kaplanmış implant uygulama örnekleri ve gelecek beklentileri"	
16:00-16:20	Son değerlendirme ve kapanış	
SESSION 6 / OTURUM 6		
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Mücahit SÜTÇÜ		HALL 1/ SALON 1
15:30-15:50	ANTIBACTERIAL ACTIVITIES OF POLYLACTIC ACID BASED BIO-COMPOSITES <i>Sevim ALIŞIR, Nilgün ÖZDEMİR, Yunus Emre CANAVAR</i>	
15:50-16:10	BİYOBOZUNUR İMPLANT OLARAK MAGNEZYUM VE ALAŞIMLARI <i>Ertuğrul KAYA, Hüsnü GERENGİ</i>	
16:10-16:30	BİYOMİMETİK KURU YAPIŞTIRICILAR <i>Fazlıye Karabörk, Ahmet Akdemir</i>	
16:30-16:50	DIFFERENT CROSS-LINKED PVA/CHITOSAN HYDROGELS FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS <i>Seda Ceylan, H. Başak Yıldırım, Murat Oturakçı</i>	
16:50-17:10	RODUCTION AND CHARACTERIZATION OF LEUCITE BASED OPAQUE PORCELAINS FUSED TO METALS FOR DENTAL RESTORATIONS <i>Gözde Tünaydın, Aylin Ziyilan, Mücahit Sütçü</i>	
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Ömer Saltuk BÖLÜKBAŞI		HALL 2/ SALON 2
15:30-15:50	DIATOMITE MODIFICATION OBTAINED BY RECYCLED PLASTIC <i>Filiz BORAN and İbrahim BİLİCİ</i>	
15:50-16:10	EFFECT OF PARTICLE SIZE OF CALCIUM CARBONATE ON THE SHORT-TERM TENSILE CREEP PROPERTIES OF POLYPROPYLENE BLOCK COPOLYMER <i>Bülent AYDEMİR, Şenol ŞAHİN, Tülin ŞAHİN</i>	
16:10-16:30	COMPARISON OF THE PYROELECTRIC COEFFICIENTS OF PVDF-TRFE POLYMER AFTER CORONA POLING BY NEEDLE, WIRE AND MULTI-WIRE GEOMETRIES <i>Aydın Rüşen, TunayTansel, SelminEnerRüşen</i>	
16:30-16:50	FRACTURE TOUGHNESS AND TOUGHENING MECHANISM OF CTBN MODIFIED EPOXY <i>Harun SEPET and Necmettin Tarakcioglu</i>	
16:50-17:10	INVESTIGATION OF Al-NaCl AND Fe-NaCl RATIOS IN OPEN PORE STRUCTURES <i>Yusuf ER</i>	
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.İbrahim KARACA		HALL 3/ SALON 3
15:30-15:50	OPTIMIZATION OF CATHODIC ARC-PVD TITANIUM NITRIDE COATING PROCESS PARAMETERS FOR DECORATIVE APPLICATIONS <i>Belgin Tanışan and Tugay Tosun</i>	
15:50-16:10	CHARACTERIZATION OF THE COATINGS PERFORMED BY USING WC-Co ELECTRODE ON Ti6Al4V ALLOY WITH ELECTROSPARK DEPOSITION TECHNIQUE <i>Kemal Korkmaz, Salim Levent Aktuğ</i>	
16:10-16:30	EFFECT OF HEAT INPUT ON MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS of Fe-Cr-W-B-C COATING ON AISI 1020 PRODUCED BY USING PTA WELDING METHOD <i>Cihan ÖZEL, Turan GÜRGENÇ and Selçuk KARATAŞ</i>	
16:30-16:50	THE STRUCTURE AND ENERGETIC OF ARSENIDE DOPED BORON CLUSTERS (N=1-9) <i>İskender MUZ, Mustafa KURBAN and Kazım ŞANLI</i>	
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Tuba BAHTLI		HALL 4/ SALON 4
15:30-15:50	AISI D3 SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN CNC DİKEY İŞLEME MERKEZİNDE FARKLI TAKIM YOLU STRATEJİLERİ İLE İŞLENMESİNİN YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜNE ETKİSİ <i>Üsame Ali USCA ve Mahir UZUN</i>	
15:50-16:10	EXPERIMENTAL AND FINITE ELEMENT ANALYSIS OF TEMPERATURE-TIME CURVES OBTAINED FROM THE JOMINY TEST <i>Erdoğan KANCA, Mehmet DEMİR, Soner YÜRÜK, Ali GÜNEN, Vahdettin KOÇ, Mustafa Serdar KARAKAŞ, Ersan KIRAR</i>	
16:10-16:30	ANALYSIS OF THE AIRFLOW AROUND THE SAVONIUS WIND TURBINE USING COMPUTABLE FLUID DYNAMICS METHOD <i>Faruk KILIÇ, Mustafa GÖKTAŞ</i>	

16:30-16:50	NUMERICAL ANALYSIS OF TWO AND THREE BLADES SAVONIUS WIND TURBINES Faruk KILIÇ, <i>Mustafa GÖKTAŞ</i>
16:50-17:10	THE SELECTION OF MATERIAL TO USE IN SAVONIUS TYPE WIND TURBINE DESIGN BY ANALYTIC HIERARCHY PROCESS METHOD <i>Bilal DEMIREL</i> , Ercan SENYIGIT, Çağlar KIZILTAN, Mert OZTURK, Seyda Elinaz YARIS, Murat SARIUCAK
Session Chairman /Oturum Başkanı: Prof.Dr. Sermin OZAN HALL 5 / SALON 5	
15:30-15:50	DEVELOPMENT OF GRAPHENE NANOPATELETS REINFORCED MAGNESIUM MATRIX NANOCOMPOSITES BY ULTRASONIC PROCESSING Burak Bostancıoğlu and <i>Sinan Kandemir</i>
15:50-16:10	MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF UNIDIRECTIONAL SOLIDIFIED Al-Si-xNi (x = 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 (wt.)) ALLOYS Ayşe Yavuz, <i>Sevda Engin</i> and Uğur Büyük
16:10-16:30	FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF Cr-C REINFORCED Cu MATRIX COMPOSITES PRODUCED THROUGH POWDER METALLURGY TECHNIQUE Özgür ÖZGÜN, <i>Ali ERÇETİN</i>
16:30-16:50	EFFECT OF TIN AMOUNT ON CUTTING FORCES AND SURFACE ROUGHNESS DURING MICROMILLING THREE DIFFERENT MgSn ALLOYS Kubilay ASLANTAŞ, Özgür ÖZGÜN, <i>Ali ERÇETİN</i>
16:50-17:10	PRODUCTION AND COMPARISON OF ALUMINA/ZIRCONIA AND NANO NICKEL REINFORCED ALUMINA/ZIRCONIA COMPOSITE <i>Betül KAFKASLIOĞLU</i> and Yahya Kemal TÜR
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Nida KATI HALL 6 / SALON 6	
15:30-15:50	METALLURGICAL INVESTIGATION OF WELDING REGION OF API 5L X52 NATURAL GAS PIPE MATERIAL PRODUCED BY SUBMERGED ARC WELDING <i>Hakan Ada</i> , Cemil Çetinkaya, Sinan Aksöz, Tayfun Fındık
15:50-16:10	MECHANICAL INVESTIGATION OF WELD REGION OF API 5L X52 MATERIAL PIPE PRODUCED BY SUBMERGED ARC WELDING Sinan Aksöz, Tayfun Fındık, Cemil Çetinkaya, <i>Hakan Ada</i>
16:10-16:30	BALL BEARING DESIGN ACCORDING TO MATERIAL TYPE <i>Bilal DEMIREL</i> , Fatih AKKURT, Gürkan BOZBIYIK, Didem TOSUN, Gülbahar TATLI, Süleyman GÜRKÖK
16:30-16:50	SELECTION OF MATERIAL TO USE IN DENTAL IMPLANT DESIGN Bilal DEMIREL, Ercan SENYIGIT, Sümeyye YILDIRIM, Mihriban VURAL, Okan CIL, Murat SARIUCAK
16:50-17:10	FABRICATION AND APPLICATIONS OF SPATIALY DEFINED NANOPATTERNS OF FUNCTIONAL MATERIALS GENERATING BY ELECTROSPUN NANOFIBERS <i>N. Burak KİREMİTLER</i> and M.Serdar ONSER
Session Chairman /Oturum Başkanı: Prof.Dr. Bilge DEMİR HALL 7 / SALON 7	
15:30-15:50	THE DETERMINATION OF COLOUR AND GLOSSINESS PROPERTIES ON SANTOS, ROSE AND ROWAN WOODS HEAT TREATED ACCORDING TO THERMOWOOD METHOD Tuğba Gürleyen, <i>Ümit Ayata</i> , Levent Gürleyen, Bruno Esteves, Hüseyin Sivrikaya, Ahmet Can
15:50-16:10	THE DETERMINATION OF COLOUR AND GLOSSINESS VALUES ON THE PARQUETS THAT UNDERWENT SINGLE AND DOUBLE LAYERED UV VARNISHING SYSTEM TREATMENT Tuğba Gürleyen, Ümit Ayata, <i>Levent Gürleyen</i> , Bruno Esteves, Hüseyin Sivrikaya, Ahmet Can
16:10-16:30	INVESTIGATION OF A REHEAT FURNACE USED IN IRON AND STEEL INDUSTRY Abdulkadir KURBANOĞLU, Cuma KARAKUŞ, <i>Hüseyin YAĞLI</i> , İsmail ÜSTÜN, Ali KOÇ
16:30-16:50	AZ31 POWDER PRODUCTION AND CHARACTERIZATION BY GAS ATOMIZATION METHOD Kamal Mohamed Em Akra, <i>Mehmet Akkaş</i> , Tayfun Çetin, Mustafa Boz
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Erdoğan KANCA HALL 8 / SALON 8	
15:30-15:50	CALCIUM FERRITE FOULING IN FLUIDIZED BED COAL BOILER -THE EFFECT OF SILICA CONTENT IN FLY ASH <i>Yıldırım İ. Tosun</i>
15:50-16:10	TATARLI HÖYÜK'TE HİTİTLER DÖNEMİNE AİT BAZI SERAMİK BULUNTULARIN KARAKTERİZASYONU <i>Nergis KILINÇ MİRDALI</i> , K. Serdar GİRGİNER, Özlem Oyman GİRGİNER
16:10-16:30	UTILIZATION OF CALCIUM FERRITE ASH IN FLUIDIZED BED COAL BOILER FOR DESULFURIZATION -THE EFFECT OF PYRITE CONTENT IN COAL ON BOTTOM ASH CALCIUM FERRITE FORMATION <i>Yıldırım İ. Tosun</i>
16:30-16:50	TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF BRAKE FRICTION MATERIALS CONTAINING ULEXITE AND BORAX <i>Banu Sugözü</i> , B. Barış Buldum, İlker Sugözü

16:50-17:10	TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF ABRASIVES (ALUMINA, SILICA, ZIRCON) FOR BRAKE FRICTION MATERIALS <i>Banu Sugözü, Behcet Dağhan</i>
-------------	--

13 OCTOBER 2017 – 13 EKİM 2017

SESSION 7 / OTURUM 7

Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Sezen AKSÖZ	HALL 1/ SALON 1
---	------------------------

08:30-08:50	THE SURFACE CHARGE OF UNSUPPORTED NANO-STRUCTURED TITANIA CERAMIC MEMBRANE TOP LAYERS WITH VARYING CALCINATION TEMPERATURES <i>İlker ERDEM and Muhsin ÇİFTÇİOĞLU</i>
08:50-09:10	BONE CHINA (KEMİK PORSELENİ) BUNYESİNDE NEFELİN SİYENİT KULLANIMININ PİROPLASTİK DAVRANIŞI ÜZERİNE ETKİSİ <i>Elif KABAKCI ve Ahmet ÇAPOĞLU</i>
09:10-09:30	AN ALTERNATIVE FLUX SOURCE FOR TRADITIONAL CERAMIC PRODUCTION <i>Sinem Aksan, İskenderIşık and Sezgin Aksan</i>
09:30-09:50	CALCULATIONS PHOTOVOLTAIC PROPERTIES OF TiO ₂ BY USING DFT METHODS <i>Sinem Aksan and Hasan Göçmez</i>
09:50-10:10	PERFORMANCE ANALYSIS AND SIMULATION OF SOLAR PV-WIND HYBRID ENERGY SYSTEM WITH STATCOM USING MATLAB/SIMULINK <i>Bakır,H and Kulaksız,A.A</i>

Session Chairman / Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Tülay YILDIZ	HALL 2/ SALON 2
--	------------------------

08:30-08:50	AISI 420 ve AISI 4340 ÇELİKLERİNİN DİFÜZYON KAYNAK YÖNTEMİ İLE BİRLEŞTİRİLMESİNDE SICAKLIĞIN ETKİSİ <i>Nida KATI, Tülay Yıldız, Sermin OZAN</i>
08:50-09:10	AZ91 ALAŞIMININ SICAK PRESLEME YÖNTEMİ İLE ÜRETİLMESİ <i>Erhan AYDEMİR, Fevzi KELEN, Tarık AYDOĞMUŞ</i>
09:10-09:30	EFFECTS OF Si CONTENT AND DIFFERENT CRITICAL ANNEALING PARAMETERS ON TRIP STRUCTURE PRODUCTION <i>Öznur DİNCEL, Bilge DEMİR, Samet ŞERAS</i>
09:30-09:50	THE EFFECT OF CARBON CONTENT ON MECHANICAL PROPERTIES OF TRIP STEELS <i>Samet ŞERAS, BİLGE DEMİR, Öznur DİNCEL</i>
09:50-10:10	EFFECT OF FE DOPING ON STRUCTURAL, OPTICAL AND SURFACE PROPERTIES OF TiO ₂ FILMS <i>Muge Soyleyici Cergel, Ferhunde Atay, Idris Akyuz and Banu Erdogan</i>

Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Vahdettin KOÇ	HALL 3/ SALON 3
--	------------------------

08:30-08:50	THE PHOTOCATALYTIC DEGRADATION OF METHYL ORANGE BY Al ₂ O ₃ -NP/InSnO ₂ ELECTRODE <i>Sevgi Ateş, Evrim Baran and Birgül Yazıcı</i>
08:50-09:10	REMOVAL OF METHYLENE BLUE FROM AQUEOUS SOLUTION USING ACTIVATED CARBON PRODUCED FROM HAZELNUT SHELL <i>Nihan KAYA, Zeynep YILDIZ and Selim CEYLAN</i>
09:10-09:30	MOLECULAR SEMICONDUCTORS BASED ON LADDER TYPE ACCEPTOR CORE AND THIOPHENEDONOR UNITS <i>Resul Özdemir, Mehmet Özdemir, and Hakan Usta</i>
09:30-09:50	NOVEL MOLECULAR MICRORIBBONS FOR ORGANIC FIELD-EFFECT TRANSISTORS <i>Mehmet Özdemir, Resul Özdemir, and Hakan Usta</i>
09:50-10:10	ELECTRICAL CONDUCTIVITY AND MICROSTRUCTURE PROPERTIES OF Cu-Mo COATINGS <i>Serkan Islak, Vahdettin Koç ve Cihan Özorak</i>
10:10-10:30	STRUCTURAL AND DIELECTRIC PROPERTIES OF IA DOPED Co-Mg FERRİTE <i>Tuğba Şaşmaz Kuru</i>

Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Ahmet ORHAN	HALL 4/ SALON 4
--	------------------------

08:30-08:50	THE INVESTIGATION OF OPTICAL AND DIELECTRIC PROPERTIES OF NI DOPED ZnO NANOPOWDERS SYNTHESIZED BY SOL-GEL CALCINATION METHOD <i>Cihat Aydın and Handan Aydın</i>
08:50-09:10	PREPARATION, STRUCTURAL AND MORPHOLOGICAL CHARACTERIZATION OF BISMUTH TITANATE NANO POWDERS <i>Handan Aydın and Cihat Aydın</i>
09:10-09:30	SUPERHYDROPHOBIC SURFACES OBTAINED WITH CARNAUBA-WAX <i>Hasan Hüseyin İPEKÇİ and Hatice Nur EKİNCİOĞLU and M.Serdar ONSER</i>
09:30-09:50	THE EFFECT OF REINFORCED GRAPHENE-BORON NITRIDE NANOSHEETS TOGETHER ON PROPERTIES OF COMMERCIAL ZnO <i>Seval Hale Güler, Ömer Güler</i>

09:50-10:10	SYNTHESIS OF NANO-STRUCTURES FROM CARBONIZATED PINE NUTS SHELL Mustafa Boyrazlı, <i>Ömer Güler</i>
10:10-10:30	INVESTIGATION OF PHOTOLUMINESCENCE PROPERTIES OF Eu-DOPED Y₂O₃ POWDERS <i>Fatma Ünal</i> , Sebahattin Gürmen, Kürşat Kazmanlı, Mustafa Ürgen
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr.Soner BUYTOZ HALL 5 / SALON 5	
08:30-08:50	FORMATION OF DUBLEX COATINGS ON Ti6Al4V ALLOY WITH ELECTROSPARK DEPOSITION AND MICROARC OXIDATION METHODS Kemal Korkmaz
08:50-09:10	THE EFFECT OF THE ELECTRODE TYPE ON TENSILE PROPERTIES OF THE RESISTANCE SPOT WELDED JUNCTIONS OF DP STEEL Hüseyin KARAKUŞ, Bilge DEMİR, Özner DİNCEL
09:10-09:30	EFFECT OF ANNEALING TEMPERATURE ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF ANODIC OXIDE THIN FILM FORMED ON Ti6Al4V <i>Tuncay Dikici</i>
09:30-09:50	ELECTROCHEMICAL EFFECT ON DEVELOPED CARBON PASTE ELECTRODE ASCORBIC ACID <i>İrem Çetin</i> and Tunç Tüken
09:50-10:10	VC COATING AND CHARACTERISATION OF 1.2344 HOT WORK TOOL STEEL BY BOX CEMENTATION METHOD <i>Yusuf KARACA</i> , Bülent KURT, Serkan DAL, Lütfullah ÖZDOĞAN, Cemal ÇARBOĞA
10:10-10:30	THE CHARACTERIZATION OF BORIDE LAYER ON BORONIZED SAE 1020 STEEL WITH BORIC ACID BASED BORONIZING MIXTURE <i>İlyas TÜRKMEN</i> , Emre YALAMAÇ, Sibel CAN, Aysun YOLACAN
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Murat ESKİL HALL 6 / SALON 6	
08:30-08:50	THE EFFECT OF MN AMOUNT ON THE SHAPE MEMORY PROPERTIES OF CuAlMn RIBBONS PRODUCED BY MELT SPINNING METHOD Sultan ÖZTÜRK, Murat EROĞLU, <i>Sefa Emre SÜNBÜL</i> , Kürşat İCİN ve Bülent ÖZTÜRK
08:50-09:10	INFLUENCE OF THE NITROGEN DOPING SITE IN STONE-WALES DEFECT ON THE THERMAL CONDUCTIVITY OF ZIGZAG GRAPHENE NANORIBBONS <i>Ahmet Emin Senturk</i> , Ahmet Sinan Oktem and Alp Er S. Konukman
09:10-09:30	EFFECTS OF STEEL SLAG ADDITION ON THE PHYSICAL AND MICROSTRUCTURAL PROPERTIES OF PORCELAIN TILES <i>Suna Çetin</i> and Özgür Cengiz
09:30-09:50	NANO-GRAPHENE OXIDE AS AN ADSORBENT FOR REMOVAL OF DYE FROM WASTEWATER Aydın HAŞIMOĞLU, <i>Zeynep İLBAY CİĞEROĞLU</i> , Oğuz Kaan Özdemir
09:50-10:10	EFFECT OF COOLING RATE ON MARTENSITIC TRANSFORMATION TEMPERATURE OF SHAPE MEMORY CoNiAlSi ALLOY Kemal ALDAŞ, <i>Murat ESKİL</i> , Eyyüp Seval
10:10-10:30	MICROSTRUCTURE and GENERAL CHARACTERISTIC PROPERTIES OF CARBON STEELS USED FOR CONNECTING RODS <i>Murat ESKİL</i> , Kemal ALDAŞ
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assoc.Prof.Dr.Yavuz SUN HALL 7 / SALON 7	
08:30-08:50	KINETIC OF CELLULOSE BASED WASTE / PMMA COMPOSITES OF LONG-TERM WATER ABSORPTION BEHAVIOR <i>Kenan BÜYÜKKAYA</i>
08:50-09:10	AMBIPOLAR SMALL MOLECULAR SEMICONDUCTORS FOR FIELD EFFECT TRANSISTOR AND COMPLEMENTARY LIKE INVERTER APPLICATIONS Resul Özdemir, <i>İbrahim Deneme</i> , Mehmet Özdemir, and Hakan Usta
09:10-09:30	INVESTIGATION OF POWDER INJECTION MOLDABILITY OF FEEDSTOCKS CONTAINING PP AND PE SKELETER BINDING <i>Levent URTEKİN</i>
09:30-09:50	DEVELOPMENT OF FEEDSTOCK FOR TITANIUM BASED BONE IMPLANT PRODUCTION BY METAL INJECTION MOLDING METHOD Levent URTEKİN
09:50-10:10	ANTIBACTERIAL PROPERTIES OF ELECTROSPUN POLYETHYLENE TEREPHTHALATE/TOURMALINE NANOFIBROUS MATS <i>Şerife ŞAFAK</i> and Esra KARACA
10:10-10:30	PRODUCTION OF HYALURONIC ACID/ CARBOXYMETHYL CELLULOSE NANOFIBERS <i>Şerife ŞAFAK</i> and Esra KARACA
Session Chairman /Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr. M. Cüneyt BAĞDATLI HALL 8 / SALON 8	
08:30-08:50	THE EFFECT OF CURVATURE AND FOAM PROPERTIES ON IMPACT RESPONSE OF CURVED SANDWICH PANELS WITH GRADED FOAM

	Uğur ÖZMEN and Buket OKUTAN BABA
08:50-09:10	IMPACT RESISTANCE OF CURVED SANDWICH PANELS WITH DIFFERENT FOAM MATERIALS Uğur ÖZMEN and Buket OKUTAN BABA
Session Chairman / Oturum Başkanı: Assist.Prof.Dr. Yunus TÜREN HALL 9/ SALON 9	
08:30-08:50	YÜZEYİ 1100 ° C DE CrC KAPLANMIŞ GGG70 DÖKME DEMİRİN AŞINMA DAVRANIŞIN <i>İlyas SOMUNKIRAN, Mustafa KANDIRAN, Bülent KURT and Vahdettin KOÇ</i>
08:50-09:10	THE NUMERICAL FAILURE ANALYSIS OF PIPE UNIONS USED IN PLUMBING <i>Hamit ADİN, Bilal YILDIZ, Raşit Koray ERGÜN</i>
09:10-09:30	EXPERIMENTAL DETERMINATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF PIPE TYPE COMPOSITE MATERIALS PRODUCED WITH PARTICLE REINFORCED ADHESIVELY <i>Hamit ADİN, Raşit Koray ERGÜN</i>
09:30-09:50	PROCESS AND PRODUCT DEVELOPMENT ACTIVITIES FOR COLD ROLLED AND BATCH ANNEALED HIGH CARBON STEEL GRADES AND PRODUCT PERFORMANCE EVALUATION <i>A. G. Özgültekin, A. M. Berker, C. Seyalhoğlu, D. Öztürk, Ö. Uzunkaya, Ö. Yıldırım, S. İlker</i>
09:50-10:10	THE INVESTIGATED OF USING IN A DIESEL ENGINE OF SAFFLOWER BIODIESEL <i>İlker Örs, Murat Ciniviz, Ali Kahraman, Bahar Sayın Kul</i>
10:30-12:30 KAPADOKYA GEZİ PROGRAMI(Ücretsiz)/CAPPADOCIA TOUR PROGRAM(Free)	
POSTERS / POSTER BİLDİRİLER	
11 OCTOBER 2017-11 EKİM 2017	
1	STRUCTURAL AND NANOHARDNESS BEHAVIOUR OF EXPANDED AUSTENITE LAYERS ON AUSTENITIC STAINLESS STEEL <i>Refika Dal, Özgün Karataş and Orhan Öztürk</i>
2	EuBa₂Ca₂Cu₃O_{9-x} CERAMIC ADDITIVE ON MICRO-STRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF POLYVINIL ALCOHOL (PVA) <i>Zeynep Güven Özdemir, Banu Süngü Mısırlıoğlu, Baki Aksakal, Berk Tırnakçı, Yavuz Salt, and Cenk Denктаş</i>
3	PREPARATION of TiO₂ NANOTUBE/ZnO NANOROD VIA ELECTROCHEMICAL METHOD AND ITS APPLICATION IN HYDROGEN PRODUCTION <i>Evrin BARAN and Gökmen SİĞIRCIK</i>
4	MECHANICAL CHARACTERIZATION OF POLYVINYLDENE FLUORIDE (PVDF) ELECTROSPUN NANOCOMPOSITE FIBERS <i>Hatice Aylın KARAHAN TOPRAKÇI, Derya MUTLU and Ozan TOPRAKÇI</i>
5	THE EFFECT OF MECHANICAL MILLING TIME ON THE PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE ZA27/GRAPHITE NANO-COMPOSITES <i>Onur Güler, Hamdullah Çuvalcı, Müslim Çelebi and Aykut Çanakçı</i>
6	AN ALTERNATIVE COPPER ALLOY FOR WIRE MESH WELDING <i>Tuba Özeren and Feriha Birol</i>
7	TEMPERATURE DEPENDENT DIELECTRIC PROPERTIES OF Eu_xBi_{1-x}Sr₂CaCu₂O_{6.5} (x=0, 0.3, 0.5) CERAMIC COMPOSITES <i>Mehmet KILIÇ, Zeynep Güven ÖZDEMİR, Yaşar KARABUL, and Orhan İÇELLİ</i>
8	LDPE/ PP COMPOSITES: DIELECTRIC AND MECHANICAL PROPERTIES UNDER LOW LEVEL RADIATION <i>Mehmet KILIÇ, Ümit ALKAN, Zeynep Güven ÖZDEMİR, Yaşar KARABUL, Mustafa ÇAĞLAR and Orhan İÇELLİ</i>
9	DIELECTRIC SPECTRA OF COPPER FERRITE/COPPER OXIDE NANO COMPOSITES <i>Zeynep Güven Özdemir, Mehmet Kılıç, Banu Süngü Mısırlıoğlu, Öznur Çakır, and Naime Didem Kahya</i>
10	SODIUM SILICATE/WOLFRAM GLASSY COMPOSITES: INVESTIGATION OF SHIELDING AND DIELECTRIC PARAMETERS <i>Yaşar KARABUL, Mehmet KILIÇ, Zeynep Güven ÖZDEMİR, Mustafa Çağlar, and Orhan İÇELLİ</i>
11	MECHANICAL AND DIELECTRIC CHARACTERIZATION OF POLYPROPYLENE/BASALT FILMS UNDER GAMMA-RAY IRRADIATION <i>Yaşar KARABUL, Ümit Alkan, Mehmet KILIÇ, Zeynep Güven ÖZDEMİR, and Orhan İÇELLİ</i>
12	INVESTIGATION OF EFFECT T4, T5, T6 AGING HEAT TREATMENT ON THE HOT-PRESSED AZ91 MAGNESIUM ALLOY <i>Naşide DARÇIN, Melike GÜRLER, Ramazan ÇITAK, Ahmet GÜRAL, Hanifi ÇİNİCİ, Uğur Gökmen</i>
13	FABRICATION OF SOL-GEL DERIVED HFO₂ THIN FILMS <i>S. Kol and A. Y. Oral</i>
14	INVESTIGATION OF SHIELDING PROPERTIES: SODIUM SILICATE/KUFEKİ GLASSY STRUCTURE <i>Ayşe Evrim BULGURCUOĞLU, Yaşar KARABUL, Mehmet KILIÇ, Mustafa ÇAĞLAR, Zeynep Güven ÖZDEMİR, and Orhan İÇELLİ</i>
15	ENHANCE OF THE RADIATION SHIELDING PERFORMANCE OF CONCRETE WITH KUFEKİ STONE ADDITIVE

	<i>Ayşe Evrim BULGURCUOĞLU</i> , Mustafa ÇAĞLAR, Yaşar KARABUL, Mehmet KILIÇ, Zeynep Güven ÖZDEMİR, and Orhan İÇELLİ
16	ELECTRONIC PROPERTIES OF CO₃O₄ NANOCUSTER FROM DENSITY-FUNCTIONAL CALCULATIONS <i>İskender MUZ</i> and Mustafa KURBAN
17	THERMOMECHANICAL PROCESSING AND ITS EFFECTS ON MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF β-TYPE Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr ALLOY <i>Mazin Salah Abed</i> , Hakan Yilmazer, Mitsuo Niinomi, Güven Yapıcı
18	PRELIMINARY STUDY ON MINERALOGY AND FLUID INCLUSION PROPERTIES OF THE KAMAN (KIRŞEHİR, TURKEY) IRON DEPOSIT <i>Ayşe Orhan</i>
19	INVESTIGATION OF AU AND PD COATED METAL / POROUS SILICON / SILICON STRUCTURES <i>S. Güler</i> And Ç. Oruç
20	GRAPHENE DOPED HYDROXYAPATITE CERAMICS FOR BIOTECHNOLOGICAL APPLICATIONS <i>A. DERE</i>
21	INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF 42CrMo₄ ALLOY CASTING APPLIED <i>Ufuk TAŞCI</i> , Hakan GÖKMEŞE VE Bülent BOSTAN
22	EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF AA2014 / SiC COMPOSITE MATERIALS PREPARED BY POWDER METALLURGY METHOD Hakan GÖKMEŞE, <i>Ufuk TAŞCI</i> , Bülent BOSTAN

12 OCTOBER 2017-12 EKİM 2017

Presentation Times/Sunum Saati:08:50-12:30

1	EFFECT OF ELECTROSPINNING PROCESS PARAMETERS ON THE MORPHOLOGY, THE WATER WETTING PROPERTY AND DYE ADSORPTION PROPERTY OF POLY(METHYL METHACRYLATE) NANOFIBER MATS <i>Özcan Köysüren</i> and Hafize Nagehan Köysüren
2	PROCESSING AND SURFACE CHARACTERIZATION OF POLY(VINYL ALCOHOL) NANOFIBER MATS <i>Hafize Nagehan Köysüren</i> and Özcan Köysüren
3	BONE CHINA SİRLARINDA REÇETE BİLEŞENLERİNİN PARTİKÜL TANE BOYUTLARININ METAL İZİ OLUŞUMUNA ETKİSİ Fazilet GÜNGÖR ve <i>Berda ALTUN</i>
4	DÜŞÜK ENERJİ İLE PORSELEN ÜRETİMİNDE ORTAKLAS TANE BOYUT VE DAĞILIMININ PROSES PARAMETRELERİNE VE NİHAİ ÜRÜN ÖZELLİKLERİNE OLAN ETKİSİNİN İNCELENMESİ <i>Fazilet GÜNGÖR</i> ve Nuran AY
5	A DETAILED STUDY ON THICKNESS CALCULATION OF (Cu, Al, m)-DOPED SnO₂ THIN FILMS USING A SIMPLE ANALYSIS METHOD <i>Sibel Gürakar</i> and Tülay Serin
6	AB INITIO STUDY OF STRUCTURE AND ELASTIC PROPERTIES OF YAl AND YAl₂ <i>Tahsin Özer</i> , Muhammet Karataşlı and Süleyman Çabuk
7	A NONENZYMATIC HYDROGEN PEROXİDE SENSOR BASED ON (3-AMINOPROPYL) TRIETHOXYSILANE FUNCTIONALIZED REDUCED GRAPHENE OXIDE <i>Muhammet Guler</i> , Vedat Turkoglu
8	THE EFFECT OF MILLING TIME ON THE MORPHOLOGY AND SIZE OF THE ZA27 BASED COMPOSITE POWDERS Onur Güler, Hamdullah Çuvalcı, <i>Müslim Çelebi</i> and Aykut Çanakçı
9	STUDY OF THE COLOUR VARIATION OF DIFFERENT GLAZE TYPES BY USING MIXTURE OF PIGMENTS BASED ON A TRIAXIAL DIAGRAM <i>Keriman Pekkan</i> , Eda Taşçı, Kadir Öztaş
10	POWDER INJECTION MOULDING OF 316L FEEDSTOCKS PREPARED WITH BINDER SYSTEM BASED ON DIFFERENT RATIOS POLYPROPYLENE <i>Uğur Gökmen</i> , Arif Uzun, Halil Karakoç, Ruziye Çamkerten, Hanifi Çinici
11	NANOSTRUCTURED ZnO PREPARED BY SPIN COATING TECHNIQUE: OPTICAL and STRUCTURAL PROPERTIES <i>Gökmen SİĞİRCİK</i> and Tunç TÜKEN
12	REMOVAL OF CIPROFLOXACIN ANTIBIOTIC USING ZIRCONIUM BASED METAL ORGANIC FRAMEWORKS <i>ElafAbdelillah Ali Elhusein</i> , Selin Şahin and Şahika Sena Bayazıt
13	AUTOMATIC PACKAGING SYSTEM IN STEEL PROFILE ROLLING MILL Atakan İPEKKAN, Orhan AKYOL, Metehan BACAKSIZ, Ömer BAYRAKLI, <i>Didem KILIÇ</i>
14	THERMO-OXİDATION OF POLYPROPYLENE CONTAINİNG PRO-OXİDANT

	<i>F. Djerada - Larfi</i> , K.K. Bentifour, F. Rezgui and S. Kaddour
15	THIOSEMICARBAZONE CHITOSAN DERIVATIVE AND ITS METAL COMPLEXES: PREPARATION, CHARACTERIZATION AND ANTIMICROBIAL ACTIVITY <i>Fatma KARİPCİN</i> and Nurhan BİLEN
16	SAMPLE PRODUCTION AND CHARACTERIZATION PROCESS WITH ECAP METHOD <i>Ümit Demir</i> , Ahmet Güral, Sinan Aksöz
17	THE EFFECT OF DEPOSITION CYCLES ON THE NO GAS SENSING CHARACTERIZATION OF NANOSTRUCTURE Zn_{0.75}Sn_{0.25}O FILMS Irmak Karaduman, Tuğba Çorlu, Memet Ali Yıldırım, Aytunç Ateş, <i>Selim Acar</i>
18	ELECTIVE AND SENSITIVE FLUORESCENT TURN ON CHEMOSENSOR FOR DETECTION OF CO₃²⁻ ANİONS İN AQUEOUS SOLUTION <i>Sukriye Nihan Karuk Elmas</i> , Furkan Özen, Kenan Koran, Ahmet Orhan Görgülü, Serkan Erdemir, İbrahim Yılmaz
19	A DUAL-RESPONSE COUMARİNE-BASED FLUORESCENT CHEMOSENSOR FOR THE DETECTION OF COPPER (II) İONS <i>Sukriye Nihan Karuk Elmas</i> , Kevser AYDIN, Furkan Özen, Kenan Koran, Ahmet Orhan Görgülü, İbrahim Yılmaz ^a
20	INVESTIGATION OF SILICON DOPED TiO₂ COATED OF GLAZED CERAMIC TILE SURFACE PROPERTIES Melek Güner, Zahide Bayer Öztürk

Presentation Times/Sunum Saati:13:30-17:10

1	ON THE STRUCTURAL PROPERTIES OF MARTENSITIC AND AUSTENITIC STAINLESS STEELS PREPARED BY POWDER METALLURGY <i>Ayşe Nur ACAR</i> , Abdul Kadir EKŞİ, Ahmet EKİCİBİL
2	AN EXPERIMENTAL STUDY ON INHIBITION EFFECT OF ASPIRİN ON COPPER İN 0.5M HYDROCHLORIC ACID SOLUTION <i>S. G. Sagdinc</i> , F. Kayadibi, and S. Zor
3	PREPARATION OF GRAPHENE NANOPLATELET/ÜİO-66 NANOCOMPOSITE FOR REMOVAL OF 2,4-D Elaf Abdelillah Ali Elhussein, Selin Şahin and <i>Şahika Sena Bayazıt</i>
4	NAPROXEN ADSORPTION ON GRAPHENE NANOPLATELET/ÜİO-66 <i>Selin Şahin</i> , ElafAbdelillah Ali Elhussein and Şahika Sena Bayazıt
5	NANO-GRAPHENE OXİDE AS AN ADSORBENT FOR ISOLATION OF DRUG FROM WASTEWATER <i>Zeynep İLBAY CİĞEROĞLU</i> , Aydın HAŞİMOĞLU, Oğuz Kaan Özdemir
6	A NEW ANTIBACTERIAL POLYMER FIBERS CONTAINING [BIS(2-AMINO-5-NITROPYRIDINE)DICHLOROCOBALT(II)] METAL COMPLEXES <i>Derya KILIÇ</i> , Fatih Mehmet EMEN, Ruken Esra DEMİRDOĞEN, Tuncay YEŞİLKAYNAK, Zehra ALTIN, Şinasi AŞKAR
7	PREPERATION OF LUMINESCENT MESOPOROUS Sr₂MoO₅:EU@MCM-41 COMPOSITE <i>Ali İhsan Karaçolak</i> , Fatih Mehmet EMEN, Ruken Esra DEMİRDOĞEN, Zeynep Yıldırım, Derya Kılıç, Göktürk Avşar
8	UÇUCU KÜL KATKILI CAM FİBER TAKVİYELİ METAKAOLENDEN GEOPOLİMER KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ <i>Okay Çalışkan</i> and Fatih ÇALIŞKAN
9	CATALYTIC CONVERTERS Bilal DEMİREL, Fatih AKKURT, Mahmut Sait DOĞAN, Yasin ŞAFAK, Müzeyyen TAN
10	IMPROVEMENT OF DESIGN AND PROPERTIES OF INSULATION BRICK Bilal DEMİREL, Fatih AKKURT, Abdullah Şafak AKBAŞ, Sergen YILMAZ, Yusuf Can ARDAHANLILAR, Emre YURTSEVEN
11	WHEEL RIM DESIGN Bilal DEMİREL, Fatih AKKURT, Fazilet AYKIR, Seda Gülin KARA, H.Duygu YAŞAR, Barbaros VATANSEVER
12	ALTERNATIVE ENERGY RESOURCES and ENVIRONMENT <i>Şennur Merve YAKUT</i>
13	DOĞAL HAMMADDE KULLANIMIYLA ÇİNİ BÜNYELER İÇİN BAKIR ESASLI RENKLİ SIR ÜRETİMİ <i>Eda Taşçı</i> , Keriman Pekkan, Veli Uz
14	FARKLI MAGNEZYUM İÇERİKLİ ALÜMİNYUM ALAŞIMLARININ KOROZYON ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ <i>Yavuz Sun</i> , Semih KÜÇÜKKÖR, Hayretin Ahlatçı, Yunus Türen, Koray TURBALIOĞLU
15	PPB LEVEL NO GAS DETECTION USING Zn_{0.90}Ni_{0.10}O films WITH DIFFERENT CONTACT MATERIAL Ali Orkun Çağırtekin, Hakan Surel, Irmak Karaduman, Memet Ali Yıldırım, Aytunç Ateş, <i>Selim Acar</i>
16	THE İNFLUENCE OF BORON ON MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF FE-CR-C HARDFACING COATINGS <i>Hülya DURMUŞ</i> , Nilay Çömez, Melis Yurddaşkal, Uğur Çalığülü
17	MODIFICATION AND İNCREASING PORE SIZE OF MONTMORİLLONITE BY PHYSICAL AND CHEMICAL PROCESSES

	<i>Ülkü DEMİRCİ</i> and Feza GEYİKÇİ
18	RECYCLING OF WASTE ENGINE OIL WITH CATALYST <i>Barbaros Atmaca</i> And Feza Geyikçi
19	PHYSICAL AND CHEMICAL CHARACTERISATION OF MONTMORILLONITE <i>Gediz Uguz</i> And Feza Geyikçi
13 OCTOBER 2017-13 EKİM 2017	
1	EFFECT OF DIFFERENT BORONIZING COMPOSITIONS ON THE FORMATION OF BORIDE LAYER ON SAE 1020 STEEL <i>İlyas TÜRKMEN</i> and Emre YALAMAÇ
2	FLEXIBLE SEBS NANOCOMPOSITES AND THEIR MECHANICAL BEHAVIOUR UNDER STEPWISE STRAIN TESTING <i>Hatice Aylin KARAHAN TOPRAKÇI</i> , Kevser ÖZDEMİR and Ozan TOPRAKÇI
3	A COMPOSITE MATERIAL BASED ON NANOPARTICLES OF ZINC OXIDE FOR THE SELECTIVE AND SENSITIVE ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF AGMATINE Hilal İNCEBAY
4	PRODUCTION OF IN-SITU FORMED HBN-SiC COMPOSITES AND THEIR CHARACTERISATION BY USING TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY TECHNIQUES Servet Turan, <i>Zuhal Yılmaz</i> , Umut Savaci Nuran Ay
5	DETERMINATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF SINGLE LAYERED GRAPHENE SHEETS USING ATOMIC-SCALE FINITE ELEMENT METHOD Ozcan Sener, <i>Ahmet Emin Senturk</i> , Alp Er S. Konukman and Ahmet Sinan Oktem
6	THERMAL AND SPECTROSCOPIC CHARACTERIZATION OF NATURAL AND CATION EXCHANGED CLINOPTILOLITE <i>Aytaç Günal</i> and Burcu Erdoğan Alver
7	EFFECT OF CATION EXCHANGE PROCESS ON SPECTROSCOPIC PROPERTIES OF CHABAZITE <i>Aytaç Günal</i> and Burcu Erdoğan Alver
8	ELECTROCHEMICAL CHARACTERIZATION of $\text{LiFe}_x\text{Mn}_{1-x}\text{PO}_4/\text{C}$ COMPOSITE NANOFIBERS FOR LITHIUM-ION BATTERIES <i>Ozan Toprakci</i> and H. Aylin Karahan Toprakci
9	STRUCTURAL AND OPTICAL PROPERTIES OF Cu AND Ni DOPED Zn FERRITES WITH COMPARING EACH OTHER <i>Tuğba Şaşmaz Kuru</i> and Mehmet Kuru
10	MORPHOLOGICAL AND OPTICAL CHARACTERIZATION OF HEGZAGONAL GALLIUM ARSENIDE ROD-LIKE MICROSTRUCTURES PREPARED BY ELECTROCHEMICAL ETCHING <i>H. Yüngeriş</i> , E. Özünal, S. Açıkgöz
11	FORMATION OF TRIANGULAR NANOPORES ON GALLIUM ARSENIDE BY ELECTROCHEMICAL ETCHING AND CARRIER RECOMBINATION LIFETIME MEASUREMENT VIA FLIM <i>H. Yüngeriş</i> , E. Özünal, S. Açıkgöz
12	CuCoNiBe ALAŞIMINA UYGULANAN YAŞLANDIRMA ISIL İŞLEMİNİN MEKANİK VE AŞINMA ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ <i>Yavuz Sun</i> , Duran Yücel, Ceren Efe, Hayretin Ahlatçı, Yunus Türen, Mehmet Ünal
13	MECHANICAL PROPERTIES OF AS-CAST AND HOT-ROLLED AM60-XT1 MAGNESIUM ALLOYS <i>Yunus Turen</i> , Huseyin Zengin, Yavuz Sun, Hayrettin Ahlatci, Mehmet Ünal
14	A STUDY ON THE FABRICATION OF TiNi/SiCp ALLOYS BY PM METHOD AND ITS CHARACTERIZATION <i>Kerim Emre ÖKSÜZ</i> , Mehmet ŞİMŞİR, Hülya AKKAN
15	ELECTRODE PERFORMANCE OF CoB FILMS AS ANODE MATERIALS FOR LI-ION BATTERIES <i>Nülüfer KÜÇÜKDEVECİ</i> , Mustafa ANIK

NOTE: Posters will be printed by the participants at the appropriate size of the template and placed in the poster area. Consultation should be provided.

NOT: Posterler katılımcılar tarafından şablona uygun ölçülerde bastırılıp poster alanına asılacaktır. Danışmaya bilgi verilecektir.

PROCEEDINGS/BİLDİRİLER

OPTIMIZATION OF HIP PROSTHESIS	1
Bilal DEMİREL, Fatih AKKURT, Burak PEHLİVANLI, Mustafa ERDEM, Kamil ÖRDEK	
THE EFFECT OF INDUCTION SURFACE HARDENING ON ABRASIVE WEAR BEHAVIOR OF GGG40 CAST IRONS	5
Uğur ÇALIGÜLÜ, Mustafa TÜRKMEN, Hülya DURMUŞ, Uğur GENÇSOY, Remzi KALLI	
INVESTIGATION OF MECHANICAL STRESSES OF 3D TRUSS ROOF MODEL BY ANSYS METHOD	11
Ali Kaya GÜR, Semih TAŞKAYA, Nida KATI, Tülay YILDIZ	
THE EFFECT OF EXPLOSIVE RATIO ON INTERFACE FORMATION IN EXPLOSION WELDING OF AISI 430 FERRITIC STAINLESS STEEL AND AISI 316 AUSTENITIC STEEL PLATES	16
M.S. Yıldırım Y. Kaya, B. Gülenç, N. Kahraman, A. Durgutlu	
PERFORMANCE EVALUATIONS OF DYNAMIC FLOW CURVE MODELS FOR TWIP900 STEEL	21
Süleyman KILIÇ, Fahrettin ÖZTÜRK	
MECHANICAL PROPERTIES OF POLYLACTIC ACID BASED BIO-COMPOSITES	27
Sevim Alışır, Dileknur Odun	
COMPARISON OF MECHANICAL PROPERTIES OF MgO-C REFRACTORY BRICKS BY INCORPORATION OF GRAPHITE AND PYROLYTIC CARBON BLACK	31
Tuba Bahtlı, Veysel Murat Bostancı, Derya Yeşim Hopa, Şerife Yalçın Yastı	
INVESTIGATION OF THE EFFECT OF BORON ON NiTi / Ni ₃ Al INTERMETALLIC FUNCTIONALLY GRADED MATERIAL PRODUCED BY SELF-PROGRESSIVE HIGH TEMPERATURE SYNTHESIS	38
Musa KILIÇ, Esra BATIBAY, Fatih Demir, Serkan BATI, İbrahim Biliz	
THE EFFECT OF MAGNESIUM, TEMPERATURE AND NANO-SIZED MAGNESIUM OXIDE ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF METAL MATRIX COMPOSITES	42
Halil İbrahim KURT, Musa YILMAZ, Necip Fazıl YILMAZ ve Murat ODUNCUOĞLU	
INVESTIGATION OF THE EFFECTS OF HIGH PURITY AI POWDERS SYNTHESIZED BY MECHANICAL MILLING METHOD OF NiTi SMA POWDERS	46
Sinan Aksöz, Gülizar Altınışık, Ekrem Emre Elverişli, Bülent Bostan	
AN EXPERIMENTAL PERFORMANCE ANALYSIS OF TWO PARALLEL CONNECTED COUNTER FLOW RANQUE-HILSCH VORTEX TUBES SYSTEM WITH NOZZLES MADE OF POLYAMIDE AND BRASS USING OXYGEN AS A WORKING FLUID	50
Volkan KIRMACI, Hüseyin KAYA, Fahrettin GÜNVER	
ADDITION OF SPODUMENE ON SINTERING BEHAVIOUR OF HARD PORCELAIN BODIES	55
Hanife KADIOĞLU, Alpagut KARA	
THE EFFECT OF CERAMIC MEDIA ON MILLING AND EXPERIMENTAL TESTING OF MEDIA WEAR	62
O.Y.Toraman, O.Ersoy, Y.Kaplan, A.Teymen H.Kose, B.Bitirmis	
THE EFFECT OF Mn AMOUNT ON THE SHAPE MEMORY PROPERTIES OF CuAlMn RIBBONS PRODUCED BY MELT SPINNING METHOD	67
Sultan ÖZTÜRK, Murat EROĞLU, Sefa Emre SÜN BÜL, Kürşat İCİN ve Bülent ÖZTÜRK	
PRODUCTION OPEN CELL METAL FOAM BY CASTING METHOD	73
Orhan ŞAHİN, Melik ÇETİN	

EFFECTS OF SAMARIUM DOPANT ON REFINEMENT OF THE RE123 SUPERCONDUCTORS.....	77
İbrahim Karaca, Nihat Şimşek, Şahin Ünlüer, and Selahattin Çelebi	
MICROSTRUCTURE AND GENERAL CHARACTERISTIC PROPERTIES OF CARBON STEELS USED FOR CONNECTING RODS	81
Murat ESKİL, Kemal ALDAŞ	
DIFFERENCES OF LATEST VERSIONS OF ISO 6892-1 AND ASTM E8 TENSILE TESTING STANDARDS	87
Haldun DİZDAR, Bülent AYDEMİR and Cemal VATAN	
TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF ABRASIVES (ALUMINA, SILICA, ZIRCON) FOR BRAKE FRICTION MATERIALS	93
Banu Sugözü, Behcet Dağhan	
PHOTOCATALYTIC HYDROGEN EVOLUTION BY NICKEL SULFIDE/CARBON NANOTUBE COMPOSITE....	98
Emre Aslan, Gizem Yanalak, İlker Akin and İmren Hatay Patir	
EFFECT OF PARTICLE SIZE OF CALCIUM CARBONATE ON THE SHORT-TERM TENSILE CREEP PROPERTIES OF POLYPROPYLENE BLOCK COPOLYMER	103
Bülent AYDEMİR, Şenol ŞAHİN, Tülin ŞAHİN	
CHARACTERIZATION OF THE COATINGS PERFORMED BY USING WC-Co ELECTRODE ON Ti6Al4V ALLOY WITH ELECTROSPARK DEPOSITION TECHNIQUE	107
Kemal Korkmaz, Salim Levent Aktuğ	
TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF BRAKE FRICTION MATERIALS CONTAINING ULEXITE AND BORAX....	111
Banu Sugözü, B. Barış Buldum, İlker Sugözü	
EFFECT OF NANO TIN(Sn) DOPANT ON THE SM123 SUPERCONDUCTOR.....	115
Deniz Yıldırım, İbrahim Karaca	
THE EFFECTS OF NANO-SM DOPING ONTO THE SUPERCONDUCTING LEVITATION FORCE	121
Nihat Şimşek, İbrahim Karaca, Şahin Ünlüer	
DEVELOPMENT OF AVENTURINE GLAZE COMPOSITIONS IN TRIAXIAL GLAZE SYSTEMS.....	125
Eda Taşçı, Keriman Pekkan, Kadir Öztaş, Suna Yılmaz	
THE INVESTIGATION OF TEMPERATURE AND CONCENTRATION EFFECT ON THE CORROSION INHIBITION OF MILD STEEL BY A NEWLY SYNTHESIZED SCHIFF BASE DERIVATIVE CONTAINING ELECTRON-DONATING GROUPS IN ITS STRUCTURE	128
Demet ÖZKIR	
LOW-VELOCITY IMPACT BEHAVIOURS OF BORON PARTICLE REINFORCED IRON MATRIX COMPOSITES (Fe/B)	134
Mustafa HAMAMCI, Fehmi NAİR, A. Alper CERİT, Recep GÜNEŞ	
FIRE BEHAVIOUR ASSESSMENT OF RIGID POLYURETHANE FOAMS CONTAINING NANOCCLAY AND INTUMESCENT FLAME RETARDANT BASED ON CONE CALORIMETER TESTS.....	142
Bilal AYDOĞAN and Nazım USTA	
INVESTIGATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF WELD METAL OF HIGH ALLOY STEELS IN DIFFERENT QUALITIES.....	151
Bünyamin ÇİÇEK, Ferdi YILDIRIM, Levent ELEN, Şenol LİMAN	

INVESTIGATION OF EFFECTS ON THE RESULTS OF DIFFERENT TEST RATES IN METALLIC MATERIALS	155
Bülent AYDEMİR, Hasan TAŞCAN, Cemalettin ÇAMYURDU, Onur BARAN , Ali TEMİZ	
EFFECT OF COOLING RATE ON MARTENSITIC TRANSFORMATION TEMPERATURE OF SHAPE MEMORY CoNiAlSi ALLOY	161
Kemal ALDAŞ, Murat ESKİL, Eyyüp Seval	
BALL BEARING DESIGN ACCORDING TO MATERIAL TYPE	167
Bilal DEMİREL, Fatih AKKURT, Gürkan BOZBIYIK, Didem TOSUN, Gülbahar TATLI, Süleyman GÜRKÖK	
EFFECT OF TEMPERATURE ON METAL MATRIX COMPOSITE MATERIALS ANALYSIS OF CREEP AND ELASTIC PROPERTIES BY ANSYS METHOD	171
Ali Kaya GÜR, Semih TAŞKAYA, Tülay YILDIZ, Nida KATI	
ANTIBACTERIAL ACTIVITIES OF POLYLACTIC ACID BASED BIO-COMPOSITES.....	178
Sevim ALIŞIR, Nilgün ÖZDEMİR, Yunus Emre CANAVAR	
AN INVESTIGATION PERFORMANCE ANALYSIS OF PARALLEL CONNECTED TWO COUNTER FLOW RANQUE-HILSCH VORTEX TUBES WITH MADE OF BRONZED TEFLON AND STEEL NOZZLES	182
Volkan KIRMACI, Hüseyin KAYA, Fahrettin GÜNVER	
MICROSTRUCTURAL INVESTIGATION OF RAPIDLY SOLIDIFIED $Cu_{(100-x)}Al_{13}Mn_x$ ($x=1-14$) RIBBONS	187
Sultan ÖZTÜRK, Murat EROĞLU, Sefa Emre SÜNBÜL, Kürşat İCİN, Bülent ÖZTÜRK	
FORMATION OF DUBLEX COATINGS ON Ti6Al4V ALLOY WITH ELECTROSPARK DEPOSITION AND MICROARC OXIDATION METHODS	193
Kemal Korkmaz	
MAGNETIC FLUX PROFILE OF B(Pb)SCCO SUPERCONDUCTOR.....	197
İbrahim Karaca, Şahin Ünlüer, Nihat Şimşek	
COOLING CONDITION EFFECTS ON TRANSFORMATION TEMPERATURE AND MICROSTRUCTURE OF QUATERNARY CuAlNiTi SMA	203
Fethi DAGDELEN, M.Sait KANCA, Mustafa BOYRAZLI	
LONG ENDURANCE OF PERFORMANCE FOR START STOP BATTERIES IN LIFETIME.....	208
Yıldırım Eydemir, Mustafa Bahadır Özdemir	
EFFECTS OF NANO DOPANT ON THE LOW-TEMPERATURE PHASE IN Ba-Ca-Cu-O SUPERCONDUCTOR	211
Şahin Ünlüer, İbrahim Karaca, Nihat Şimşek	
EFFECT OF DIFFERENT METAL OXIDES ON VICKERS HARDNESS OF THE FRIT BASED CRYSTALLINE GLAZES	215
Keriman Pekkan, Yalçın Gün	
EFFECT OF Cr PARTICLE REINFORCEMENT AT DIFFERENT RATIOS ON THE MECHANICAL PROPERTIES AND MICROSTRUCTURE OF Cu MATRIX COMPOSITES	220
Mahir UZUN, Üsame Ali USCA	
INVESTIGATION OF THE EFFECTS OF NANOPARTICLES ON THE PROPERTIES OF EPOXY COATING	228
Fazliye Karabörk, Ümit Esra Özcan, Şakir Yazman, Ahmet Akdemir	

INTERNAL STRUCTURE – RESISTANCE RELATIONSHIP OF FLY ASH MORTAR MIXTURES AT EARLY AGES	233
Eda Taşçı, Abdullah Demir , M. Uğur Toprak, Zişan Demirdağ	
SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND INVESTIGATION OF MESOMORPHIC PROPERTIES OF NOVEL CALAMITIC 2,5-DIMETOXY IMINE DERIVETES	237
Hülya ELMALI GÜLBAŞ, Ali ANTEPLİ, Belkız BİLGİN ERAN	
EFFECT OF THE ZINC (Zn) DOPING ON CHARACTERIZATION OF THE Sn-BASED SUPERCONDUCTOR .	240
Selva Büyükakkaş, İbrahim Karaca, Şahin Ünlüer	
INVESTIGATION OF THE WC/Co COATABILITY OF AISI 304 AND AISI 316 STAINLESS STEELS USING HVOF PROCESS	243
Ümit ZEYBEK, Osman ASİ	
INVESTIGATION OF PHYSICAL PROPERTIES OF X-Mn-Si (X=Fe, Co) SUPERALLOYS.....	247
Selva Büyükakkaş, İbrahim Karaca	
INVESTIGATION OF SHEAR BANDS OF HIGH SPEED SHEARING PROSESS WITH JOHNSON COOK MODEL	250
Ersan KIRAR, Mehmet DEMİR, Erdoğan KANCA, Mustafa Serdar KARAKAŞ Ali GÜNEN	
COMPARISON OF CONVENTIONAL AND INDUCTIVE DRIVEN MILK PASTEURIZATION SYSTEMS ACCORDING TO ENERGY AND EXERGY	256
Anıl Başaran , Tuncay Yılmaz Can ÇİVİ	
FLEXURAL PROPERTIES OF NATURAL BAST FIBER/CORK REINFORCED POLYESTER COMPOSITES	261
Yekta Karaduman	
INVESTIGATION OF TOOL COATING EFFECT ON THERMAL CONDUCTIVITY BETWEEN TOOL AND CHIP IN TURNING OPERATION BY USING FEM	264
Kamuran Kamil YEŞİLKAYA, Kemal YAMAN, Özer TAGA and Emre OKUR	
INVESTIGATION OF THE EFFECTS OF POLYPROPYLENE FIBER AND HAZELNUT SHELL ASH ADDITIVES ON DENSITY, POROSITY AND WATER ABSORPTION RATES OF CEMENT	270
Başak Mesci Oktay, Burcu Demirbaş	
THE SURFACE CHARGE OF UNSUPPORTED NANO-STRUCTURED TITANIA CERAMIC MEMBRANE TOP LAYERS WITH VARYING CALCINATION TEMPERATURES.....	273
İlker ERDEM and Muhsin ÇİFTÇİOĞLU	
THE EFFECT OF RESISTIVITY TO SINTERING AT INDUCTION SINTERED FERROUS BASED SAMPLES	276
Can ÇİVİ, Enver ATİK	
KINETIC OF CELLULOSE BASED WASTE / PMMA COMPOSITES OF LONG-TERM WATER ABSORPTION BEHAVIOR.....	280
Kenan BÜYÜKKAYA	
FAILURE ANALYSIS OF V-NOTCHED CARBON/EPOXY COMPOSITE PLATES.....	286
Ahmet SAYLIK, Mete Onur KAMAN	
SYNTHESIS OF STRONTIUM BORATE WITH USE OF THE TURKISH CELESTITE AND BORIC ACID	292
Duygu Yılmaz, Nurşen Koç, Servet Turan	

INVESTIGATION OF SURFACE AND AESTHETIC PROPERTIES OF ENAMEL COATINGS.....	296
Şengül DANIŞMAN, Ayşe SEVÜK	
SYNTHESIS OF ZIRCONIA/MAGNESIA COMPOSITE COATING ON AZ91 MAGNESIUM ALLOY	301
Ekin Selvi, Faiz Muhaffel and Murat Baydoğan	
BASINÇLI DÖKÜM YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN MG-4Sn-1Y ALAŞIMINA Zr İLAVESİNİN MEKANİK ÖZELLİKLERE ETKİSİ	305
Güven YARKADAŞ, Güher TAN, Hüseyin ŞEVİK, İsmail AKYÜZ	
THE EFFECTS OF THE ELECTRODE PRESSURE ON MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF THE RSW OF DP600 STEEL	308
Muhammed ELİTAŞ, Bilge DEMİR, Ömür YAZICI	
EFFECT ON MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS PROPERTIES OF HEAT DISTRIBUTION DURING FRICTION STIR WELDING OF 7039 AL ALLOY.....	314
U.AVCI, Ş.TEMİZ	
QUANTUM DOT SOLAR CELLS AND DESIGNING	319
Cem ÖKSEL, Yıldız KOÇ, Hüseyin YAĞLI, Ali KOÇ	
THE EFFECTS OF THE ELECTRODE PRESSURE ON TENSILE STRENGTH AND FRACTURE MODES OF THE RSW JUNCTIONS OF DP600 SHEET STEEL.....	324
Muhammed ELITAS, Bilge DEMİR, Omur YAZICI	
THE EFFECTS OF THE ELECTRODE TYPE ON MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF THE RSW OF DP600 STEEL	330
Hüseyin KARAKUS, Bilge DEMİR, Muhammed ELITAS	
EVALUATION OF THE MACHINABILITY OF PLASTIC MOLD STEELS AISI 1148 STEEL	337
Mahir AKGÜN, Barış ÖZLÜ Halil DEMİR	
EVALUATION OF THE MACHINABILITY OF AISI D2 STEEL USED IN THE INDUSTRY DIE/MOLD.....	340
Mahir AKGÜN, Barış ÖZLÜ, Hasan BALLIKAYA, Hasan Basri ULAŞ	
INVESTIGATION OF CORROSION BEHAVIOR OF BORIDED AISI 304L, AISI 4320 AND AISI 4140 STEELS IN NITRIC ACID SOLUTION	343
Ali GÜNEN	
THE EFFECT OF SINTERING PRESSURE ON THE THERMAL CONDUCTIVITY OF Yb ₂ O ₃ CONTAINING SILICON NITRIDE CERAMICS	349
Pınar UYAN and Servet TURAN	
INVESTIGATION OF A REHEAT FURNACE USED IN IRON AND STEEL INDUSTRY.....	352
Abdulkadir KURBANOĞLU, Cuma KARAKUŞ, Hüseyin YAĞLI, İsmail ÜSTÜN, Ali KOÇ	
ANALYSIS OF THE AIRFLOW AROUND THE SAVONIUS WIND TURBINE USING COMPUTABLE FLUID DYNAMICS METHOD	357
Faruk KILIÇ , Mustafa GÖKTAŞ	
NUMERICAL ANALYSIS OF TWO AND THREE BLADES SAVONIUS WIND TURBINES	361
Faruk KILIÇ, Mustafa GÖKTAŞ	

FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF Cr-C REINFORCED Cu MATRIX COMPOSITES PRODUCED THROUGH POWDER METALLURGY TECHNIQUE	364
Özgür ÖZGÜN, Ali ERÇETİN	
PERFORMANCE ANALYSIS AND SIMULATION OF SOLAR PV-WIND HYBRID ENERGY SYSTEM WITH STATCOM USING MATLAB/SIMULINK.....	371
Bakır, H and Kulaksız, A.A	
EFFECT OF BARIUM CARBONATE ADDITION ON THE PROPERTIES OF PORCELAIN CERAMIC TILE	375
Hülya Kaftelen Odabaşı, Ümit Engin Anıl, Akın Odabaşı, Battal Kadir Kocabıyık	
THE STRUCTURE AND ENERGETIC OF ARSENIDE DOPED BORON CLUSTERS (N=1-9).....	379
İskender MUZ, Mustafa KURBAN and Kazım ŞANLI	
INVESTIGATION OF BENDING PROPERTIES OF HAZELNUT SHELL FILLED POLYETHYLENE COMPOSITES	383
İlyas Kartal, Halil Demirer, Sinan Fevzi Demircan, Kenan Büyükkaya	
METALLURGICAL INVESTIGATION OF WELDING REGION OF API 5L X52 NATURAL GAS PIPE MATERIAL PRODUCED BY SUBMERGED ARC WELDING	388
Hakan Ada, Cemil Çetinkaya, Sinan Aksöz, Tayfun Fındık	
AISI 420 ve AISI 4340 ÇELİKLERİNİN DİFÜZYON KAYNAK YÖNTEMİ İLE BİRLEŞTİRİLMESİNDE DİFÜZYON SICAKLIĞININ ETKİSİ.....	393
Nida KATI, Tülay YILDIZ, Sermin OZAN	
THE DETERMINATION OF COLOUR AND GLOSSINESS PROPERTIES ON SANTOS, ROSE AND ROWAN WOODS HEAT TREATED ACCORDING TO THERMOWOOD METHOD	401
Tuğba Gürleyen, Ümit Ayata, Levent Gürleyen, Bruno Esteves, Hüseyin Sivrikaya, Ahmet Can	
THE DETERMINATION OF COLOUR AND GLOSSINESS VALUES ON THE PARQUETS THAT UNDERWENT SINGLE AND DOUBLE LAYERED UV VARNISHING SYSTEM TREATMENT	408
Tuğba Gürleyen, Ümit Ayata, Levent Gürleyen, Bruno Esteves, Hüseyin Sivrikaya, Ahmet Can	
EXPERIMENTAL AND FINITE ELEMENT ANALYSIS OF TEMPERATURE-TIME CURVES OBTAINED FROM THE JOMINY TEST	413
Erdoğan KANCA, Mehmet DEMİR, Soner YÜRÜK, Ali GÜNEN, Vahdettin KOÇ, Mustafa Serdar KARAKAŞ, Ersan KIRAR	
OBSERVATION CARD APPLICATION OF (OHS) OCCUPATIONAL HEALTH AND SAFETY	418
Ömer Saltuk BÖLÜKBAŞI, Volkan KIZILAY	
EXPERIMENTAL DETERMINATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF PIPE TYPE COMPOSITE MATERIALS PRODUCED WITH PARTICLE REINFORCED ADHESIVELY	421
Hamit ADİN, Raşit Koray ERGÜN	
BIOMIMETIC DRY ADHESIVES.....	425
Fazliye Karabörk, Ahmet Akdemir	
A COMPARATIVE STUDY OF THE LEVITATION FORCE MEASUREMENTS IN Ba-Ca-Cu-O SUPERCONDUCTOR.....	431
Şahin Ünlüer, İbrahim Karaca	

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF COATING THICKNESS ON THE COATING PROPERTIES OF HVOF SPRAYED WC/Co COATING TO AISI 420 STAINLESS STEEL	434
Ümit ZEYBEK, Osman ASİ	
INVESTIGATION OF SURFACE AND MECHANICAL PROPERTIES OF ENAMEL COATINGS	439
Şengül DANIŞMAN, Ayşe SEVÜK	
THE INFLUENCE OF CUTTING CONDITION ON SURFACE ROUGHNESS IN TURNING OF AUSTENITIC STAINLESS STEELS AISI 304	444
Mahir AKGÜN, Barış ÖZLÜ, Halil DEMİR, Hasan Basri ULAŞ	
AUSTENITE GRAIN SIZE ANALYSIS IN RAIL STEELS AND EFFECT ON TENSILE PROPERTIES	448
Bilge DEMİR, Muhammed ELİTAŞ	
INVESTIGATION OF BENDING PROPERTIES OF POLYPROPYLENE AND RECYCLED EPDM MIXTURES ...	454
İlyas Kartal, Halil Demirer, Yunus Tezcan, Kenan Büyükkaya	
MECHANICAL INVESTIGATION OF WELD REGION OF API 5L X52 MATERIAL PIPE PRODUCED BY SUBMERGED ARC WELDING	458
Sinan Aksöz, Tayfun Fındık, Cemil Çetinkaya, Hakan Ada	
THE NUMERICAL FAILURE ANALYSIS OF PIPE UNIONS USED IN PLUMBING	463
Hamit ADİN, Bilal YILDIZ, Raşit Koray ERGÜN	
OXIDATION BEHAVIOR AT HIGH TEMPERATURE OF CuAlTa SMA	467
E.Ercan and F.Dağdelen	
THE EFFECTS OF COMPACTION PRESSURE AND LUBRICANT DEBINDING PROCESS ON PHYSICAL PROPERTIES OF P/M PARTS PRODUCED BY HOT PRESSING	471
T. Şahin, C.G. Delibalta, Y. Özçatalbaş	
PROCESS AND PRODUCT DEVELOPMENT ACTIVITIES FOR COLD ROLLED AND BATCH ANNEALED HIGH CARBON STEEL GRADES AND PRODUCT PERFORMANCE EVALUATION	476
A. G. Özgültekin, A. M. Berker, C. Seyalioğlu, D. Öztürk, Ö. Uzunkaya, Ö. Yıldırım, S. İlker	
EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF SOFC WITH DIRECT METHANOL AT DIFFERENT TEMPERATURE AND CONCENTRATION	483
F. Yucel, S. Celik	
THE EFFECTS OF COMPACTION AND LUBRICANT DEBINDING PROCESSES ON PHYSICAL PROPERTIES OF P/M PARTS	485
A.B. Baykal, C.G. Delibalta, Y. Özçatalbaş	
EFFECT OF ANNEALING TEMPERATURE ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF ANODIC OXIDE THIN FILM FORMED ON Ti6Al4V	490
Tuncay Dikici	
EFFECT OF CUTTING PARAMETERS OF ABRASIVE WATER JET MACHINING ON THE SURFACE QUALITY OF AlMg ₃ /SiCp COMPOSITES	493
Ahmet AKSU, Nilhan Urkmez TASKIN, Vedat TASKIN	
SIZE EFFECTS OF RECOVERED Ti-6Al-4V ALLOY SCRAP BY CONVENTIONAL P/M TECHNIQUES	497
Mustafa Ustundag, Mehmet Fahri Sarac and Remzi Varol	

ELECTROACTIVE SHAPE MEMORY POLYMERS FOR AEROSPACE FIELD AND MEDICAL DEVICE APPLICATIONS	502
F.Yakuphanoglu	
SELECTION OF MATERIAL TO USE IN DENTAL IMPLANT DESIGN	503
Bilal DEMIREL, Ercan SENYIGIT, Sümeyye YILDIRIM, Mihriban VURAL, Okan CIL, Murat SARIUCAK	
KATILAŞTIRMA HIZININ $Sn_{91.2-x}-Zn_{8.8}-Ag_x$ ALAŞIMLARININ ÇEKME DAYANIMINA VE BASMA AKMA DAYANIMINA ETKİSİNİN İNCELENMESİ	504
M. Şahin, E. Çadırılı	
UTILIZATION OF CALCIUM FERRITE ASH IN FLUIDIZED BED COAL BOILER FOR DESULFURIZATION -THE EFFECT OF PYRITE CONTENT IN COAL ON BOTTOM ASH CALCIUM FERRITE FORMATION	505
Yıldırım İ. Tosun	
EXPERIMENTAL AND NUMERICAL INVESTIGATION OF TIE ROD FATIGUE PERFORMANCE	506
K. Taş and Y. Pekbey	
SYNTHESIS AND CRYSTAL STRUCTURE ANALYSIS OF YTTERBIUM OXIDE AND ERBIUM OXIDE DOPED BISMUTH OXIDE FOR SOLID OXIDE FUEL CELLS.....	507
Pelin GÜLER, Serdar YILMAZ and Esra KORKMAZ YILDIZ	
SABİT SICAKLIK GRADYENTİNDE DOĞRUSAL OLARAK KATILAŞTIRILMIŞ Bi-43 Sn ALAŞIMINDA LAMELSEL MESAFE VE MİKRO SERTLİĞİN BÜYÜME HIZINA BAĞLILIĞI.....	508
E. Üstün ve E. Çadırılı	
INVESTIGATION ON WELDABILITY OF 304L STAINLESS STEEL.....	509
Furkan GÖKÇE, Cemal ÇARBOĞA, Bülent KURT, Serkan DAL, Yusuf KARACA	
OTOMOTİVDE KULLANILAN ULTRA YÜKSEK MUKAVEMETLİ SAC METAL MALZEMELERİN ILIK ŞEKİLLENDİRİLMESİNDE ŞEKİLLENDİRME HIZ HASSASİYETİNİN (STARİN RATE) TESPİTİ	510
Nuri ŞEN, İlyas UYGUR, Fikret POLAT	
CHARACTERIZATION OF BORON CARBIDE AND NANO B_4C PARTICLE PRODUCTION	511
Barış GÜNAY, Bülent KURT, Cemal ÇARBOĞA, Khangardas Askerov, Serkan Dal	
GENERAL OVERVIEW OF PUMICE INDUSTRY IN NEVSEHIR.....	512
İsmail DİNÇER, Ahmet ORHAN, Mutluhan AKIN and Serap ÇOBAN	
OUTDOOR PERFORMANCE OF THREE DIFFERENT PHOTOVOLTAIC (PV) ON-GRID PANELS IN DUZCE AREA FROM 2014 TO 2016.....	513
Özge TÜZÜN ÖZMEN, H. Muzaffer ŞAĞBAN, Tuğba ÖZDEMİR	
A REVIEW OF TREATMENT OF COKING INDUSTRY WASTEWATERS	514
Serkan Sahinkaya	
ADSORPTION STUDY OF CARVACROLON MODIFIED BENTONITE.....	515
Doha BERRAAOUAN, Mohamed EL MIZ, Abdesselam TAHANI	
VC COATING AND CHARACTERISATION OF 1.2344 HOT WORK TOOL STEEL BY BOX CEMENTATION METHOD.....	516
Yusuf KARACA, Bülent KURT, ' Serkan DAL, Lütfullah ÖZDOĞAN, Cemal ÇARBOĞA	

UNFOLDING OF SHEET METAL COMPONENT USING STEP FILE OF CAD MODEL	517
Veysel ÇELİK and İ. Hüseyin FİLİZ	
ELECTRICAL CONDUCTIVITY AND MICROSTRUCTURE PROPERTIES OF Cu-Mo COATINGS	518
Serkan Islak, Vahdettin Koç ve Cihan Özorak	
FIRST-PRINCIPLES INVESTIGATIONS ON STRUCTURAL AND ELASTIC PROPERTIES OF YAl_3	519
Tahsin Özer	
INVESTIGATION OF POWDER INJECTION MOLDABILITY OF FEEDSTOCKS CONTAINING PP AND PE SKELETER BINDING	520
Levent URTEKİN	
AN ENZYMELESS HYDROGEN PEROXIDE AMPEROMETRIC SENSOR BASED ON Pd NANOPARTICLES SUPPORTED ON (3-AMINOPROPYL) TRIETHOXYSILANE FUNCTIONALIZED CeO_2	521
Muhammet Guler Vedat Turkoglu	
KORDİYERİT TABANLI VİTRİFİYE FIRIN ATIKLARININ SERAMİK KÖPÜK FİLTRE ÜRETİMİNDE KULLANIMININ ÖN ARAŞTIRMASI	522
Eray Çaşın, İskender Işık, Mustafa Yaman	
EFFECT OF DIFFERENT CURE PROCESSES ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF EPOXY/CTBN BLEND	523
Harun SEPET and Necmettin Tarakcioglu	
REMOVAL OF COBALT IONS FROM AQUEOUS SOLUTIONS BY USING ULTRASONIC-ACID MODIFIED PUMICE	524
Erkan KALIPCI, Hüseyin CÜCE, Osman Önder NAMAL	
BETON KARIŞIM SUYUNUN DONATI KOROZYONUNA ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI	525
Mine KURTAY, Hüsnü GERENGİ	
BİYOBOZUNUR İMPLANT OLARAK MAGNEZYUM VE ALAŞIMLARI	526
Ertuğrul KAYA, Hüsnü GERENGİ	
DIATOMITE MODIFICATION OBTAINED BY RECYCLED PLASTIC	527
Filiz BORAN and İbrahim BİLİCİ	
BORONYUM KATKILI KOROZYON İNHİBİTÖRLERİ	528
Mesut YILDIZ, Hüsnü GERENGİ, H. İbrahim UĞRAŞ	
THE CHARACTERIZATION OF BORIDE LAYER ON BORONIZED SAE 1020 STEEL WITH BORIC ACID BASED BORONIZING MIXTURE	529
İlyas TÜRKMEN, Emre YALAMAÇ, Sibel CAN, Aysun YOLACAN	
OPTICAL PROPERTIES OF (Cu, Al, IN)-DOPED SnO_2 THIN FILMS GROWN BY SPRAY METHOD	530
Sibel Gürakar and Tülay Serin	
PRODUCTION AND COMPARISON OF ALUMINA/ZIRCONIA AND NANO NICKEL REINFORCED ALUMINA/ZIRCONIA COMPOSITES	531
Betül KAFKASLIOĞLU and Yahya Kemal TÜR	
CHARACTERIZATION OF SM123 INFILTRATED-Y123 SUPERCONDUCTORS	532
Nihat Simsek, İbrahim Karaca	

THE INFLUENCE OF MULTISTAGE COATING ON THE STRUCTURAL INTEGRITY OF THE RETICULATED ZnO CERAMICS FABRICATED BY THE REPLICATION METHOD	533
Memnune Kardeş and Koray Öztürk	
EFFECT OF N ₂ FLOW RATE ON THE STRUCTURAL AND OPTICAL PROPERTIES OF TiN _x THIN FILMS PREPARED BY CATHODIC ARC EVAPORATION.....	534
Belgin Tanişan and Tugay Tosun	
MOLECULAR SEMICONDUCTORS BASED ON LADDER TYPE ACCEPTOR CORE AND THIOPHENEDONOR UNITS	535
Resul Özdemir, Mehmet Özdemir, and Hakan Usta	
NOVEL MOLECULAR MICRORIBBONS FOR ORGANIC FIELD-EFFECT TRANSISTORS.....	536
Mehmet Özdemir, Resul Özdemir, and Hakan Usta	
POWDER METALLURGY PROCESSING OF TITANIUM-NIOBIUM ALLOYS FOR MEDICAL IMPLANT APPLICATIONS	537
Nuaman Jasim Filamarz Al-ZANGANA ^a , Dana Kareem Hameed PALANI, Fevzi KELEN, Tarık AYDOĞMUŞ	
AMBIPOLAR SMALL MOLECULAR SEMICONDUCTORS FOR FIELD EFFECT TRANSISTOR AND COMPLEMENTARY LIKE INVERTER APPLICATIONS	538
Resul Özdemir, İbrahim Deneme, Mehmet Özdemir, and Hakan Usta	
THE SELECTION OF MATERIAL TO USE IN SAVONIUS TYPE WIND TURBINE DESIGN BY ANALYTIC HIERARCHY PROCESS METHOD	539
Bilal DEMIREL, Ercan SENYIGIT, Çağlar KIZILTAN, Mert OZTURK, Seyda Elinaz YARIS, Murat SARIUCAK	
AZ91 ALAŞIMININ SICAK PRESLEME YÖNTEMİ İLE ÜRETİLMESİ	540
Erhan AYDEMİR, Fevzi KELEN, Tarık AYDOĞMUŞ	
SILVER CATALYZED NICKEL MESH CATHODE FOR ALUMINIUM AIR BATTERY	541
Rasiha Nefise MUTLU and Birgül YAZICI	
MICROSTRUCTURE CHARACTERISTICS OF Ti-16Nb-4Sn ALLOY PRODUCED BY POWDER METALLURGY	542
Mehmet Kaya, Ömer Çakmak	
INVESTIGATION OF BIOCOMPATIBILITY PROPERTY OF POROUS TiNbSn ALLOY	543
Mehmet KAYA, Ömer ÇAKMAK, Ebru Elibol, Mustafa Köm	
MULTI-WALLED CARBON NANOTUBE – GOLD DEPOSITED MODIFIED GLASSY CARBON ELECTRODE SURFACE FOR HEAVY METAL DETECTION	544
Abdurrahman Taha GULDEREN and Yasemin OZTEKİN	
SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF TRI-CALCIUM PHOSPHATE DOPED WITH STRONTIUM, CHLORIDE AND FLUORIDE IONS	545
Redar Wasurahman AHMED, Serap GÜNGÖR KOÇ	
AN ALTERNATIVE COPPER ALLOY FOR WIRE MESH WELDING.....	546
Tuba Özeren and Feriha Birol	
THE PHOTOCATALYTIC DEGRADATION OF METHYL ORANGE BY Al ₂ O ₃ -NP/InSnO ₂ ELECTRODE	547
Sevgi Ateş, Evrim Baran and Birgül Yazıcı	

ÇELİK ÜRETİMİNDE KALSİYUM İŞLEMİNİN ÇELİK TEMİZLİĞİNE ETKİLERİ	548
Barış KARABAYRAK ve Dilek TURAN	
INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF LIGHT ALLOYS PRODUCED BY CASTING METHOD	549
Hakan Yaykaşlı and Musa Göğebakan	
SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE OF Nb DOPED LiFePO ₄ /C CATHODES BY MECHANOCHEMICAL ACTIVATION	550
Cengiz Bağci and Oncu Akyıldız	
PRODUCTION OF HYALURONIC ACID/ CARBOXYMETHYL CELLULOSE NANOFIBERS.....	551
Şerife ŞAFAK and Esra KARACA	
2D-3D STRUCTURAL TRANSITION IN Si _n C _{5-n} H ₈ (n=0-5) SERIES.....	552
İskender MUZ and Mustafa KURBAN	
OPTIMIZATION OF CATHODIC ARC-PVD TITANIUM NITRIDE COATING PROCESS PARAMETERS FOR DECORATIVE APPLICATIONS.....	553
Belgin Tanışan and Tugay Tosun	
THE DETERMINATION OF MICROSTRUCTURE, THERMAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF SOME INTERMETALLIC ALLOYS IN Sn-Zn-Cu SYSTEM.....	554
Sezen AKSÖZ, Pınar ATA ESENER, Esra ÖZTÜRK, Necmettin MARAŞLI	
EFFECT OF HEAT INPUT ON MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS OF Fe-Cr-W-B-C COATING ON AISI 1020 PRODUCED BY USING PTA WELDING METHOD	555
Cihan ÖZEL, Turan GÜRGENÇ and Selçuk KARATAŞ	
IMPROVEMENT IN ENERGY EFFICIENCY OF A BOILER BY PERIODIC MEASUREMENT	556
Aydın Rüşen, Mehmet Ali Topçu, Selmin Ener Rüşen	
THE INFLUENCE OF TRISODIUM PHOSPHATE CONCENTRATION ON TRIBOLOGICAL AND CORROSION PROPERTIES OF MAO'ED AZ91 MAGNESIUM ALLOY	557
Faiz Muhaffel, Ali Serdar Vanli, Huseyin Cimenoglu	
THE INVESTIGATION OF OPTICAL AND DIELECTRIC PROPERTIES OF NI DOPED ZnO NANOPOWDERS SYNTHESIZED BY SOL-GEL CALCINATION METHOD	558
Cihat Aydın and Handan Aydın	
SUPERHYDROPHOBIC SURFACES OBTAINED WITH CARNAUBA-WAX.....	559
Hasan Hüseyin İPEKÇİ and Hatice Nur EKİNCİOĞLU and M.Serdar ONSES	
DYNAMICS OF THE MIXED SPIN (1/2, 1) ISING NANOTUBE SYSTEM	560
Bayram Deviren, Seyma Akkaya Deviren and Barış Reçber	
MAGNETIZATION PLATEAUS AND GROUND-STATE PHASE DIAGRAMS OF THE SPIN-1 ISING MODEL ON THE SHASTRY-SUTHERLAND LATTICE.....	561
Seyma Akkaya Deviren and Bayram Deviren	
INFLUENCE OF THE NITROGEN DOPING SITE IN STONE-WALES DEFECT ON THE THERMAL CONDUCTIVITY OF ZIGZAG GRAPHENE NANORIBBONS	562
Ahmet Emin Senturk, Ahmet Sinan Oktem and Alp Er S. Konukman	

LATEST DEVELOPMENTS IN SOLID-STATE DIFFUSION BONDING OF UN-WELDABLE ALLOYS AND THEIR APPLICATIONS IN JET ENGINES, ELECTRIC CARS, VACUUM SYSTEMS AND NUCLEAR POWER PLANTS	563
Amir A. Shirzadi	
HARDNESS AND TENSILE STRENGTH OF Al-Cu-Si-Mg QUATERNARY EUTECTIC ALLOY	564
Yusuf KAYGISIZ, Necmettin MARAŞLI	
JOINING OF ALUMINUM ALLOYS WITH A NOVEL SOLID STATE WELDING METHOD	565
Isam Jabbar Bajilane and Guney Guven Yapici	
STRUCTURAL AND DIELECTRIC PROPERTIES OF LA DOPED Co-Mg FERRITE	566
Tuğba Şaşmaz Kuru	
THE EFFECT OF AGING TEMPERATURE ON MICROSTRUCTURE OF NiTiNOL ALLOY	567
Mehmet Kaya, Tuğba Yıldız Saygılı, Ömer Çakmak	
FRACTURE TOUGHNESS AND TOUGHENING MECHANISM OF CTBN MODIFIED EPOXY	568
Harun SEPET and Necmettin Tarakcioglu	
DIFFERENT CROSS-LINKED PVA/CHITOSAN HYDROGELS FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS.....	569
Seda Ceylan, H. Başak Yıldırım, Murat Oturakçı	
SYNTHESIS OF NANO-STRUCTURES FROM CARBONIZED PINE NUTS SHELL	570
Mustafa Boyrazlı, Ömer Güler	
AGRICULTURAL MACHINERY INDUSTRY AND IMPORTANT IN TURKEY	571
Osman Gökdoğan and Oktay Erdoğan	
THE USE OF INDUSTRIAL WASTES IN HEAVY METAL CONTAMINATED WASTE WATER TREATMENT: THE CASE OF FOUNDRY WASTES	572
Hüseyin CÜCE and Mustafa YEMEN	
CALCULATIONS PHOTOVOLTAIC PROPERTIES OF TiO ₂ BY USING DFT METHODS	573
Sinem Aksan and Hasan Göçmez	
AN ALTERNATIVE FLUX SOURCE FOR TRADITIONAL CERAMIC PRODUCTION	574
Sinem Aksan, İskenderlişik and Sezgin Aksan	
INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURAL PROPERTIES OF FeTi COATINGS ON AISI 4140 STEEL PERFORMED BY THERMO-REACTIVE DIFFUSION TECHNIQUE	575
Soner Buytoz, Bülent Kurt, Y. Buğra Yıldırım, F. Nur Harputlugil	
INVESTIGATION OF WEAR PERFORMANCE OF TiN COATED ENGINE PARTS WITH PVD TECHNIQUE	576
F. Teber, E. Gerçekcioğlu	
INVESTIGATION OF USE OF IMAGE PROCESSING METHODS IN DETERMINING SPRAYING CHARACTERIZATION OF FUEL INJECTION SYSTEMS.....	577
Burak TANYERİ, Orhan ATİLA, Fatma TEBER, Hüseyin SEVİNÇ	
USING OF FUNCTIONALLY GRADED MATERIALS AND THEIR APPLICATIONS	578
Hakan Pekel	

FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF FIRED CLAY BRICKS WITH PAPER PROCESSING WASTE AND EXPANDED PERLITE ADDITION FOR BUILDING APPLICATIONS.....	579
Irmak Su Ökten, Ece Budak, Savaş Öztürk, Mücahit Sütçü	
OBTAIN OF BIOFUEL FROM PYROLYSIS OF PUMPKIN (CUCURBETA PEPO) WASTE	580
Meltem Dilek, Nazan Yılmaz, Oğuzhan Alagöz	
TATARLI HÖYÜK'TE HİTİTLER DÖNEMİNE AİT BAZI SERAMİK BULUNTULARIN KARAKTERİZASYONU .	581
Nergis KILINÇ MİRDALI, K. Serdar GİRGİNER, Özlem Oyman GİRGİNER	
SYNTHESIS AND PHOTOLUMINESCENT CHARACTERIZATION OF LANTHANUM STANNATE PYROCHLORE	582
Erkul KARACAĞLU and Esra ÖZTÜRK	
BONE CHINA (KEMİK PORSELENİ) BUNYESİNDE NEFELİN SİYENİT KULLANIMININ PİROPLASTİK DAVRANIŞI ÜZERİNE ETKİSİ	583
Elif KABAKCI ve Ahmet ÇAPOĞLU	
ELECTROCHEMICAL EFFECT ON DEVELOPED CARBON PASTE ELECTRODE ASCORBIC ACID.....	584
İrem Çetin and Tunç Tüken	
NICKEL MICRO PADS AND COLUMNS FOR TRAPPING IMMUNOMAGNETIC BEADS AND CAPTURED LEUKEMIA CELLS	585
Mustafa Böyük , Muhammad Noman Hasan, Günyaz Ablay , Kutay İçöz	
GRINDING PROCESS AND SUBSURFACE DAMAGE EXPLORATION OF LOW EXPANSION GLASSES.....	586
Ceyda Özdemir, Yusuf Özçatalbaş, Tuğba Bolat, Sezgin Kocaer, Burak Aydemir, Özgür Selimoğlu, Özgür Karcı	
A FINITE ELEMENT SIMULATION OF AN AUTOMOTIVE EXTERIOR PANEL (FENDER) BUCKLING BEHAVIOR WITH STAMPING INDUCED DATA.....	587
Beyhan MUTLU and Alican KILIÇASLAN	
DEVELOPMENT OF GRAPHENE NANOPATELETS REINFORCED MAGNESIUM MATRIX NANOCOMPOSITES BY ULTRASONIC PROCESSING	588
Burak Bostancıoğlu and Sinan Kandemir	
FARKLI LANTANİT ELEMENTLERİN SrAl ₂ O ₄ FOSFORLARIN IŞIK ŞİDDETİ VE KRİSTAL YAPISI ÜZERİNE ETKİLERİ.....	589
Yusuf Ziya HALEFOĞLU	
A CERAMIC COATING FOR CORROSION PROTECTION ON AISI 316Ti STAINLESS STEEL	590
Cengizhan Taslicay, Yakup Yurekturk, Faiz Muhaffel, Murat Baydoğan	
REMOVAL OF EMERGING CHEMICALS USING UIO-66 METAL ORGANIC FRAMEWORKS	591
Selin Şahin, Elaf Abdelillah Ali Elhussein and Şahika Sena Bayazit	
MECHANICAL AND MORPHOLOGICAL PROPERTIES OF RECYCLED POLYETHYLENE-LEATHER WASTE COMPOSITES	592
Eylem Kılıç, Kadir Gündoğan, Deniz Gürler Karaman and Gökhan Zengin	
MECHANICAL CHARACTERISTICS OF LIGHTWEIGHT COMPOSITES FABRICATED BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION	593
Dhyai Hassan Jawad and Guney Guven Yapici	

EFFECTS OF INORGANIC MINERALS ON COMPRESSIVE STRENGTH OF RIGID POLYURETHANE FOAMS	594
Bilal AYDOĞAN, Recep YURTSEVEN and Nazım USTA	
CHARACTERIZATION OF SiC PARTICLES PREPARED FROM MECHANOCHEMICALLY ACTIVATED GEOPOLYMER	595
Cengiz Bağcı	
INFLUENCE OF THE THERMAL PARAMETERS ON THE FAILURE OF THE FUNCTIONALLY GRADED CYLINDER.....	596
Ali ÖZTÜRK	
HIGH TEMPERATURE OXIDATION OF BORON CARBIDE.....	597
Esra DOKUMACI, İlker ÖZKAN and A. Bülent ÖNAY	
FABRICATION AND APPLICATIONS OF SPATIALLY DEFINED NANOPATTERNS OF FUNCTIONAL MATERIALS GENERATING BY ELECTROSPUN NANOFIBERS.....	598
N. Burak KİREMİTLER and M. Serdar ONSES	
INVESTIGATION OF PHOTOLUMINESCENCE PROPERTIES OF Eu-DOPED Y ₂ O ₃ POWDERS	599
Fatma Ünal, Sebahattin Gürmen, Kürşat Kazmanlı, Mustafa Ürgen	
EFFECTS OF Zn, Ni, Bi, In AND Co ON THE ELECTRICAL RESISTIVITY OF Sn–Ag–Cu SOLDER	600
Uğur Büyük and Sevda Engin	
MICROSTRUCTURAL, MECHANICAL AND ELECTRICAL CHARACTERIZATION OF DIRECTIONALLY SOLIDIFIED AL-SI-MG EUTECTIC ALLOY	601
Yusuf KAYGISIZ, Necmettin MARAŞLI	
MEASUREMENT AND COMPARISON OF CONTACT ANGLE OF Sn-3Ag AND Sn-0,3Ag-0,7Cu ALLOYS ON Cu SUBSTRATE	602
Ahmet Mustafa Erer	
BETON KARIŞIMLARINDA UÇUCU KÜLLERİN VE ÇİNKO CEVHER ATIĞININ KULLANIMI.....	603
Lütfü ARSLAN, Büşra SAĞLAR, Osman TOPRAKÇI, Şerife AYCAN, Merve Nur BAĞIRAN, Zahide BAYER ÖZTÜRK	
SPECTROSCOPIC STUDY OF POLYVINYL ALCOHOL (PVA)	604
Tuba Özdemir Öge, Firdevs Banu Özdemir	
EFFECT OF Fe DOPING ON STRUCTURAL, OPTICAL AND SURFACE PROPERTIES OF TiO ₂ FILMS	605
Müge Soyleyici Cergel, Ferhunde Atay, Idris Akyuz and Banu Erdogan	
COBALT SULFIDE/CARBON NANOTUBE CATALYZED HYDROGEN EVOLUTION AT LIQUID/LIQUID INTERFACES	606
Gizem Yanalak, Emre Aslan, İlker Akin, and Imren Hatay Patir	
THEORETICAL MODEL COMPARISON FOR THE TOTAL PROTON REACTION CROSS SECTION CALCULATIONS	607
Halim Büyüksulu, Firdevs Banu Özdemir, Tuba Özdemir Öge	
THE SYNTHESIS OF NANOCRYSTALLINE VANADIUM DIOXIDE ELECTRODE FOR SOLAR CELL APPLICATION	608
Seher Cetin, Hasan Gocmez, Mustafa Tuncer	

NANO-GRAPHENE OXIDE AS AN ADSORBENT FOR REMOVAL OF DYE FROM WASTEWATER	609
Aydın HAŞIMOĞLU, Zeynep İLBAY CİĞEROĞLU, Oğuz Kaan Özdemir	
PRODUCTION OF POROUS Ni-RICH NiTi ALLOY COMPACTS PREPARED BY POWDER METALLURGY METHOD.....	610
Sinan Aksöz, Ümit Demir, Hakan Ada, Bülent Bostan	
SYNTHESIS OF NiO/ZnO NANOCOMPOSITE PARTICLES BY ULTRASONIC SPRAY PYROLYSIS (USP) METHOD.....	611
Duygu Yeşiltepe Özçelik and Sebahattin Gürmen	
EFFECT OF TIN AMOUNT ON CUTTING FORCES AND SURFACE ROUGHNESS DURING MICROMILLING THREE DIFFERENT MgSn ALLOYS	612
Kubilay ASLANTAŞ, Özgür ÖZGÜN, Ali ERÇETİN	
AISI D3 SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN CNC DİKEY İŞLEME MERKEZİNDE FARKLI TAKIM YOLU STRATEJİLERİ İLE İŞLENMESİNİN YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜNE ETKİSİ	613
Üsame Ali USCA ve Mahir UZUN	
HIGH TEMPERATURE MECHANICAL PROPERTIES OF FRICTION STIR PROCESSED ALUMINUM METAL MATRIX COMPOSITE.....	614
Ali Hosseinzadeh and Guney Guven Yapici	
THE PREPARATION OF TiO ₂ -Nb ₂ O ₅ PHOTOELECTRODE BY GEL AND SUPERCRITICAL SOLUTION METHODS FOR DYE SENSITIZED SOLAR CELL	615
Seher Cetin, Hasan Gocmez, Mustafa Tuncer	
THEORETICAL INVESTIGATION OF ELECTRONIC AND OPTICAL PROPERTIES OF Cr AND Cr-N DOPED ANATASE TiO ₂	616
Veysel Çelik and Ersen Mete	
PHYSICAL PROPERTIES OF DIRECTIONALLY SOLIDIFIED Al-Si-Bi ALLOY.....	617
A.Aker and H. Kaya	
EFFECTS OF STEEL SLAG ADDITION ON THE PHYSICAL AND MICROSTRUCTURAL PROPERTIES OF PORCELAIN TILES	618
Suna Çetin and Özgür Cengiz	
EFFECT OF METAL COATED DIAMOND ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF METAL MATRIX COMPOSITES.....	619
Halit SÜBÜTAY, Mehmet ŞİMŞİR	
PHYSICAL PROPERTIES OF THE CdO FILMS OBTAINED BY ELECTRODEPOSITION AT DIFFERENT CATHODIC POTENTIALS.....	620
Barış ALTIOKKA and Ayça KIYAK YILDIRIM	
CHARACTERIZATION OF CrN COATING ON DIN 1.2379 AND DIN 1.2842 COLD WORK TOOL STEELS BY PHYSICAL VAPOR DEPOSITION	621
Selim KORKMAZ, Mehmet ŞİMŞİR, Mehmet KUL	
FARKLI SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN MİKROYAPI VE SERTLİĞİNİN İNCELENMESİ	622
Bilge DEMİR, Ömür YAZICI, Aytekin KURT, Muhammed ELİTAŞ	
AZ31 POWDER PRODUCTION AND CHARACTERIZATION BY GAS ATOMIZATION METHOD	623
Kamal Mohamed Em Akra, Mehmet Akkaş, Tayfun Çetin, Mustafa Boz	

REMOVAL OF METHYLENE BLUE FROM AQUEOUS SOLUTION USING ACTIVATED CARBON PRODUCED FROM HAZELNUT SHELL.....	624
Nihan KAYA, Zeynep YILDIZ and Selim CEYLAN	
TERMİK SANTRALLERDE KULLANILAN P91 KALİTE KAYNAKLI ÇELİKLERİN YÜKSEK DEĞERLİ ISIL İŞLEMİ SONRASI MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ	625
Levent ELEN, Yavuz SUN, Bünyamin ÇİÇEK	
THE ELEMENTAL AND STRUCTURAL ANALYSIS OF ARCHAEOLOGICAL FINDINGS: OYLUM HOYUK CASE REPORT.....	626
Aydoğan BOZKURT, Derya BOZKURT, Ali ÖZER, Atilla ENGİN	
SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN FARKLI PARAMETRELER ALTINDA ABRASİF AŞINMA DAVRANIŞI	627
Bilge DEMİR, Ömür YAZICI, Aytekin KURT, Muhammed ELİTAŞ	
THE STANDARDIZATION IN AGRICULTURAL IRRIGATION EQUIPMENTS.....	628
M. Cüneyt BAĞDATLI	
SURFACE ANALYSIS OF LOCALIZED CORROSION OF BRACKET OF LANDING GEAR OF AIRCRAFT	629
Yusuf Er	
YÜZEYİ 1100 °C DE CrC KAPLANMIŞ GGG70 DÖKME DEMİRİN AŞINMA DAVRANIŞIN	630
İlyas SOMUNKIRAN, Mustafa KANDIRAN, Bülent KURT and Vahdettin KOÇ	
INVESTIGATION OF THE PROPERTIES OF CERAMIC TILE SURFACES PREPARED BY SOL-GEL METHOD	631
Melek GÜNER, Zahide BAYER ÖZTÜRK	
AISI D6 SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİĞİNİN YÜZEYİNİN TRD METODU İLE MODİFİKASYONU.....	632
Lutfullah ÖZDOĞAN, Bülent KURT, Cemal ÇARBOĞA, Khangardas ASGAROW	
THE INVESTIGATED OF USING IN A DIESEL ENGINE OF SAFFLOWER BIODIESEL	633
İlker Örs, Murat Ciniviz, Ali Kahraman, Bahar Sayın Kul	
THE SYNTHESIS AND DETERMINATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF METAL OXIDE-REINFORCED HYDROXYAPATITE BASED CERAMIC COATINGS	634
Mehmet TOPUZ, Serap G. KOÇ, Burak DİKİCİ, Mitsuo NIINOMI, Masaki NAKAI, Hakan YILMAZER	
BIOMEDICAL β -TYPE Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr ALLOYS: IMPORTANCE, FABRICATION AND THERMOMECHANICAL TREATMENTS	635
Hakan Yilmazer and Mitsuo Niinomi	
EFFECTS OF Si CONTENT AND DIFFERENT CRITICAL ANNEALING PARAMETERS ON TRIP STRUCTURE PRODUCTION.....	636
Öznur DİNCEL, Bilge DEMİR, Samet ŞERAS	
IN-VITRO CORROSION RESPONSES OF BIOACTIVE HYBRID COATINGS.....	637
Burak DİKİCİ, Mitsuo NIINOMI, Mehmet TOPUZ, Serap G. KOÇ, Hakan YILMAZER, Masaki NAKAI	
HEAT TREATMENT AND CHARACTERIZATION OF BORON ADDED AISI 4140 (42CrMo4) QUENCHED & TEMPERING STEEL AT DIFFERENT RATES	638
Pınar ATA ESENER, Cemal ÇARBOĞA, Serkan DAL	

THE EFFECT OF CARBON CONTENT ON MECHANICAL PROPERTIES OF TRIP STEELS.....	639
Samet ŞERAS, BİLGE DEMİR, Öznur DİNCEL	
THE EFFECT OF THE ELECTRODE TYPE ON TENSILE PROPERTIES OF THE RESISTANCE SPOT WELDED JUNCTIONS OF DP STEEL	640
Hüseyin KARAKUŞ, Bilge DEMİR, Öznur DİNCEL	
SOL-GEL BIOACTIVE COATINGS ON β -TYPE TITANIUM ALLOYS FOR IMPROVEMENT OF BIOCOMPATIBILITY: CELL CULTURE RESPONSE	641
Mehmet TAŞPINAR, Mehmet TOPUZ, Serap G. KOÇ, Burak DİKİCİ, Veysel Yüksek, Mitsuo NIINOMI, Masaki NAKAI	
INVESTIGATION OF Al-NaCl AND Fe-NaCl RATIOS IN OPEN PORE STRUCTURES.....	642
Yusuf Er	
THE SELECTION OF MATERIAL TO USE IN SPOILER DESIGN BY MULTI-CRITERIA DECISION METHOD	643
Bilal DEMİREL, Ercan SENYİGİT, Nursena ULUER, Serkan KILICTEK, Fehim SARUHAN, Emre Can SIMSEK	
$Sn_{91.2-x}Zn_{8.8}Ag_x$ ALAŞIMLARININ TERMO-ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ.....	644
M. Şahin, E. Çadırılı	
CALCIUM FERRITE FOULING IN FLUIDIZED BED COAL BOILER – THE EFFECT OF SILICA CONTENT IN FLY ASH.....	645
Yıldırım İ. Tosun	
COMPARISON AND STUDY OF THE EFFECT OF DIFFERENT STORAGE METHODS ON THE THERMAL INSULATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF LIGHT BLOCKS WITH HYDROPHOBIC SILICA AEROGEL AND FLY ASH.....	646
Issra Al ZAIDI, Bilal DEMİREL, Cengiz Duran ATIŞ	
ÖTEKTİKÜSTÜ $Sn-3Cu$ ALAŞIMINDA MİKRO SERTLİK VE TERMO-ELEKTRİK ÖZELLİKLERİN İNCELENMESİ	647
E. Üstün ve E. Çadırılı	
OTOMOTİVDE KULLANILAN ULTRA YÜKSEK MUKAVEMETLİ SAC METAL MALZEMELERİN ILIK ŞEKİLLENDİRİLMESİNDE ŞEKİLLENDİRME SICAKLIK ARALIĞININ TESPİTİ.....	648
Nuri ŞEN, İlyas UYGUR, Yakup Okan ALPAY	
ELECTRICAL AND OPTICAL CHARACTERISTICS OF Au/PTB7:PCBM/n-Si HETEROJUNCTION SCHOTTKY BARRIER DIODE.....	649
H. Muzaffer ŞAĞBAN, Tuğba ÖZDEMİR, Özge TÜZÜN ÖZMEN	
IMPROVE SUPER THERMAL INSULATION OF LIGHT CONCRETE BLOCKS USING AEROGEL AND ENHANCED BY NANO SILICA.....	650
Issra Al ZAIDI, Bilal DEMİREL, Cengiz Duran ATIŞ	
USAGE OF PUMICE STONE IN THE PRODUCTION OF NOISE INSULATION MATERIALS.....	651
Serkan Sahinkaya	
DEVELOPMENT OF FEEDSTOCK FOR TITANIUM BASED BONE IMPLANT PRODUCTION BY METAL INJECTION MOLDING METHOD	652
*Levent URTEKİN	

INFLUENCE OF NONIONIC SURFACTANTS ON THE MORPHOLOGY OF SnO ₂ NANOPARTICLES AND INVESTIGATION OF THEIR GAS SENSING PROPERTIES.....	653
Filiz Boran and Sevil Çetinkaya	
THE EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF POROUS TiNbZr ALLOY	654
Mehmet Kaya, Fahrettin Yakuphanoğlu, Ömer Çakmak	
THERMODYNAMICS OF SHAPE MEMORY ALLOYS.....	655
Ömer Çakmak, Mehmet Kaya	
ANTIBACTERIAL PROPERTIES OF ELECTROSPUN POLYETHYLENE TEREPHTHALATE/TOURMALINE NANOFIBROUS MATS.....	656
Şerife ŞAFAK and Esra KARACA	
UNDERSTANDING THE STRUCTURAL PROPERTIES OF CdTeSe NANOPARTICLES FOR SOLAR CELL APPLICATIONS	657
Mustafa KURBAN and İskender MUZ	
EFFECT OF POWDER CONTENT ON MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS OF Fe-Cr-B-C COATING ON AISI 1020 COATED WITH PTA WELDING METHOD	658
Cihan ÖZEL and Turan GÜRGENÇ	
COMPARISON OF THE PYROELECTRIC COEFFICIENTS OF PVDF-TRFE POLYMER AFTER CORONA POLING BY NEEDLE, WIRE AND MULTI-WIRE GEOMETRIES	659
Aydın Rüşen, Tunay Tansel, Selmin Ener Rüşen	
NITRIDING OF INCONEL 713 LC SUPERALLOY VIA FLUIDIZED BED	660
Mine Yucel, Faiz Muhaffel and Huseyin Cimenoglu	
PREPARATION, STRUCTURAL AND MORPHOLOGICAL CHARACTERIZATION OF BISMUTH TITANATE NANO POWDERS	661
Handan Aydın and Cihat Aydın	
THE RELATIONSHIP BETWEEN ELECTRICITY CONSUMPTION AND CARBON DIOXIDE EMISSION: HIERARCHICAL STRUCTURE METHODS.....	662
Seyma Akkaya Deviren and Bayram Deviren	
PROCESSING ROUTE - PROPERTY RELATIONS OF AISI 304 ALLOY AFTER CONSTRAINED GROOVE PRESSING.....	663
Zeynel Guler and Guney Guven Yapici	
THE INVESTIGATION OF PHASE TRANSFORMATION BEHAVIOURS OF NICKEL-RICH NiTi ALLOY	664
Mehmet Kaya, Tuğba Yıldız Saygılı, Ömer Çakmak	
THE EFFECT OF REINFORCED GRAPHENE-BORON NITRIDE NANOSHEETS TOGETHER ON PROPERTIES OF COMMERCIAL ZnO.....	665
Seval Hale Güler, Ömer Güler	
PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF LEUCITE BASED OPAQUE PORCELAINS FUSED TO METALS FOR DENTAL RESTORATIONS.....	666
Gözde Tünaydın, Aylin Ziyilan, Mücahit Sütçü	

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF UNIDIRECTIONAL SOLIDIFIED Al-Si-xNi (x = 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 (wt.)) ALLOYS	667
Ayşe Yavuz , Sevda Engin, Uğur Büyük	
THE SPECTROSCOPIC STUDY OF HYPERICIN MOLECULE	668
Tuba Özdemir Öge, Halil Gökce	
OPTICAL POWER CALCULATIONS OF OPHTHALMIC LENSES	669
Tuba Özdemir Öge, Firdevs Banu Özdemir, Halim Büyüksulu	
PHOTOLUMINESCENT PROPERTIES OF Ce ³⁺ -ION DOPED Sm ₂ Ti ₂ O ₇ PYROCHLORE	670
Erkul KARACAĞLU , Esra ÖZTÜRK	
MECHANICAL AND ELECTRICAL PROPERTIES OF Ag, Sn AND Zn ADDITIVE ELEMENTS ON Al-Cu EUTECTIC ALLOY	671
Aynur AKER, Fehmi NAİR, İsmail YIDIRIM, Hasan KAYA	
EFFECTS OF THE MOLARITY OF THE DEPOSITION SOLUTION COMPOSITION ON CdO FILMS OBTAINED BY ELECTRODEPOSITION	672
Ayça KIYAK YILDIRIM , Barış ALTIOKKA	
THE EFFECT OF CURVATURE AND FOAM PROPERTIES ON IMPACT RESPONSE OF CURVED SANDWICH PANELS WITH GRADED FOAM.....	666
Uğur ÖZMEN and Buket OKUTAN BABA	
IMPACT RESISTANCE OF CURVED SANDWICH PANELS WITH DIFFERENT FOAM MATERIALS.....	667
Uğur ÖZMEN and Buket OKUTAN BABA	
POSTERS/POSTERLER	
STRUCTURAL AND NANO HARDNESS BEHAVIOUR OF EXPANDED AUSTENITE LAYERS ON AUSTENITIC STAINLESS STEEL	676
Refika Dal, Özgün Karataş , Orhan Öztürk	
THE INFLUENCE OF BORON ON MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF Fe-Cr-C HARD FACING COATINGS.....	680
Hülya DURMUŞ, Nilay ÇÖMEZ, Melis YURDDAŞKAL, Uğur ÇALIGÜLÜ	
THE EFFECT OF MECHANICAL MILLING TIME ON THE PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE ZA27/GRAPHITE NANO-COMPOSITES.....	683
Onur Güler, Hamdullah Çuvalcı, Müslim Çelebi , Aykut Çanakçı	
THE EFFECT OF MILLING TIME ON THE MORPHOLOGY AND SIZE OF THE ZA27 BASED COMPOSITE POWDERS	687
Onur Güler, Hamdullah Çuvalcı, Müslim Çelebi , Aykut Çanakçı	
STRUCTURAL AND OPTICAL PROPERTIES OF Cu AND Ni DOPED Zn FERRITES WITH COMPARING EACH OTHER	690
Tuğba Şaşmaz Kuru , Mehmet Kuru	
AUTOMATIC PACKAGING SYSTEM IN STEEL PROFILE ROLLING MILL	694
Atakan İPEKKAN, Orhan AKYOL, Metehan BACAĞSIZ, Ömer BAYRAKLI, Didem KILIÇ	

INVESTIGATION OF EFFECT T4, T5, T6 AGING HEAT TREATMENT ON THE HOT-PRESSED AZ91 MAGNESIUM ALLOY.....	698
Naşide DARÇIN, Melike GÜRLER, Ramazan ÇITAK, Ahmet GÜRAL, Hanifi ÇİNİCİ, Uğur Gökmen	
THE EFFECT OF DEPOSITION CYCLES ON THE NO GAS SENSING CHARACTERIZATION OF NANOSTRUCTURE Zn _{0.75} Sn _{0.25} O FILMS	703
Irmak Karaduman, Tuğba Çorlu, Memet Ali Yıldırım, Aytunç Ateş, Selim Acar	
POWDER INJECTION MOULDING OF 316L FEEDSTOCKS PREPARED WITH BINDER SYSTEM BASED ON DIFFERENT RATIOS POLYPROPYLENE.....	707
Uğur Gökmen, Arif Uzun, Halil Karakoç, Ruziye Çamkerten, Hanifi Çinici	
PPB LEVEL NO GAS DETECTION USING Zn _{0.90} Ni _{0.10} O films WITH DIFFERENT CONTACT MATERIAL.....	712
Ali Orkun Çağırtekin, Hakan Sural, Irmak Karaduman, Memet Ali Yıldırım, Aytunç Ateş, Selim Acar	
INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF 42CrMo ₄ ALLOY CASTING APPLIED.....	716
Ufuk TAŞCI , Hakan GÖKMEŞE , Bülent BOSTAN	
EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF AA2014 / SiC COMPOSITE MATERIALS PREPARED BY POWDER METALLURGY METHOD.....	721
Hakan GÖKMEŞE, Ufuk TAŞCI, Bülent BOSTAN	
ELECTRODE PERFORMANCE OF CoB FILMS AS ANODE MATERIALS FOR LI-ION BATTERIES.....	725
Nilüfer KÜÇÜKDEVECİ, Mustafa ANIK	
CATALYTIC CONVERTERS.....	726
Bilal DEMİREL , Fatih AKKURT , Mahmut Sait DOĞAN , Yasin ŞAFAK , Müzeyyen TAN	
EFFECT OF ELECTROSPINNING PROCESS PARAMETERS ON THE MORPHOLOGY, THE WATER WETTING PROPERTY AND DYE ADSORPTION PROPERTY OF POLY(METHYL METHACRYLATE) NANOFIBER MATS	727
Özcan Köysüren , Hafize Nagehan Köysüren	
INVESTIGATION OF SILICON DOPED TiO ₂ COATED OF GLAZED CERAMIC TILE SURFACE PROPERTIES	728
Melek GÜNER ^a , Zahide BAYER ÖZTÜRK	
PROCESSING AND SURFACE CHARACTERIZATION OF POLY(VINYL ALCOHOL) NANOFIBER MATS.....	729
Hafize Nagehan Köysüren , Özcan Köysüren	
THERMAL AND SPECTROSCOPIC CHARACTERIZATION OF NATURAL AND CATION EXCHANGED CLINOPTILOLITE	730
Aytaç Günal , Burcu Erdoğan Alver	
AB INITIO STUDY OF STRUCTURE AND ELASTIC PROPERTIES OF YAl AND YAl ₂	731
Tahsin Özer, Muhammet Karataşlı , Süleyman Çabuk	
MECHANICAL CHARACTERIZATION OF POLYVINYLIDENE FLUORIDE (PVDF) ELECTROSPUN NANOCOMPOSITE FIBERS	732
Hatice Aylin KARAHAN TOPRAKÇI, Derya MUTLU , Ozan TOPRAKÇI	
A NONENZYMATIC HYDROGEN PEROXIDE SENSOR BASED ON (3-AMINOPROPYL) TRIETHOXYSILANE FUNCTIONALIZED REDUCED GRAPHENE OXIDE	733
Muhammet Guler, Vedat Turkoglu	

ALTERNATIVE ENERGY RESOURCES and ENVIRONMENT.....	734
Şennur Merve YAKUT	
FORMATION OF TRIANGULAR NANOPORES ON GALLIUM ARSENIDE BY ELECTROCHEMICAL ETCHING AND CARRIER RECOMBINATION LIFETIME MEASUREMENT VIA FLIM	735
H. Yüngeviş, E. Özunal, S. Açıkgöz	
MODIFICATION AND INCREASING PORE SIZE OF MONTMORILLONITE BY PHYSICAL AND CHEMICAL PROCESSES	736
Ülkü Demirci, Feza Geyikçi	
THERMOMECHANICAL PROCESSING AND ITS EFFECTS ON MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF β -TYPE Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr ALLOY	737
Mazin Salah Abed, Hakan Yilmazer, Mitsuo Niinomi, Güven Yapıcı	
BONE CHINA SİRLARINDA REÇETE BİLEŞENLERİNİN PARTİKÜL TANE BOYUTLARININ METAL İZİ OLUŞUMUNA ETKİSİ.....	738
Fazilet GÜNGÖR, Berda ALTUN	
A DETAILED STUDY ON THICKNESS CALCULATION OF (Cu, Al, In)-DOPED SnO ₂ THIN FILMS USING A SIMPLE ANALYSIS METHOD.....	739
Sibel Gürakar, Tülay Serin	
EFFECT OF DIFFERENT BORONIZING COMPOSITIONS ON THE FORMATION OF BORIDE LAYER ON SAE 1020 STEEL	740
İlyas TÜRKMEN, Emre YALAMAÇ	
EuBa ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _{9-x} CERAMIC ADDITIVE ON MICRO-STRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF POLYVINIL ALCOHOL (PVA).....	741
Zeynep Güven Özdemir, Banu Süngü Mısırlıoğlu, Baki Aksakal, Berk Tırnakçid, Yavuz Salte, and Cenk Denктаş	
PRELIMINARY STUDY ON MINERALOGY AND FLUID INCLUSION PROPERTIES OF THE KAMAN (KIRSEHIR, TURKEY) IRON DEPOSIT.....	742
Ayşe Orhan	
PREPARATION OF TiO ₂ NANOTUBE/ZnO NANOROD VIA ELECTROCHEMICAL METHOD AND ITS APPLICATION IN HYDROGEN PRODUCTION.....	743
Evrin BARAN, Gökmen SIĞIRCIK	
IMPROVEMENT OF DESIGN AND PROPERTIES OF INSULATION BRICK.....	744
Bilal DEMİREL, Fatih AKKURT, Abdullah Şafak AKBAŞ, Sergen YILMAZ, Yusuf Can ARDAHANLILAR, Emre YURTSEVEN	
A COMPOSITE MATERIAL BASED ON NANOPARTICLES OF ZINC OXIDE FOR THE SELECTIVE AND SENSITIVE ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF AGMATINE	745
Hilal İNCEBAY	
AN ALTERNATIVE COPPER ALLOY FOR WIRE MESH WELDING.....	746
Tuba Özeren, Feriha Birol	
PRODUCTION OF IN-SITU FORMED hBN-SiC COMPOSITES AND THEIR CHARACTERISATION BY USING TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY TECHNIQUES.....	747
Servet Turan, Zuhul Yılmaz, Umut Savaci, Nuran Ay	

TEMPERATURE DEPENDENT DIELECTRIC PROPERTIES OF $\text{Eu}_x\text{Bi}_{1-x}\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{6.5}$ ($x=0, 0.3, 0.5$) CERAMIC COMPOSITES	748
Mehmet KILIÇ, Zeynep Güven ÖZDEMİR, Yaşar KARABUL, Orhan İÇELLİ	
SODIUM SILICATE/WOLFRAM GLASSY COMPOSITES: INVESTIGATION OF SHIELDING AND DIELECTRIC PARAMETERS	749
Yaşar KARABUL, Mehmet KILIÇ, Zeynep Güven ÖZDEMİR, Mustafa Çağlar, Orhan İÇELLİ	
DOĞAL HAMMADDE KULLANIMIYLA ÇİNİ BÜNYELER İÇİN BAKIR ESASLI RENKLİ SIR ÜRETİMİ	750
Eda Taşçı, Keriman Pekkan, Veli Uz	
STUDY OF THE COLOUR VARIATION OF DIFFERENT GLAZE TYPES BY USING MIXTURE OF PIGMENTS BASED ON A TRIAXIAL DIAGRAM.....	751
Keriman Pekkan, Eda Taşçı, Kadir Öztaş	
PHYSICAL AND CHEMICAL CHARACTERISATION OF MONTMORILLONITE.....	752
Gediz UGUZ, Feza GEYİKCI	
ELECTROCHEMICAL CHARACTERIZATION OF $\text{LiFe}_x\text{Mn}_{1-x}\text{PO}_4/\text{C}$ COMPOSITE NANOFIBERS FOR LITHIUM-ION BATTERIES	753
Ozan Toprakci, H. Aylin Karahan Toprakci	
CuCoNiBe ALAŞIMINA UYGULANAN YAŞLANDIRMA ISIL İŞLEMİNİN MEKANİK VE AŞINMA ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ.....	754
Yavuz Sun, Duran Yücel, Ceren Efe, Hayretin Ahlatçı, Yunus Türen, Mehmet Ünal	
AN EXPERIMENTAL STUDY ON INHIBITION EFFECT OF ASPIRIN ON COPPER IN 0.5M HYDROCHLORIC ACID SOLUTION	755
S. G. Sagdinc, F. Kayadibi, S. Zor	
RECYCLING OF WASTE ENGINE OIL WITH CATALYST	756
Barbaros Atmaca, Feza Geyikçi	
DETERMINATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF SINGLE LAYERED GRAPHENE SHEETS USING ATOMIC-SCALE FINITE ELEMENT METHOD	757
Ozcan Sener, Ahmet Emin Senturk, Alp Er S. Konukman, Ahmet Sinan Oktem	
PREPARATION OF GRAPHENE NANOPATELET/UIO-66 NANOCOMPOSITE FOR REMOVAL OF 2,4-D	758
Elaf Abdelillah Ali Elhussein, Selin Şahin, Şahika Sena Bayazit	
ON THE STRUCTURAL PROPERTIES OF MARTENSITIC AND AUSTENITIC STAINLESS STEELS PREPARED BY POWDER METALLURGY	759
Ayşe Nur ACAR, Abdul Kadir EKŞİ, Ahmet EKİCİBİL	
REMOVAL OF CIPROFLOXACIN ANTIBIOTIC USING ZIRCONIUM BASED METAL ORGANIC FRAMEWORKS	760
Elaf Abdelillah Ali Elhussein, Selin Şahin, Şahika Sena Bayazit	
NANOSTRUCTURED ZnO PREPARED BY SPIN COATING TECHNIQUE: OPTICAL and STRUCTURAL PROPERTIES	761
Gökmen SİĞİRCİK, Tunç TÜKEN	
NAPROXEN ADSORPTION ON GRAPHENE NANOPATELET/UIO-66	762
Selin Şahin, Elaf Abdelillah Ali Elhussein, Şahika Sena Bayazit	

FARKLI MAGNEZYUM İÇERİKLİ ALÜMİNYUM ALAŞIMLARININ KOROZYON ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ.....	763
Yavuz Sun, Semih KÜÇÜKKÖR, Hayretin Ahlatçı, Yunus Türen, Koray TURBALIOĞLU	
MECHANICAL PROPERTIES OF AS-CAST AND HOT-ROLLED AM60-XTİ MAGNESIUM ALLOYS	764
Yunus Turen, Huseyin Zengin, Yavuz Sun, Hayrettin Ahlatci, Mehmet Ünal	
FABRICATION OF SOL-GEL DERIVED HFO ₂ THIN FILMS.....	765
S. Kol, A. Y. Oral	
THIOSEMICARBAZONE CHITOSAN DERIVATIVE AND ITS METAL COMPLEXES: PREPARATION, CHARACTERIZATION AND ANTIMICROBIAL ACTIVITY.....	766
Fatma KARİPCİN , Nurhan BİLEN	
INVESTIGATION OF AU AND PD COATED METAL / POROUS SILICON / SILICON STRUCTURES	767
S. Güler, Ç. Oruç	
INVESTIGATION OF SHIELDING PROPERTIES: SODIUM SILICATE/KUFEKI GLASSY STRUCTURE	768
Ayşe Evrim BULGURCUOĞLU, Yaşar KARABUL, Mehmet KILIÇ, Mustafa ÇAĞLAR, Zeynep Güven ÖZDEMİR, Orhan İÇELLİ	
FLEXIBLE SEBS NANOCOMPOSITES AND THEIR MECHANICAL BEHAVIOUR UNDER STEPWISE STRAIN TESTING.....	769
Hatice Aylin KARAHAN TOPRAKÇI, Kevser ÖZDEMİR, Ozan TOPRAKÇI	
NANO-GRAPHENE OXIDE AS AN ADSORBENT FOR ISOLATION OF DRUG FROM WASTEWATER.....	770
Zeynep İLBAY CİĞEROĞLU, Aydın HAŞİMOĞLU, Oğuz Kaan Özdemir	
SAMPLE PRODUCTION AND CHARACTERIZATION PROCESS WITH ECAP METHOD.....	771
Ümit Demir, Ahmet Güral, Sinan Aksöz	
A NEW ANTIBACTERIAL POLYMER FIBERS CONTAINING [BIS(2-AMINO-5-NITROPYRIDINE)DICHOROCOBALT(II)] METAL COMPLEXES.....	772
Derya KILIC, Fatih Mehmet EMEN, Ruken Esra DEMIRDOGEN, Tuncay YEŞİLKAYNAK, Zehra ALTIN, Şinasi AŞKAR	
PREPERATION OF LUMINESCENT MESOPOROUS Sr ₂ MoO ₅ :EU@MCM-41 COMPOSITE.....	773
Ali İhsan Karaçolak, Fatih Mehmet EMEN, Ruken Esra DEMIRDOGEN, Zeynep Yıldırım, Derya Kılıç, Göktürk Avşar	
A STUDY ON THE FABRICATION OF TiNi/SiCp ALLOYS BY PM METHOD AND ITS CHARACTERIZATON	774
Kerim Emre ÖKSÜZ, Mehmet ŞİMŞİR, Hülya AKKAN	
ELECTRONIC PROPERTIES OF CO ₃ O ₄ NANOCUSTER FROM DENSITY-FUNCTIONAL CALCULATIONS..	775
İskender MUZ , Mustafa KURBAN	
UÇUCU KÜL KATKILI CAM FİBER TAKVİYELİ METAKAOLENDEN GEOPOLİMER KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ.....	776
Okay Çalışkan, Turgay TEHÇİ , Fatih ÇALIŞKAN	
SELECTIVE AND SENSITIVE FLUORESCENT TURN ON CHEMOSENSOR FOR DETECTION OF CO ₃ ²⁻ ANIONS IN AQUEOUS SOLUTION.....	777
Sukriye Nihan Karuk Elmas, Furkan Özen, Kenan Koran, Ahmet Orhan Görgülü, Serkan Erdemir, İbrahim Yılmaz	

GRAPHENE DOPED HYDROXYAPATITE CERAMICS FOR BIOTECHNOLOGICAL APPLICATIONS	778
A.Dere	
THERMO-OXIDATION OF POLYPROPYLENE CONTAINING PRO-OXIDANT.....	779
F. Djerada - Larfi, K.K. Bentifour , F. Rezgui , S. Kaddour	
WHEEL RIM DESIGN	780
Bilal DEMİREL , Fatih AKKURT Fazilet AYKIR , Seda Gülin KARA , H.Duygu YAŞAR , Barbaros VATANSEVER	
EFFECT OF CATION EXCHANGE PROCESS ON SPECTROSCOPIC PROPERTIES OF CHABAZITE.....	781
Aytaç Günel ¹ and Burcu Erdoğan Alver ²	
MORPHOLOGICAL AND OPTICAL CHARACTERIZATION OF HEXAGONAL GALLIUM ARSENIDE ROD-LIKE MICROSTRUCTURES PREPARED BY ELECTROCHEMICAL ETCHING	782
H. Yüngeviş, E. Özunal, S. Açıkgöz	
DÜŞÜK ENERJİ İLE PORSELEN ÜRETİMİNDE ORTAKLAS TANE BOYUT VE DAĞILIMININ PROSES PARAMETRELERİNE VE NİHAİ ÜRÜN ÖZELLİKLERİNE OLAN ETKİSİNİN İNCELENMESİ.....	783
Fazilet GÜNGÖR, Nuran AY	
DIELECTRIC SPECTRA OF COPPER FERRITE/COPPER OXIDE NANO COMPOSITES.....	784
Zeynep Güven Özdemir, Mehmet Kılıç, Banu Süngü Mısırlıoğlu, Öznur Çakır, Naime Didem Kahya	
LDPE/ PP COMPOSITES: DIELECTRIC AND MECHANICAL PROPERTIES UNDER LOW LEVEL RADIATION	785
Mehmet KILIÇ, Ümit ALKAN, Zeynep Güven ÖZDEMİR, Yaşar KARABUL Mustafa ÇAĞLAR, Orhan İÇELLİ	
MECHANICAL AND DIELECTRIC CHARACTERIZATION OF POLYPROPYLENE/BASALT FILMS UNDER GAMMA-RAY IRRADIATION.....	786
Yaşar KARABUL, Ümit Alkan, Mehmet KILIÇ, Zeynep Güven ÖZDEMİR,Orhan İÇELLİ	
EFFECTS OF VARIOUS SALTS ON ¹⁷ O NMR LINE-WIDTH AND SPIN-LATTICE (T1) RELAXATION TIME OF WATER.....	787
Gokhan DIKMEN, Ozgur ALVER	
ENHANCE OF THE RADIATION SHIELDING PERFORMANCE OF CONCRETE WITH KUFEKI STONE ADDITIVE	788
Ayşe Evrim BULGURCUOĞLU, Mustafa ÇAĞLAR, Yaşar KARABUL, Mehmet KILIÇ,Zeynep Güven ÖZDEMİR, Orhan İÇELLİ	
A DUAL-RESPONSE COUMARINE-BASED FLUORESCENT CHEMOSENSOR FOR THE DETECTION OF COPPER (II) IONS.....	789
Sukriye Nihan Karuk Elmas, Kevser AYDIN, Furkan Özen, Kenan Koran,Ahmet Orhan Görgülü, İbrahim Yılmaz	

OPTIMIZATION OF HIP PROSTHESIS

KALÇA PROTEZİ TASARIMI

Bilal DEMİREL^a, Fatih AKKURT^b, Burak PEHLİVANLI^a, Mustafa ERDEM^a, Kamil ÖRDEK^a

^aErciyes Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Kayseri, TÜRKİYE, E-posta: bilaldemirel@erciyes.edu.tr

^bUlusal Bor Araştırma Enstitüsü, Ankara, TÜRKİYE, E-posta: fatih@boren.gov.tr

Özet

Eklem protezi, sadece ortopedide değil, genel tıp alanında devrim niteliğinde olan prosedürlerden biridir. Hastaların yaşam kalitesini artırmada bu kadar başarılı bir yeniliğe çok az rastlanmaktadır. Eklem replasmanına gereksinim duyan hasta sayısı ve genç hastaların bu nüfustaki oranı her geçen gün artmaktadır. Tahmini yaşam süresinin artırılması doktorlar ve protez üreticileri için ulaştırılması gereken yeni hedeflerdir. İlk protes tasarımlarında stabilite elde edebilmek için hareketlilikten bir miktar vazgeçmek gerekmektedir. Kısıtlayıcı modellerin kullanımı sonucu yüklerin doğrudan kemik implant komşuluğuna aktarılması komponent gevşemesi ile sonuçlanmıştır. Hastanın ihtiyaçlarına göre sağlamlık ve esneklik arasında belli bir denge sağlanmalıdır. En yeni implant modelleri her hasta için en ideal çözüm olmayabilir. Hastanın gereksinimleri ve implant arasında uyum olmalıdır. İdeal bir protez, hareketliliği feda etmeden stabiliteyi sağlamalıdır. Yeni modellerin tasarımları sürtünme ve aşınmayı azaltmayı hedeflemektedir. Aşınma ürünleri eklem boşluğunda birikmekte ve eklem sıvısının basıncı ile kemik-implant arası boşluklara itilmektedir. Bu maddelerin yol açtığı yabancı doku reaksiyonu osteolize ve component gevşemesine neden olur. Bu problemin aşılması amacıyla düşük aşınma oranlarına ve düşük reaktiviteye sahip yeni materyaller geliştirilmektedir. Kemik-implant bütünleşmesini artırmak için kemik gelişimini tetikleyen gözenekli metaller kullanılmaya başlanmıştır. Bu çalışmanın temeli kalça protezi tasarım ve malzeme optimizasyonunun doğrulanması ve aynı zamanda iyileştirilme yapılmasıdır. Kalça protezi, belirli standartlarına göre yapılmaktadır. Bu kapsamda, bunlara alternatif malzemeler belirlenmiş ve bu malzemeler, "ECHIP" yazılımının verdiği optimizasyon değerleri ışığında simülasyon programlarında test edilerek en optimum malzeme ve uygunluk derecesi saptanmıştır.

Anahtar kelimeler: Komponent tasarımı; Kalça protezi; İmplant; Aşınma

Abstract

Joint prosthesis is not only an orthopedics but a revolutionary procedure in general medicine. It is very rare to find such a successful innovation in increasing the quality of life of patients. The number of patients requiring joint replacement and the proportion of young patients on this population is increasing day by day. Increasing the estimated life span is a new goal to be

reached for doctors and prosthetists. In order to obtain stability it was necessary to give up some amount of mobility in initial prosthesis designs. The use of restrictive models has resulted in component relaxation of the resulting loads directly into the adjacent bone implant. A certain balance must be provided between strength and flexibility according to the needs of the patient. The latest implant models may not be the ideal solution for every patient. The patient's needs must be compatible with the implant. An ideal prosthesis should provide stability without sacrificing mobility. The designs of the new models aim to reduce friction and abrasion. Abrasion products accumulate in the joint space and it is pushed into the gap between the bone and implant with joint liquid pressure. Foreign tissue reaction caused by these substances leads to osteolysis and component relaxation. In order to overcome this problem, new materials with low abrasion rates and low reactivity have been developed. To increase bone-implant integration, porous metals that trigger bone development have come into used. The purpose of this study is to verify the design and material optimization of hip prosthesis and to make improvement as well. The hip prosthesis is made according to certain standards. In this context, alternative materials have been identified as alternatives and these materials were tested in simulation programs in the light of the optimization values given by "ECHIP" software and the optimum material and conformity level were determined.

Keywords: Component design, Hip prosthesis, Implant, Abrasion

1. Giriş

Kalça protezi (KP) uygulamasında amaç; ağrıyı gidermek ve işlevleri artırmaktır. Doğru endikasyonlar içerisinde uygulanan başarılı cerrahi teknik, KP uygulamalarında mükemmel sonuç elde edilmesinde temeldir. Bununla birlikte uygun malzeme ve tasarım özelliklerine sahip implant kullanılması KP uygulamasında başarıyı artırır. Günümüzde farklı malzeme ve tasarım özelliklerine sahip birçok protez geliştirilmiştir. Seçilen implantın tasarım ve malzeme özellikleri, protezin basit, üretilebilir, ucuz, güvenilir ve uzun ömürlü olmasına olanak vermelidir. Cerraha yeterince seçenek sunabilmeli ve teknik zorluk çıkarmamalıdır. Uygulama sırasında mümkün olduğunca az kemik rezeksiyonu gerektirmelidir. Kurtz ve ark. [1] Ulusal İstatistik Enstitüsü verilerine dayanarak 2011 yılında tüm artroplastilerin %50'den fazlasının 65 yaş altı hastalara uygulanacağını hesaplamışlardır. 2030 yılında ise genç hastaların KP olgularının %52'sini oluşturacağı

öngörülmüştür. Bu rakamlar daha genç ve beklentisi daha yüksek bir hasta grubuyla karşılaşılacağını ve uzun ömürlü implant üretimi için protez tasarımı ve implant özelliklerine her zamankinden daha fazla önem verilmesi gerektiğini göstermektedir.

İdeal bir protez güç kalkanı etkisini (stressshielding) önleyecek kadar esnek, primer stabilite sağlayacak kadar da sert olmalıdır. Protezin yüzey kaplaması kemikle temas sonrası aşınmayacak dayanıklılıkta olmalıdır. Modüler bileşenler optimal uyum ve primer stabiliteyi aynı anda sağlamalı ve cerrahi tekniğe uygun olmalıdır. Protez uygulamasında başarısızlığın en önemli nedeni osteoliz, enfeksiyon ve çıktıktır. Cerrahi tekniğe ve implant seçimine dikkat edilmesi ile doğacak kötü sonuçlar azaltılabilir. Bu üç ana neden dışında protez başarısına etki eden minör etkenler de vardır. Yetersiz rehabilitasyon, kemik kalitesinin kötü olması ve DVT bunlardan bazılarıdır.

Modern KP uygulamasının öncüsü olan John Charnley'in 1958 yılında kemik çimentosunu geliştirmesi, bu ameliyatın daha kolay ve güvenilir uygulanmasını sağlamıştır. Kemik kalitesi kötü olan yaşlılarda, osteoporozlu veya kronik enflamatuvar hastalıklı olgularda KP uygulamasında kemik çimentosu kullanımı optimal primer stabiliteyi sağlar. Fakat kemik çimentosunun mekanik ve biyolojik yönden kısıtlı olduğu unutulmamalıdır. Çimento kemik implant yüzeyleri arasında yapıştırıcı bağlantı oluşturmaz, onun yerine boşluk doldurucu görevi görür. Isınan çimentonun yarattığı nekrotik kemik dokusu osteoklastik rezorpsiyon ile uzaklaştırılır ve yeni kemik dokusu daha önce bulunmadığı yerlerde şekillenir[2].

Çimentolu KP uygulamalarının orta dönem izlemlerinde özellikle asetabuler bileşenlerde aseptik gevşeme, kemiğin lokal lizisi ve gevşemenin hızlanması "çimento hastalığı" gelişmesine bağlanmış, alternatif tespit yöntemlerinin araştırılmasına neden olmuştur.[3] Konak kemiği koruyan ve biyolojik tespite olanak sağlayan çimentosuz implantlar ile özellikle aktif, genç yaşta olgularda aseptik gevşeme oranı azaltılabilmiş ve başarılı KP sonuçları elde edilmiştir. Fakat bu implantlar ile de gevşeme ve lokal lizis meydana gelmiştir ancak sorunun çimentodan değil, kemikte oluşan ve fizyolojik olmayan yük dağılımından kaynaklandığı ortaya çıkmıştır. Daha önce "çimento hastalığı" olarak adlandırılan bu durum bugün "güç kalkanı etkisi" olarak tanımlanmaktadır.

Charnley ilk KP uygulamalarında düşük sürtünme katsayısına sahip olan teflonu asetabuler bileşen için kullanmış, ancak aşınma oranının beklenenden yüksek olması nedeniyle 1962 yılında sürtünme katsayısı teflona göre beş kat daha yüksek olan ancak aşınmaya 500-1000 kat daha dayanıklı olan yüksek yoğunluklu polietilen (PE) bileşeni geliştirmiştir. İlk uygulamalarda yüksek başarılı sonuçlar elde edilmesine karşın uzun dönem izlemlerde %24-60 oranında gevşeme olduğu bildirilmiştir[4-6]. Çimentolu asetabuler bileşen uygulaması sonrası asetabulum medial duvarı ve superiorkansellöz kemikte kompresif kuvvetler, periferik subkondral kemikte ise tensil kuvvetler arttığı belirtilmiştir. Bu olumsuzlukları önlemek amacıyla daha sert bileşen uygulamasının,

gelen stresleri çevre dokuya dağıtıp çimento ve subkondral kemikte yorgunluğa bağlı gelişen yetmezliği engelleyebileceği düşünülerek çimentolu asetabuler bileşenlerin arka yüzeyine metal arkalık eklenmiştir. Ancak bu bileşenlerin de klinik olarak anlamlı iyileştirme sağlamadığı ifade edilmiştir [7].

2. Deneysel Çalışmalar

Deneysel çalışmalar için öngörülen kalça protezinin kullanılan malzemeler içerisinde kendi tutarlılığına bakılarak elde edilen veriler Çizelge 1'de görülmektedir. Elde edilen bu veriler AHP yöntemi ile analiz edilerek malzemenin hangi kriterinin daha önemli olduğunun kıyaslanması yapılmıştır.

Çizelge 1. Kullanılan malzemelerin özellikleri

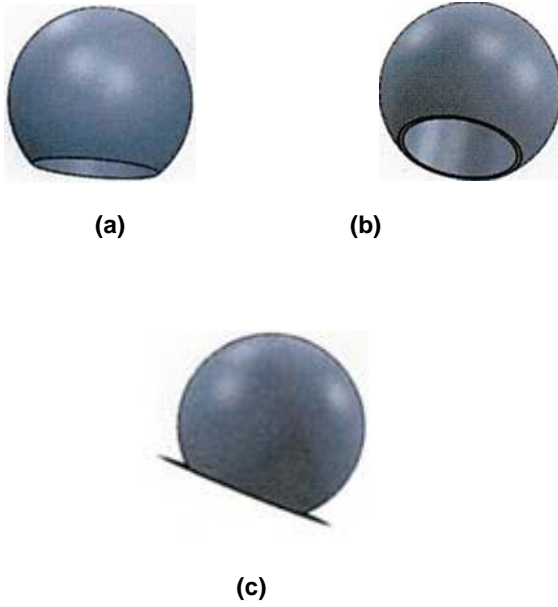
Malzeme	Poisson Oranı	Elastik Modülü	Basma Mukavemeti (MPa)	Kopma Mukavemeti (GPa)	Bio Uyumluluk
Kobalt Krom Alaşımı	0,30	0,08	440	80	1
Ticari Saf Titanyum	0,35	0,05	270	36	1
Nikel Krom Alaşımı	0,26	0,1	255	65	1
Titanyum Alaşımı	0,35	0,18	275	36	1

2.1. Modelleme Çalışmaları

Bu çalışmada kalça protezinin simülasyona dayalı boyut optimizasyonu hedeflenmektedir. Kalça protezinde insanın hareketlerinden kaynaklı belli bir basınç altında meydana gelecek deformasyon ve implanta yani kalça protezine farklı bölgelerden farklı gerilmeler basınç uygulanarak kalça protezi üzerinde oluşacak gerilme analizlerini ANSYS VVorkbench 14.5 simülasyon programından yararlanılarak yapılmıştır. SOLIDWORKS 2014 simülasyon programından yararlanılarak da kalça protezi tasarlanmıştır.

2.1.1. Bilgisayar Destekli Piston Modellemesi

Kalça protezi tasarımı yapılırken SOLIDWORKS programından yararlanılarak modelleme yapılmış olup Şekil 1'de sonuçlara ait görüntüler yer almaktadır. Bunlara ilave olarak, Şekillere ilişkin veriler Çizelge 2'de sunulmaktadır.

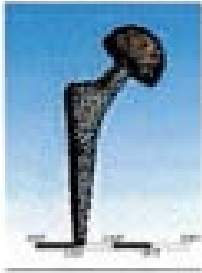


Şekil 1. Modellemeye ait sonuçlar

Şekil	Baş Çapı (mm)	HMWPE Kalınlığı (mm)	Yuva Dış Çapı (mm)
(a)	20	2/2,5/3	44
(b)	22	2/2,5/3	44
(c)	24		44

2.2. Kalça Protezinin (Mesh) Geometrisi ve Boyutu

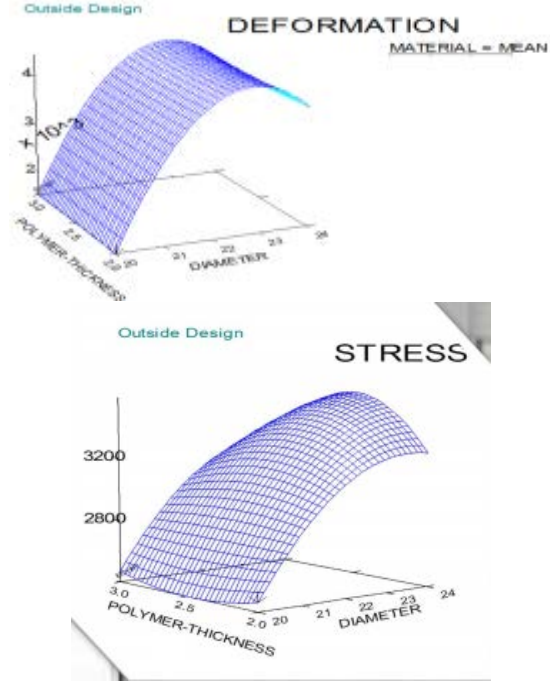
SOLIDWORKS programı ile modellenen parça STEP AP214 formatına çevrilmiş daha sonradan ANSYS VVorkbench 14.5 programına aktararak analizler yapılmıştır. Kalça protezin yüzeyinde oluşturulan sıcaklık ve deformasyon büyüklüklerinin hesaplanması için parçanın düğümlere bölünmesi gerekmektedir. Uygun bir örgü geometrisi(mesh) ve boyutları, doğru sonuçlar elde etmek için önemlidir. ANSYS birçok örgü geometrisi(mesh) seçeneği sunmaktadır. Şekil 2'de görülmekte olan meshli kalça protezinde Fine kullanarak oradaki analiz ve deformasyonlar gözlemlendi ki buda deformasyon olayının 470 kat atırılmasıyla oluşur.



Şekil 2. Meshli kalça protezi

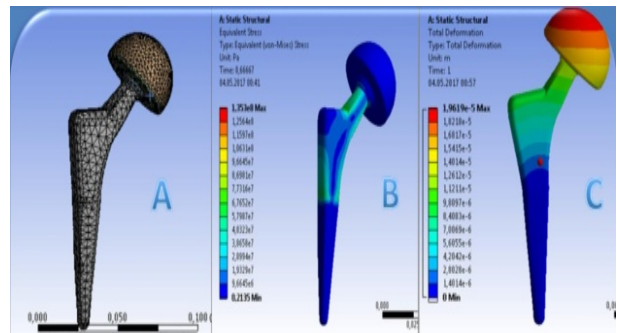
3. Sonuçlar ve Tartışma

Elde edilen deney sonuçlarının ECHIP 7 programına girilip analiz edilmesiyle Şekil 3' deki gibi bir yüzey oluşturuldu. Elde edilen ECHIP sonuçlarıyla seçilen malzemeleri kriterlerin doğruluğu teyit edildi.



Şekil 3. ECHIP programından elde edilen sonuçlar

Bunlara ilaveten, ANSYS programı kullanılarak elde edilen sonuçlarda Şekil 4'de sunulmaktadır. Şekilde yer alan A resminde mesh atılmış parça görülmekte olup, B resminde stres bölgelerinin oluştuğu ve C resminde ise parçada deformasyonların varlığı görülmektedir.



Şekil 4. ANSYS programından elde edilen sonuçlar

Sonuç olarak; seçilen "Nikel/Kobalt" alaşımı ve 2mm "Uhmwpe" polimeri kullanılması en optimum sonuçlar vereceği "ECHIP" ile tespit edilmiştir.

4. Kaynaklar

- [1] Kurtz, S; Ong, K; Lau, E; Mowat, F; Halpern M, Projections of primary and revision hip and

- knee arthroplasty in the United States from 2005 to 2030. *J Bone Joint Surg [Am]*, 89, 780-785, 2007.
- [2] Görgeç, M; Öztürk, I; Aksoy, B; Bombacı, H, *Ortopedi ve Travmatoloji Dergisi*. TOTDER; İstanbul, 2005.
- [3] Jones, LC; Hungerford, DS, Cement disease. *Clin Orthop Relat Res*, 225, 192-206, 1987.
- [4] Callaghan, J J; Salvati, E A; Pellicci, PM; Wilson, PD Jr; Ranawat, CS; Results of revision for mechanical failure after cemented total hip replacement, 1979 to 1982. A two to five-year follow-up. *J Bone Joint Surg [Am]*, 67, 1074-1085, 1985.
- [5] Charnley J, *Low friction arthroplasty of the hip: theory and practice*, Berlin Springer Verlag, 1979.
- [6] Schulte, KR; Callaghan JJ; Kelley SS; Johnston, RC, The outcome of Charnley total hip arthroplasty with cement after a minimum twenty-year follow-up. The results of one surgeon, *J Bone Joint Surg [Am]*, 75, 961-975, 1993.
- [7] Dalstra, M; Huiskes, R, The influence of metal backing in cemented cups, *Proceedings of the 37th annual meeting of the Orthopedic Research Society*, Anaheim CA, p. 272, 1991.

THE EFFECT OF INDUCTION SURFACE HARDENING ON ABRASIVE WEAR BEHAVIOR OF GGG40 CAST IRONS

GGG40 DÖKME DEMİRLERİN ABRASİF AŞINMA DAVRANIŞI ÜZERİNE İNDÜKSİYONLA YÜZEY SERTLEŞTİRME İŞLEMİNİN ETKİSİ

Uğur ÇALIGÜLÜ^a, Mustafa TÜRKMEN^b, Hülya DURMUŞ^c, Uğur GENÇSOY^a, Remzi KALLI^a

^a Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Elazığ-Türkiye, ucaligulu@firat.edu.tr, ugur_gencsoy@hotmail.com, remzikalli@gmail.com

^b Kocaeli Üniversitesi, Hereke Meslek Yüksekokulu, Makine ve Metal Teknolojileri, Kocaeli-Türkiye, msturkmen@gmail.com

^c Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Müh. Bölümü, Muradiye, Manisa-Türkiye, hlydurmus@gmail.com

Özet

Bu çalışmada, GGG40 küresel grafitli dökme demirlere (KGDD) indüksiyonla yüzey sertleştirme işleminin; mikroyapıya, sertliğe ve aşınma davranışına olan etkileri araştırılmıştır. Bu amaçla; GGG40 KGDD numunelere 900 °C de 0.90 dk ilerleme hızında indüksiyonla yüzey sertleştirme ısı işlemi uygulanmıştır. GGG40 KGDD numunelerde indüksiyonla yüzey sertleştirme ısı işlemi sonrası meydana gelen yapısal değişimlerini belirlemek için, geleneksel parlatma yöntemi ile temizlenip parlatıldıktan sonra; Optik Mikroskop, SEM, EDS ve X-ray analizleri yapılmıştır. Ayrıca malzemelerin yüzeyinden Vickers sertlik skalası kullanılarak (HV) mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. Aşınma deneyleri; 10, 20, 30 N yük uygulanarak, 8 m ve 15 m yol mesafesi kullanılarak 320 ve 800 mesh zımparayla düşey dönel hareket sergileyen aşınma deney makinasında yapılmıştır. Numunelerin aşınma yüzeyleri SEM mikroskobuyla incelenirken, malzemelerdeki aşınma kaybı değerleri ölçülmüştür. Yapılan incelemeler sonucunda; indüksiyonla yüzey sertleştirme ısı işleminin deney numunelerinin abrasif aşınma dayanımlarını ve yüzey sertliklerini arttırdığı tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: GGG40, Abrasif Aşınma, İndüksiyonla Yüzey Sertleştirme, Mikrosertlik, Mikroyapı.

Abstract

In this study, the effects of surface hardening process with induction to the GGG40 spheroidal graphite cast irons (SGCI) on the microstructure, hardness and wear behaviors were investigated. For this purpose; surface hardening heat treatment with induction was applied at 0.90 min feed rate at 900 °C to GGG40 SGCI samples. In order to determine the structural changes in GGG40 SGCI samples occurring after the surface hardening heat treatment with induction process, Optic microscope, SEM, EDS and X-ray analysis were performed after cleaning and polishing it with the conventional polishing method. Microhardness measurements were also made on the surfaces of the materials by using the Vickers hardness scale (HV). Wear tests were carried out in a wear testing machine presenting vertical rotational motion with 320 and 800 mesh sandpaper by using 8 m and 15 m distance under 10, 20, 30 N load. While examining the wearing

surfaces of the samples in SEM microscope, the wear loss values in the materials were measured. As a result of the examinations, it was found that surface hardening heat treatment with induction increased the abrasive wear resistances and surface hardness of the test samples.

Keywords: GGG40, Abrasive Wear, Induction Surface Hardening, Microhardness, Microstructure.

1. Giriş

Küresel grafitli dökme demirler (KGDD), çeliğin mekanik özelliklerine ve dökme demirin üretim özelliklerine sahip bir malzeme grubu olarak tanımlanmıştır. KGDD'ler, gri dökme demirlerden yaklaşık iki kat daha fazla mukavemete sahip olup, çeliğe göre çok daha kolayca dökülebilmektedir. Üstelik üretimindeki büyük maliyet avantajı, kullanım alanını hem çelik hem de diğer dökme demirlere göre her geçen gün biraz daha genişletmiştir. Günümüzde küresel grafitli dökme demirler özellikle otomotiv endüstrisinde başarıyla kullanılmaktadır. Küresel grafitli dökme demir teknolojisinin gelişmesine bağlı olarak, KGDD'in mekanik özelliklerini daha da geliştirme yolları aranmıştır. Ancak, yapılan çalışmalarda, grafit küreselden başka bir morfoloji kazandırmanın imkânsız olduğunun anlaşılması, araştırmacıları mekanik özellikleri, matriksin modifikasyonu yoluyla geliştirmek için çalışmaya itmiştir [1].

İndüksiyonla yüzey sertleştirme parçanın tamamında sertlik istenmediği durumlarda kullanılan alternatif bir ısı işlem türüdür. İndüksiyonla yüzey sertleştirme işlemi, şekil 2.2 de görüleceği gibi iş parçasının yüzeyini hızlı bir şekilde östenitik şartlara ısıtma ve sert martensitik katman dönüşmesi için ani soğutma yapılan bir işlemidir. Soğutma ortamı olarak su veya yoğunluğu ayarlanmış yağ kullanılır. Bu sayede parçaların istenen bölgeleri sertleştirilirken diğer bölgeler ise yumuşak kalır. Suda sertleştirme ısıtılmış çelik parçanın soğutulmasında en yüksek soğuma hızı parça ve su arasındaki sıcaklık farkının en yüksek olduğu durumda değil, bu aradaki farkın 350 ila 400°C olduğunda görülür. Suda görülen bu durum yağ gibi diğer sıvılarda da 400°C geçerlidir. Su ile sertleştirme yağ ile sertleştirmeye göre üç kat daha fazla iyi sertleştirir. Suda sertleştirme endüstride kullanılan en etkili ve en yaygın sistemdir, çünkü ekonomik ve kolaydır. Yağda sertleştirme yağın soğutma gücü suyun 1/3'ü kadardır. Suda ve yağda

soğutmanın yanı sıra nadiren de olsa havada da soğutma yapılır [2]. İndüksiyonla yüzey sertleştirme işlemi genellikle otomotiv sektöründe, dişli çark, krank mili, şaft gibi malzemelerin yüzeyinin sertleştirilmesinde kullanılır. Ayrıca düşük karbonlu çeliklerin ve dökme demirlerin mekanik özelliklerini istenilen duruma getirdiği için bu yöntem tercih edilmektedir [3].

Torun, yapmış olduğu çalışmalarda perlitik yapıya sahip KGDD' leri indüksiyonla yüzey sertleştirme işlemine tabi tutmuş ve su vererek sertleştirmiştir. Aşınma deneyleri sonucunda sertlik değerlerinde ki artış ile orantılı olarak ağırlık kaybının azaldığını gözlemlemiştir [4]. Çetin, yaptığı çalışmalar neticesinde 900 °C'de östenitlenen ferritik ve perlitik yapıya sahip KGDD'lerin tüm östempereleme sıcaklıklarında (250, 320, 370 ve 400 °C) Östenitleme süresinin artışına bağlı olarak sertliğin arttığını ve aşınma kayıplarının da sertlikteki artışa bağlı olarak azaldığını gözlemlemiştir [5]. Kuş, GGG40 ferritik yapıya sahip KGDD'in aşınma direncini iyileştirmek amacıyla farklı sıcaklıklarda östempereleme ısısal işlemi yapmıştır. Östempereleme ısısal işleminin numunelerin sertliğini arttırdığını ve bu sertlik artışına bağlı olarak aşınma kaybında azalma olduğunu gözlemlemiştir [6]. Karaman, GGG40 KGDD'lere yapmış olduğu tavlama ısısal işlemi sonucunda sertlik değerinin numunenin çapına bağlı olarak değiştiğini görmüştür. Döküm durumundaki numunelerde sertlik değerleri çaptaki artışa bağlı olarak azalmakta iken tavlama ısısal işlemi sonucunda bu durumun değiştiğini ve numune çapındaki azalmaya bağlı olarak sertliğinde azaldığını gözlemlemiştir [7]. Ayday, KGDD'lerde yüzey özelliklerinin geliştirilmesi için yapmış olduğu çalışmalarda indüksiyonla sertleştirilen numunelerin yüzeylerinin martenzit yapıdan ve kalıntı östenitten oluştuğunu ve bu tabakanın yüzeyde eşit bir dağılım gösterdiği gözlemlemiştir [8]. Ovalı ve arkadaşları, GGG 40 ferritik KGDD'ler de östempereleme sıcaklığının yorulma davranışı üzerine yaptıkları çalışmalarda, farklı arakritik östenitleme sıcaklıklarından

düşük (315 °C) ve yüksek (375 °C) östempereleme sıcaklıklarında östemperelemiş numunelerde yorulma dayanımlarının artan ösferrit hacim oranı ile numunelerin yorulma limitleri arttığını gözlemlemiştir [9]. Okay ve arkadaşları KGDD' ler üzerine yaptıkları çalışmalarda östempereleme ısısal işlemi ile numunelerin sertliklerinin arttığını ve metal-metal aşınma deneylerinde aşınma direncinin numunenin sertliği ile doğru orantılı olarak arttığı tespit edilmiştir [10]. Karataş ve arkadaşları yaptıkları çalışmalarda asiküler küre grafitli G.G.G-60 dökme demirin üretiminde ısısal işlem sıcaklıklarının mikroyapıya etkisini incelemişler ve mikroyapı incelemeleri ile sertlik verileri sonuçlarına göre ideal homojenleştirme sıcaklığının 900 °C olduğu ve soğutma esnasında beynitik yapı oluşumu için 350-400 °C sıcaklık aralığının seçilmesinin martensit oluşumu olmadan en verimli beynitik oluşum sonucu olacağı kanaatine varmışlardır [11]. Oktay yapmış olduğu çalışmalarda GGG70 sınıfı alaşımlı KGDD'lere östempereleme ve indüksiyonla sertleştirme ısısal işlemlerinin etkilerini araştırmış ve numunelerin yorulma dayanımlarının yüzey sertliğindeki artışla birlikte doğru orantılı olarak arttığını gözlemlemiştir [12]. Akray GGG40 kalite KGDD numunelere uyguladığı östenitleme, östempereleme, borlama, borlama sonrası östempereleme ısısal işlemlerinin numunelerin aşınma kayıplarına etkisini incelemiştir. Yaptığı aşınma testleri sonucunda en az

aşınma kaybının borlanıp östemperelemiş numunede olduğunu tespit etmiştir [1]. Hasırcı yaptığı çalışmalar da östempereleme süresindeki artışa bağlı olarak sementit oluşumunun olduğunu bu durum sonucunda darbe dayanımı ve uzamada azalma görülürken çekme, akma dayanımı ve de sertlikte artış meydana geldiğini gözlemlemiştir [14]. Kılıçlı KGDD'lerde östempereleme süresine bağlı olarak ösferritin mikrosertliğinin değiştiğini gözlemlemiştir. Yaptığı deneysel çalışmalarda östempereleme süresi 120 dk ya kadar sertliğinin azaldığını 120 dk'dan sonra ise sertliğin arttığını gözlemlemiştir [15].

Bu çalışmada; GGG40 KGDD numunelere 900 °C de 0.90 dk ilerleme hızında uygulanan indüksiyonla yüzey sertleştirme ısısal işleminin; sertlik, mikroyapı ve aşınma davranışına etkisi araştırılmıştır.

2. Materyal ve Metod

2.1. Deney Numunelerinin Hazırlanması

İşlem öncesi ticari olarak dökümü gerçekleştirilmiş 30 mm çapında 120 mm uzunluğundaki KGDD deney numuneleri CNC torna tezgâhında işlenerek; 10 mm çapına ve 100 mm uzunluğa getirilerek deneye uygun hale getirilmişlerdir (Şekil 2.1). Kullanılan GGG40 KGDD numunesinin kimyasal özellikleri Tablo 2.1'de, fiziksel özellikleri Tablo 2.2'de, mekanik özellikleri ise Tablo 2.3'de verilmiştir.



Şekil 2.1. GGG40 deney numunesinin makro resmi

Deneylerde kullanılacak numuneler 2 grupta incelenmiştir. Bu gruplar;

1. Döküm durumundaki küresel grafitli dökme demir GGG40 (Isıl işlem görmemiş),
2. İndüksiyon ısısal işlemini uygulanmış parçalar.

Tablo 2.1. GGG40 Küresel Grafitli Dökme Demirin Standart Kimyasal Kompozisyonu

%	C	Si	Mn	S	P
GGG40 Standart	3,4-3,85	2,3-3,1	0,1-0,3	0,2 max	0,1max
GGG40 Deney Numunesi	3,550	2,457	0,159	0,014	0,028

Tablo 2.2. GGG40 Küresel Grafitli Dökme Demirin Fiziksel Özellikleri

Özgül ağırlık	7,2g/m ³
Tipik mikro yapı	En az %80 Ferrit
Elektrik iletkenliği	20-100 °C -36,5 watt / m °C
Termal genişleme katsayısı	20-100 °C -11,10 - 6 / m °C

Tablo 2.3. GGG40 Küresel Grafitli Dökme Demirin Mekanik Özellikleri

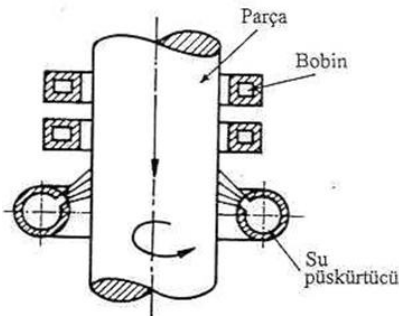
Çekme Mukavemeti	400 N/mm ²
Akma Mukavemeti	250 N/mm ²
Sertlik Değeri	160-190 HB
Elastik Modülü	165 N/mm ²
Yorulma Mukavemeti	220 N/mm ²

2.2. Isıl İşlemler

Döküm durumunda ki GGG40 kalite KGDD numunelerine indüksiyonla yüzey sertleştirme ısıl işlemi uygulanmıştır.

2.3. İndüksiyonla Yüzey Sertleştirme

Döküm durumundaki KGDD deney numunelerini, indüksiyon bobinleri içerisinden geçirerek yüzeyden merkeze doğru homojen olarak hızlı bir şekilde ısıl nüfuziyet elde edilmiştir. İndüksiyondan çıkan parça yüzeylerine su püskürtülerek parça yüzeyinden 1mm derinliğinde martensitik yapı oluşturulmuştur. Bu operasyonla, hedeflenen yüzeyden 1 mm derinliğe kadar martensitik yapının oluşumu sağlanmıştır. (soğutma sıvısı olarak su kullanılmıştır.) İndüksiyon işleminin şematik gösterimi şekil 2.2 de gösterildiği gibidir. Deney numuneleri termo indüksiyon firmasında 50kW indüksiyon makinesi ile 900 °C de 0.90 dk ilerleme hızında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.2: İndüksiyonla yüzey sertleştirme işleminin şematik gösterimi [12].

2.4. Metalografik İnceleme

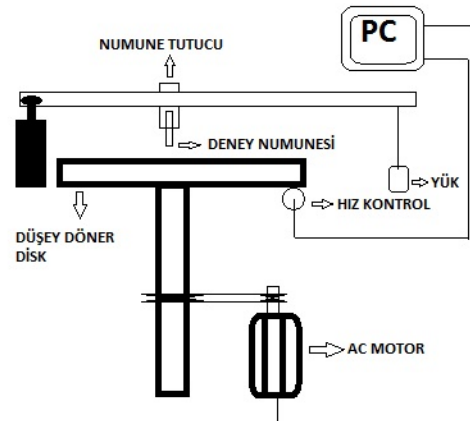
Döküm durumunda ki ve indüksiyonla yüzey sertleştirme işlemi uygulanan küresel grafitli dökme demir numuneler sırasıyla mikro yapılarını incelemek için 10X10 mm ölçülerinde kesilerek metalografik incelemeler yapılmıştır. Geleneksel temizleme ve parlatma yöntemi kullanılmış olup, sırasıyla 80, 120, 240, 500, 800 ve 1000 mesh zımpara ile zımparalandıktan sonra 3 µm'lik elmas pasta ile parlatılarak dağlamaya hazır hale getirilmiştir. Dağlama işlemi için % 2 Nital kullanılarak 2 sn süre ile dağlama yapılmıştır. Hazırlık işlemi tamamlanan numunelerin mikro yapılarını görüntülemek amacıyla her bir numune Nikon MA2000 optik mikroskobu ve JEOL marka JSM-7001F taramalı elektron mikroskobu ile inceleme yapılmıştır.

2.5. Mikrosertlik Testleri

Deney numunelerinin mikrosertliklerinin incelenmesi için döküm durumundaki KGDD numunelerle birlikte indüksiyonla yüzey sertleştirme işlemi uygulanmış numunelere eşit aralıklarla metalografik işleme tabi tutulmuş bölgelerinden 6 adet sertlik değeri alınmıştır. Sertlik deneyleri; EMCOTEST DuraScan marka mikrosertlik cihazında 50 gr yük uygulanarak, numunelerin tam orta ekseninden 1,3 mm aralıklarla ve 10 sn'lik yüklenme hızında gerçekleştirilmiştir.

2.6. Aşınma Testleri

Aşınma deneyi, deney numunesinin dönen bir disk üzerine sürtünmesiyle gerçekleştirilmektedir. Aşınma deneyi 3kW gücünde AC motorlu Simens marka aşınma cihazında aşınma deneyine tabi tutulmuştur (Şekil 2.3). Aşınma cihazı düşey dönel harekete sahip sertleştirilmiş tablaya sahiptir. Aşınma deneyinde numune üzerine etkiyen yük ve diskin dönme hızı kolaylıkla ayarlana bilinmektedir. Deneyler, oda sıcaklığında 1m/s sabit kayma hızında 10, 20, 30 N yük altında 15 ve 8 m kayma mesafesinde gerçekleştirilmiştir. Her bir numune için 2 ölçüm yapılmıştır. Aşınma deneyinde 320 ve 800 Mesh SiC zımpara kullanılmıştır. Aşınma deneyi yapılmadan hassasiyeti 0.0001 gr elektronik tartı ile tartılıp her numune aşınma işlemine tabi tutulduktan sonra alkol ile temizlenip tekrar tartılmıştır. Aşınma kayıpları kayıt altına alınmıştır.

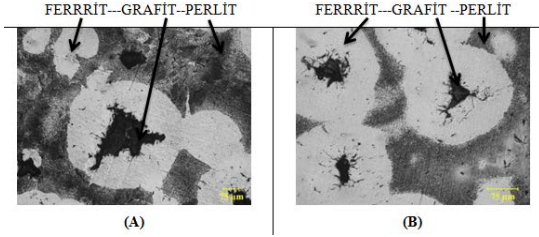


Şekil 2.3 Aşınma deney cihazı şematik gösterimi [5].

3. Deneysel Sonuçlar

3.1. Metalografik İnceleme Sonuçları

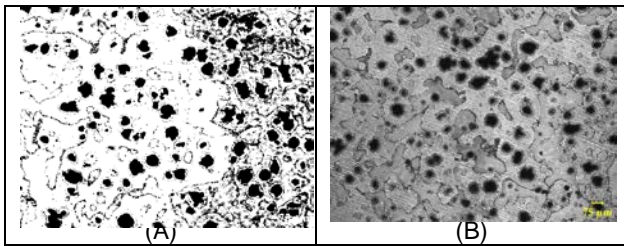
Bu deneyde kullanılan KGDD numuneleri Ferrit + Perlit matrisli mikro yapıları aşağıda Şekil 3.1'de verilmiştir. Aşağıdaki resimlerde de görüldüğü gibi malzemenin iç yapısının da Grafit etrafında Ferrit oluştuğu gözlemlenmektedir. Bu ferrit halkalarının yanı sıra diğer kısımlarda ise perlit oluşumuna rastlandığı tipik "dana gözü" yapısından oluştuğu görülmektedir



Şekil 3.1. Döküm durumunda KGDD (GGG40) numunelerinin mikro yapıları (A) ve (B) Perlitik KGDD (Dağlama: %2 Nital X200)

Mikro yapısı ferrit + perlit olan KGDD numuneler, 900 °C de 0.90 dk ilerleme hızında indüksiyonla yüzey sertleştirme ısıl işlemine tabi tutulmuş ve indüksiyonla yüzey sertleştirme işleminin bu numunelerin sertlik ve mikro yapıya etkileri incelenmiştir.

İndüksiyon numunesine ait mikroyapı fotoğrafı Şekil 3.2(A)'da belirtildiği gibidir. Resimde de görüldüğü gibi; indüksiyona uğrayan bölge ile içyapı arasında farklılık gözle görülür biçimde ortadadır. Resmin sol tarafı indüksiyona uğramış kısım da ısının etkisi ile martenzitik yapı oluşmuş ve dış kabuk kısmında sertliğin artmasına sebebiyet vermiştir. Diğer bölgede bir değişiklik gözlenmemekte ve yapı ferrit+ perlit içermektedir. Buradan da görülmektedir ki bu yapının iç kısmında sünek, dış kısmında ise sert bir yapı elde edilmiştir. İndüksiyon numunesinin mikro yapı fotoğrafları Şekil 3.2(B)'da gösterilmiştir [13].

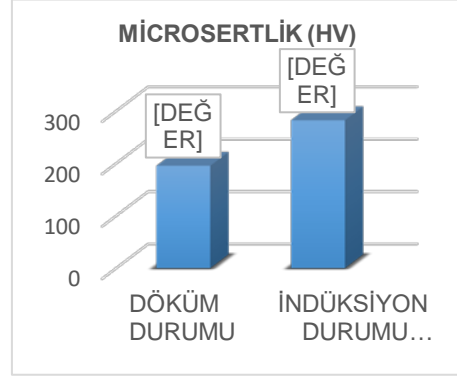


Şekil 3.2 İndüksiyon numuneleri (Dağlama: %2 Nital X50)

3.2. Mikro Sertlik Deney Sonuçları

Bu deneyde döküm durumundaki KGDD ile indüksiyon işlemine tabi tutulmuş KGDD numunelerin sertlik sonuçları Şekil 3.3 de verilmiştir. Grafikte verilen sonuçlara göre döküm durumundaki KGDD numunelerinin toplam ortalama sertlik değeri 195,73 HV, İndüksiyon numunelerinin toplam ortalama sertlik değeri 282,57 HV olarak tespit edilmiştir. Elden edilen bu verilere göre indüksiyon numunesinin sertliği, döküm durumundaki

KGDD göre %144,36 artmıştır. İndüksiyon numunelerinin sertlik değerleri, hem kabuğa yakın bölgelerden hem de iç bölgelerden alınarak oluşturulmuştur. Buradan da görülmektedir ki; kabuktaki sertleşmenin etkisiyle malzemenin ortalama sertlik değeri artmaktadır.



Şekil 3.3. KGDD ve ÖKGDD Numunelerin Ortalama Sertlik Değerleri

3.3. Aşınma yüzeylerinin incelenmesi

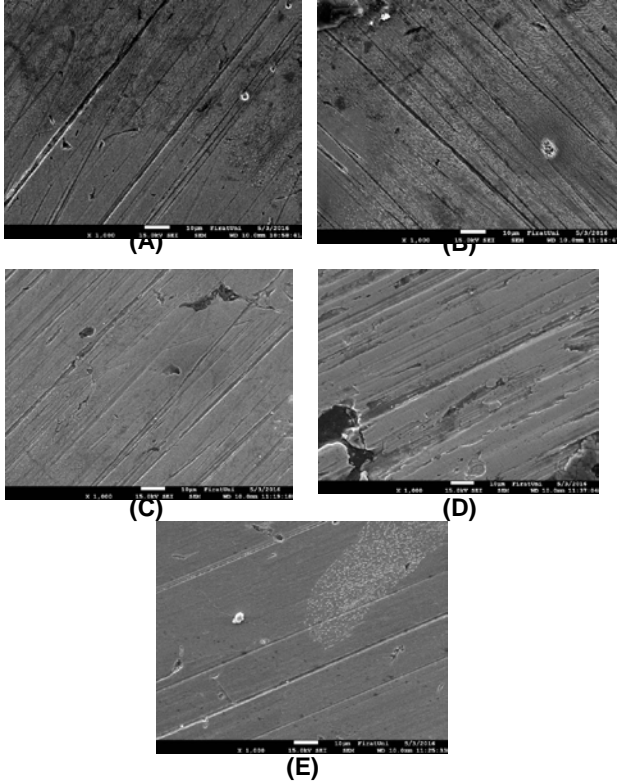
Aşınma deneyine tabi tutulan numunelerin SEM görüntüleri resimlerde verilmiştir. SEM görüntülerinden görüldüğü gibi; döküm durumundaki malzemelerin aşırı deformasyona uğradığı resimlerde görülmektedir. Döküm durumundaki KGDD ve indüksiyon işlemi uygulanmış KGDD aşınma deneyi sonuçları aşağıdaki tabloda verilmiştir. Döküm durumundaki KGDD malzemenin sürtünme katsayısı 10N yük altında 0,021-0,029 g aralığında, 20N yük altında 0,021-0,028 g aralığında ve 30N yük altında 0,029-0,031 g aralığında kütle kaybı tespit edilmiştir. İndüksiyon işlemi uygulanmış KGDD malzemelerin; sürtünme katsayısı 10N yük altında 0,001-0,008 g aralığında, 20N yük altında 0,003-0,014 g aralığında kütle kaybı ölçülmüştür. (Tablo 3.1). Sonuç olarak; indüksiyonla yüzey sertleştirme ısıl işleminin KGDD numunelerin aşınma dirençlerini arttırdığı tespit edilmiştir (Şekil 3.4– Şekil 3.5).

Tablo 3.1. Numunelerin 10,20 ve 30 N yük altında aşınma kayıpları

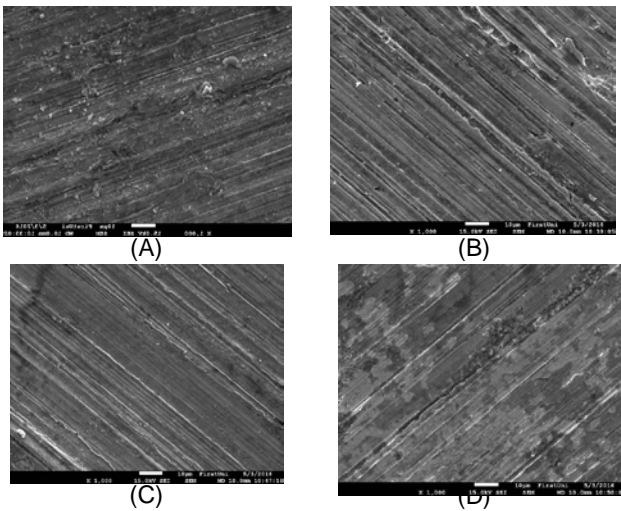
DENEY PARÇA NUMARALARINA GÖRE AŞINMA SONUÇLARI					
	1 NOLU PARÇA 10N 320 ZIMPARA	2 NOLU PARÇA 10N 800 ZIMPARA	3 NOLU PARÇA 20N 320 ZIMPARA	4 NOLU PARÇA 20N 800 ZIMPARA	5 NOLU PARÇA 30N 320 ZIMPARA
DÖKÜM DURUMUNDAKİ NUMUNELER İLK ÖLÇÜM	20,497	20,047	20,051	20,458	19,917
DÖKÜM DURUMUNDAKİ NUMUNELER 1. ZİMPARALAMA	20,473	20,026	20,03	20,431	19,888
DÖKÜM DURUMUNDAKİ NUMUNELER 2. ZİMPARALAMA	20,444	20,002	20,003	20,403	19,957
İNDÜKSİYON İLK ÖLÇÜM	18,558	18,298	18,569	17,628	-
İNDÜKSİYON 1. ZİMPARALAMA	18,553	18,293	18,555	17,625	-
İNDÜKSİYON 2. ZİMPARALAMA	18,545	18,292	18,546	17,621	-

Aşınma yüzeyleri incelendiğinde yüzeylerde mikro çatlak, mikro yarık, mikro oluk mekanizmaları oluşumu test yükünün artmasına bağlı olarak arttığı gözlemlenmiştir (Şekil 3.4– Şekil 3.5). Aşınma yüzeyleri incelendiğinde "ploughing" aşınma mekanizması karakteristiği taşıdığı ve

aşındırıcı zımpara boyutu arttıkça aşınma yüzeylerinin de kabalaştığı görülmüştür (Şekil 3.4– Şekil 3.5).



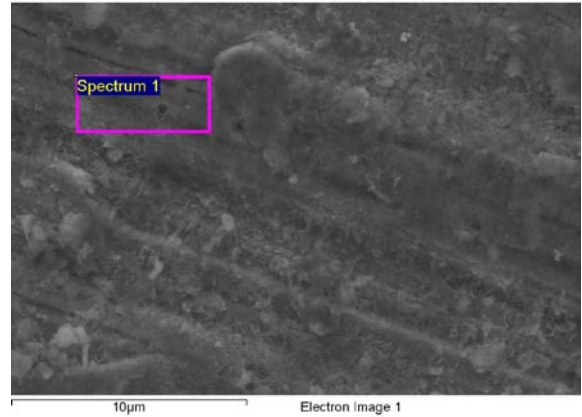
Şekil 3.4. 320 ve 800 Mesh zımpara üzerinde 8 ve 15 metre yol kullanılarak 10N, 20N, 30N yük altında aşındırılan döküm durumundaki KGDD numunelerinin aşınma SEM görüntüleri



Şekil 3.5. 320 ve 800 Mesh zımpara üzerinde 8 ve 15 metre yol kullanılarak 10N, 20N, 30N yük altında aşındırılan İNDÜKSİYON numunelerinin aşınma SEM görüntüleri

3.4. EDS Analizleri

Aşağıda indüksiyonla yüzey sertleştirme işlemine tabi tutulmuş GGG40 numunesinin aşınma testleri sonucunda 10µm uzaklıktan alınan EDS analiz grafiği (Şekil 3.6) görülmektedir. EDS analiz sonuçlarından da anlaşıldığı gibi alaşım elementleri %'lerinden deneylerde kullanılan malzemenin KGDD olduğu tespit edilmiştir. EDS analizi sonucunda; mikroyapıda %27.51 C, %0.04 Mg, %1.83 Si, % 70.52 Fe elementi tespit edilmiştir.



Element	% ağırlık	% atomik
C	27.51	53.24
Mg	0.04	0.05
Si	1.83	1.80
Fe	70.62	37.92
Totals	100	100

Şekil 3.6. İndüksiyon numunesinin aşınma yüzeyi EDS analiz grafiği.

4. Sonuçlar

- İndüksiyonla yüzey sertleştirme işlemine tabi tutulmuş GGG40 numunesinin aşınma testleri sonucu aşınma yüzeylerinden alınan EDS analizi sonucunda; kullanılan malzemenin KGDD olduğu ve mikroyapıda %27.51 C, %0.04 Mg, %1.83 Si, % 70.52 Fe elementi tespit edilmiştir.
- İndüksiyon numunelerinde ısının etkisi ile martenzitik yapı oluşmuş ve dış kabuk kısmında sertliğin artmasına sebebiyet vermiştir.
- İndüksiyon ile yüzey sertleştirme işlemine tabi tutulmuş numunelerin sertlik ortalamasının artması yüzeye yakın bölgelerden sertlik ölçümü yapılmasından dolayıdır. İndüksiyon numunesinin sertliği döküm durumundaki KGDD göre % 144,36 artmıştır.

4. İndüksiyon ile yüzey sertleştirme işlemine tabi tutulmuş numunelerin özellikle yüzeye yakın yerlerde aşınma kaybının az olduğu gözlemlenmiştir.
5. Kuru kayma şartları altında döküm durumundaki deney numunelerinde aşınma; yüzey adhesyonu ve plastik deformasyon şeklinde görülmektedir.
6. Döküm durumundaki KGDD malzemenin sürtünme katsayısı 10N yük altında 0,021-0,029 g aralığında, 20N yük altında 0,021-0,028 g aralığında ve 30N yük altında 0,029-0,031 g aralığında kütle kaybı tespit edilmiştir.
7. Sonuç olarak; indüksiyonla yüzey sertleştirme ısıl işlemlerinin KGDD numunelerinin aşınma dirençlerini arttırdığı tespit edilmiştir.

5. Teşekkür

Bu çalışma Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (FÜBAP) yönetim birimi (Proje No: TEKF.16.06) tarafından desteklenmiştir.

6. Kaynakçalar

- [1] Akray, İ., "Küresel grafitli dökme demirlere uygulanan yüzey işlemlerinin aşınma direncine etkisinin incelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2007.
- [2] Zakharov, B. "Heat Treatment of Metals", University Press of Pacific, 10-175 (2002).
- [3] Demirci, A.H., "Mühendislik Malzemeleri Önemli Endüstriyel Malzemeler ve Isıl İşlemleri", Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, 77-78 (2004).
- [4] Torun, O., "Dökme Demirlerde İndüksiyonla Yüzey Sertleştirme", Yüksek Lisans Tezi, Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 1995.
- [5] Çetin, M., "Östemperlenmiş küresel grafitli dökme demirlerin aşınma davranışlarının geliştirilmesi", Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2005.
- [6] Kuş, H., "Östemperlenmiş Küresel Grafitli Dökme Demirlerin Aşınma Davranışı", Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2007.

- [7] Karaman, S., "Küresel Grafitli Dökme Demirlerin (GGG40, GGG50, GGG60,GGG70) Üretim Sürecinin Ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2011.
- [8] Ayday, A., "Elektrolitik Plazma Teknolojisi İle Küresel Grafitli Dökme Demir Malzemesinin Yüzey Özelliklerinin Geliştirilmesi", Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2013.
- [9] Ovalı, İ. Kılıçlı, V. Erdoğan, M., "Arakritik Östenitleme Sıcaklıklarından Östemperlenmiş Küresel Grafitli Dökme Demirde Östemperleme Sıcaklığının Mikroyapı ve Yorulma Dayanımı Üzerine Etkisi", Uluslararası Demir & Çelik Sempozyumu, 114-121, 2012, Karabük, Türkiye.
- [10] Okay, F., Sert, H., Habalı, K., Gül, F., "Östemperlenmiş Küresel Grafitli Dökme Demirin Aşınma Davranışı Üzerinde PVD Yöntemi İle TiN Kaplamanın Etkisi", Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der. Cilt 25, No 4, 787-794, 2010.
- [11] Karataş, S., Teker, T., Yılmaz, S. O., "Asiküler Küre Grafitli G.G.G-60 Üretiminde Isıl İşlem Sıcaklıklarının Mikroyapıya Etkisi", Uluslararası Demir & Çelik Sempozyumu, 02-04 April 2012, Karabük, Türkiye.
- [12] Oktay, E., "östemperlenmiş küresel grafitli dökme demirlerde indüksiyonla yüzey sertleştirme işleminin mekanik özellikler üzerine etkisi", Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2011.
- [13] Hayrynen, K.L., Keough, J.R., Kovacs, B.V., "Determination of mechanical properties in various ductile irons after subjecting them to long term elevated temperatures", DIS Project No:28 Final Report, North Olmsted., Ohio, 1-56: (1999).
- [14] Hasırcı, H., " Östemperlenmiş Küresel Grafitli Dökme Demirlerde Alaşım Elementleri (Cu ve Ni) Ve Östemperleme Süresinin Mikroyapı Ve Mekanik Özellikler Üzerine Etkileri", Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2000.
- [15] Kılıçlı, V., "Küresel Grafitli Dökme Demirlerde Kısmi Östenitleme ve Östemperleme Isıl İşleminin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklere Etkisi", Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, 2004.

INVESTIGATION OF MECHANICAL STRESSES OF 3D TRUSS ROOF MODEL BY ANSYS METHOD

3D KAFES ÇATI MODELİNİN ANSYS YÖNTEMİYLE MEKANİK GERİLMELERİNİN İNCELENMESİ

Ali Kaya GÜR^a, Semih TAŞKAYA^b, Nida KATI^c, Tülay YILDIZ^d

^a Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Elazığ/Türkiye

^b Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Elazığ/Türkiye

^c Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Elazığ/Türkiye

^d Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Elazığ/Türkiye
akgur@firat.edu.tr / muh.semihtaskaya@gmail.com / nkati@firat.edu.tr / tyildiz@firat.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, kafes çatı modeli Ansys paket programında, element tipi, kafes boru dış çap ve et kalınlığı, elastisite ve poisson oranı parametreleri tanımlandıktan sonra, sonlu elemanlar yöntemi kullanılarak 3 boyut olarak tasarlanmıştır. Sonlu elemanlar yöntemi, karmaşık mühendislik problemlerinin basite indirgenerek kontrol edilebilir parçalarla çözümünü sağlayan bir metottur. Malzeme çelik izotropik bir malzemedir. 3d kafes çatı modeline F_x , F_y , F_z giriş eksenlerine uygulanan 15000 ve 10000 Newton'luk yük altında mekanik gerilme analizleri yapıldı. Modelin X,Y,Z eksenlerinde elastik-von mises gerilme analizleri yapılarak yüke karşı göstermiş olduğu deformasyon şekil değişimleri incelendi. Analizler sonucunda, uygulanan yüke karşı oluşan giriş eksenlerindeki mekanik gerilmelerin arttığı görüldü.

Anahtar Kelimeler: Sonlu Elemanlar Yöntemi, ANSYS, 3D Kafes Sistemleri, Mekanik Gerilme.

Abstract

In this study, the trussed roof model Ansys was designed in 3 dimensions using the finite element method after defining the parameters of the element type, truss pipe outer diameter and meat thickness, elasticity and poisson ratio parameters. The finite element method is a metotool that allows complex engineering problems to be solved with controllable parts by reducing the base. The material is a steel isotropic material. In the 3d truss roof model, mechanical stress analysis was performed under load of 15000 and 10000 Newton applied to F_x , F_y , F_z beam axes. Elastic-von mises stress analyzes were performed on the X, Y and Z axes of the model to investigate the deformation deformations that were exhibited against the load. As a result of the analyzes, it was seen that the mechanical stresses in the beam axes which are against the applied load increased.

Keywords: Finite Elements Method, ANSYS, 3D Truss Systems, Mechanical Stress.

1. GİRİŞ

Bir taşıyıcı sistem; civatalar, pimler veya kaynak yardımıyla uçlarından birleştirilen düz elemanlardan oluşan mühendislik yapısıdır. Taşıyıcı sistemlerdeki

üyeler; çelik veya alüminyum borular, tahta destekler ve metal çubuklardan oluşabilir. Taşıyıcı sistemler; güç iletim kuleleri, köprüler ve yapıların çatıları gibi birçok yapısal mühendislik problemlerine pratik çözümler sunarlar.

Statik olarak belirli taşıyıcı sistem problemlerinin çözümleri, çoğu klasik mekanik kitaplarında mevcut olmakla birlikte bu tür problemler, düğüm dengesi veya kesim metotları yardımıyla analiz edilebilirler. Ancak bu iki metot, taşıyıcı sistem elemanlarının rijit olarak davrandıkları kabul edildiğinden yer değiştirmeler hakkında bilgi vermemektedirler.

Ayrıca taşıyıcı sistem elemanları, rijit cisim olarak kabul edildiklerinden dolayı, statik olarak belirsiz problemleri de bu metotlarla analiz etmek imkansızdır. Sonlu elemanlar metodu, bize rijit cisim sınırlamasını ortadan kaldırmayı ve bu tür problemleri çözmeyi mümkün kılar [1]. Sonlu elemanlar metodunun gelişimine paralel olarak, ANSYS ve ABAQUS gibi genel ticari amaçlı sonlu eleman paket programlarının kullanımı da giderek artmaktadır.

D. Dubina ve R. Zaharia, yarı-rijit bağlantılı yapıya sahip soğuk işlenmiş çelik taşıyıcı sistemlerin mekanik davranışını deneysel ve nümerik olarak sonlu elemanlar metoduyla incelemişlerdir [2]. A. Fülöp ve M. Ivanyi, yarı rijit bağlantılara sahip elemanlardan oluşan örnek bir uzay çatı sisteminin farklı yüklemeler altındaki davranışını deneysel olarak incelediler [3]. N. Ali ve arkadaşları, sonlu elemanlar metodu destekli bir genetik algoritma geliştirerek düzlem ve uzay taşıyıcı bazı örnek sistemler üzerinde şekil ve boyut optimizasyonunu gerçekleştirerek elde edilen sonuçların literatürdeki mevcut diğer klasik yaklaşımlarla uyum içinde olduğunu rapor ettiler [4].

C. D. Roover ve arkadaşları, IPC (inorganik fosfat çimento) sandviç panellerden yapılmış bir köprünün dizaynını, analitik ve sonlu elemanlar metodunu kullanarak hesaplamış ve böylece paneller ve bağlantı elemanlarındaki gerilme dağılımının kontrolünde sonlu elemanlar metodunun kullanılabilirliğini göstermişlerdir [5].

Dr. Max Mengerhausen uzay kafes sistemleri geliştirmiş ve 1940'lı yıllarda yapılarda kullanmıştır. Mengerhausen "Bauhaus" ekolü ile ortaya çıkan mimaride berraklık, güzellik ve işlevselliğin en güzel örneğini uzay kafes sistemlerini geliştirerek ortaya koymuştur. Mengerhausen'in geliştirdiği çubuk düğüm (uzay kafes) sistem ile ilk yapılar 1942 yılında yapılmıştır.

Çubuk düğüm sistemler kısa zamanda büyük programlar içinde endüstriyel şekilde üretilen sistemler olmuşlardır [6].

Uzay kafes taşıyıcı sistemlerin birim elemanı, altı çubuk ve dört düğüm noktasından oluşan bir dörtyüzlüdür. Böyle bir dörtyüzlü her biri aynı düzlem içinde bulunmayan üç çubukla kolaylıkla büyütülebilmektedir. Çubuk birleşimleri, montajda çeşitli kolaylıklar sağlayan patentli düğüm noktası elemanları ile yapılmaktadır.

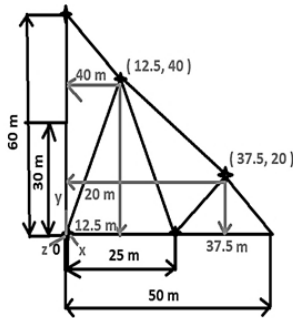
Çok yüzlü (polyheral) strüktürün üç yönlü versiyonunu planör uçakların kanatlarında giriş sistemi olarak 1907'de kullanan Alexander Graham Bell sistemin ortaya çıkmasında öncü olmuştur. 1940'lı yıllarda ise Dr. Max Mengerhausen bu sistemi geliştirerek uzay kafes sistemlerin yapılarında kullanımını başlatmıştır. [7].

Bu çalışmada, kafes çatı modeli Ansys paket programında, element tipi, kafes boru dış çap ve et kalınlığı, elastisite ve poisson oranı parametrelerimiz tanımlandıktan sonra, sonlu elemanlar yöntemi kullanılarak 3 boyut olarak tasarlanmıştır. 3d kafes çatı modelimize F_x , F_y , F_z giriş eksenlerine uygulanan 15000 ve 10000 Newton'luk yük altında mekanik gerilme analizleri yapılmıştır. Modelimizin X,Y,Z eksenlerinde elastik-von mises gerilme analizleri yapılarak yüke karşı göstermiş olduğu deformasyon şekil değişimleri incelenmiştir

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Üç boyutlu Çatı Sistemin Ansys Yöntemi İle Modellenmesi

Bu çalışmada, kafes modeli sonlu elemanlar yöntemi ile ANSYS 12.0 paket programında 3 boyutlu olarak Şekil 1 'deki ölçüler doğrultusunda tasarlandı.



Şekil 1. 3d Kafes Çatı Modeli Kanat Yapısı

Malzeme çelik malzeme olup, izotropik bir malzemedir. 3d kafes modeli ANSYS paket programına tanımlanan sistem parametreleri Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. 3d Kafes Çatı Modelin Sistem Parametreleri

Model Adı	Malzeme Türü	Element Tipi	Kafes Boru Dış Çap (Q)	Kafes Boru Et Kalınlığı (t)	Elastisite Modülü	Poisson Oranı
3d kafes çatı	İzotropik	Pipe / elast straight 16	3 mm	0.2 mm	210000 Mpa	0.3

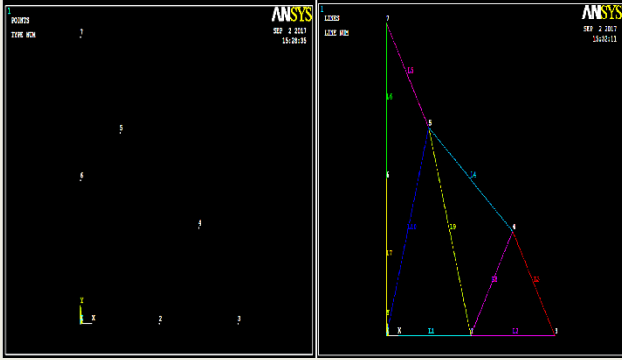
3d çatı kafes sisteminin sonlu elemanlar modelinin oluşturulmasında APDL (ANSYS Parametric Design Language)'den faydalanılmıştır. Burada her bir elemana ait düğüm noktasının koordinatları ve her bir elemanı oluşturan düğümler hazırlanan veriler yardımıyla ANSYS 12.0 programına girilmiştir. 3d kafes çatı modelimiz 4 ayrı kanattan oluşmaktadır. Her bir kanatın keypointleri Çizelge 2'de verilmiştir.

Çizelge 2. 3d Kafes Çatı Modelin Keypoint Kanat Ölçüleri

3d Kafes Çatı Modelin Kanat Keypoint Ölçüleri	x	y	z
	0	0	0
	25	0	0
	50	0	0
1.Kafes Kanadı	37.5	20	0
	12.5	40	0
	0	30	0
	0	60	0
	-25	0	0
2.Kafes Kanadı	-50	0	0
	-	20	0
	37.5	-	-
	-	40	0
	12.5	-	-
	x	y	z
	0	0	25
3.Kafes Kanadı	0	0	50
	0	20	37.5
	0	40	12.5
	0	0	-50
4.Kafes Kanadı	0	0	-25
	0	20	-
	-	-	37.5
	0	40	-
	-	-	12.5

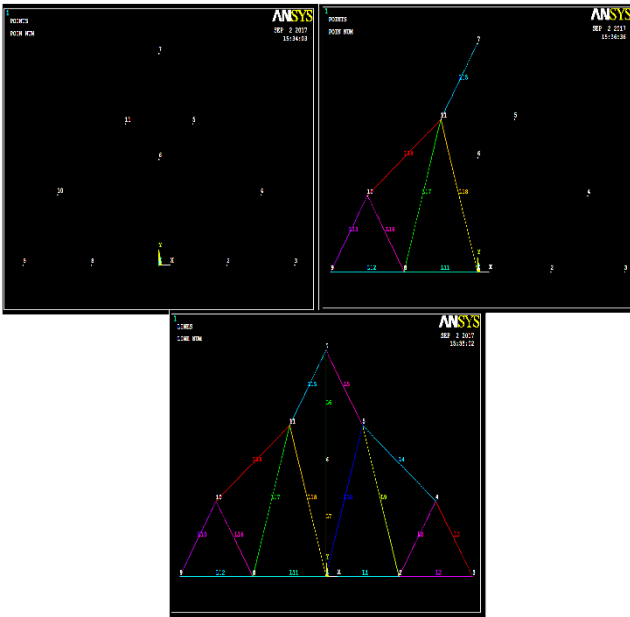
ANSYS paket programında 1.adım olarak mekanik analiz yapılacağı için structural modülü seçilir. Malzeme kafes yapıları çelik boru olduğu için ANSYS paket programından

“ pipe / elast straight 16 “ element tipi seçilir. Modelin dış çap ve ve çelik boru et kalınlığı sisteme tanıttıldıktan sonra kafes modelinin elastisite ve poisson oranları girilir. 3d kafes çatı modelin 1.sağ kanat tasarımı Çizelge 2'deki keypoint verilerinden sisteme girilerek Şekil 2'deki gibi oluşturulur.



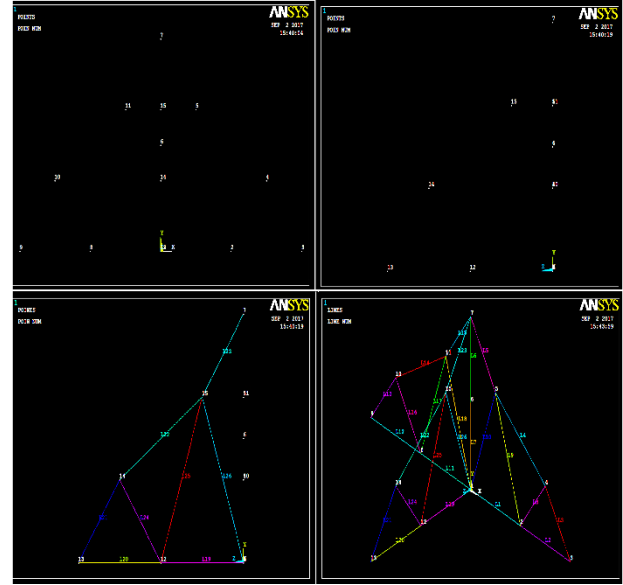
Şekil 2. 3d Kafes Çatı Modelin 1. Sağ Kanat Tasarımı

3d kafes çatı modelin 2.sol kanat tasarımı Çizelge 2'deki keypoint verilerinden sisteme -x yönünde girilerek Şekil 3'deki gibi oluşturulur.



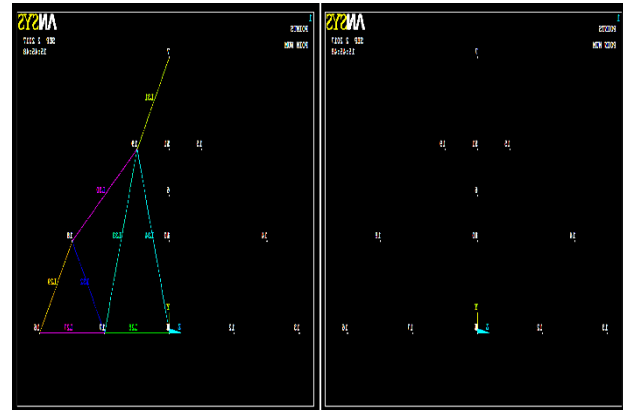
Şekil 3. 3d Kafes Çatı Modelin 2. Sol Kanat Tasarımı

3d kafes çatı modelin arka sol 3.kanat tasarımı Çizelge 2'deki keypoint verilerinden sisteme z yönünde girilerek Şekil 4'deki gibi oluşturulur. Şekil 4'deki gibi keypointler sisteme girildikten sonra kanat borularını oluşturmak için tasarımda karışıklık olmaması için sistemden modele sağ perspektiften bakılarak kanat boruları birleştirilir ve en sonda izometrik perspektiften 3d kafes çatı modeline bakılır.



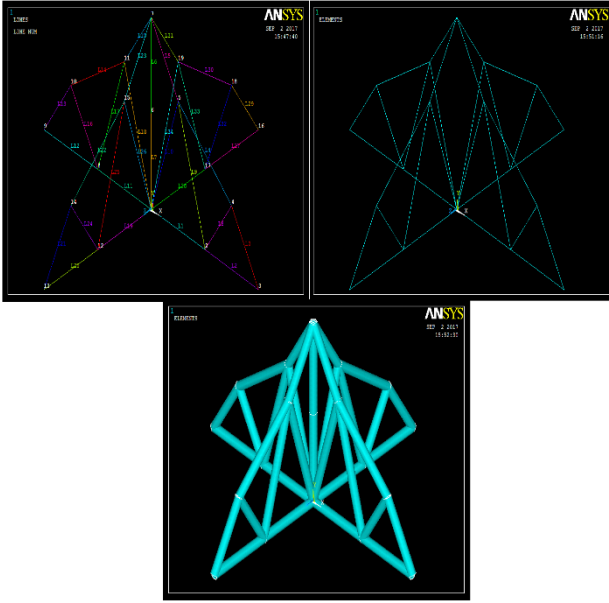
Şekil 4. 3d Kafes Çatı Modelin Arka Sol 3.Kanat Tasarımı (Sağ ve izometrik perspektif yönleri)

3d kafes çatı modelin arka sağ 4. kanat tasarımı Çizelge 2'deki keypoint verilerinden sisteme -z yönünde girilerek Şekil 5'deki gibi oluşturulur.



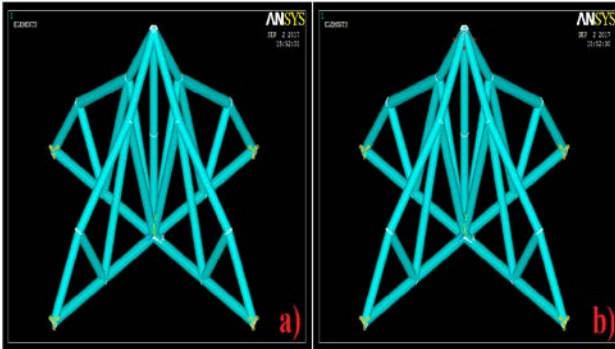
Şekil 5. 3d Kafes Çatı Modelin Arka Sağ 4.Kanat Tasarımı

3d kafes çatı modeli oluşturulduktan sonra, meshleme yani modeli elemanlarına bölümlenme işlemi yapılır. Çelik boru yapısı olduğu için sistemden 1 meshleme seçilir ve bu meshleme Şekil 6 'daki gibi kafes çatı modelimiz için ideal bir bölümlenmedir.



Şekil 6. 3d Kafes Çatı Modelin Meshleme (Bölümlenme) İşlemi

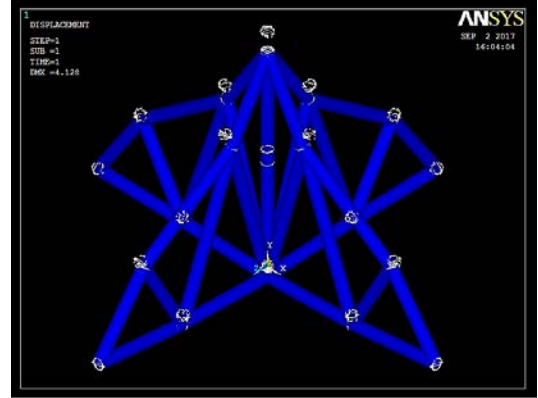
3d kafes çatı modeline Şekil 7'deki gibi köşe düğüm noktalarından sabitleme işlemi yapılır. Sabitleme işlemi yapıldıktan sonra kafes modeline üst düğüm noktasından F_x , F_y , F_z kiriş eksenleri yönünde kuvvet uygulanır. F_y yönünde -15000 Newton , F_x ve F_z yönlerinde 10000 Newton'luk kuvvet uygulanarak 3d kafes modeli ANSYS paket programında deformasyon ve mekanik gerilme sonuçlarını incelemek için çözümlenir.



Şekil 7. 3d Kafes Çatı Modelin Düğüm Noktalarından a) Sabitleme İşlemi , b) Kiriş Eksenlerine Kuvvet Uygulanması

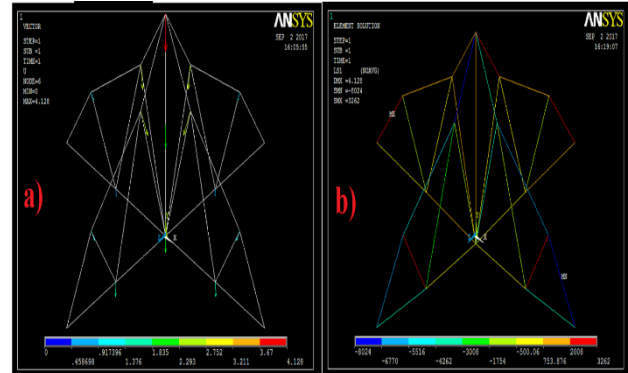
3. MODEL ÇÖZÜMLEME SONUÇLARI

3d kafes çatı modeli 19 eleman 34 node(düğüm) sayısı ile çözümlendirildikten sonra üst düğüm noktasından uyguladığımız kuvvetin etkisiyle Şekil 8'de çatı modelinin kiriş eksenlerindeki deformasyon düğüm noktaları belirlenmiştir.



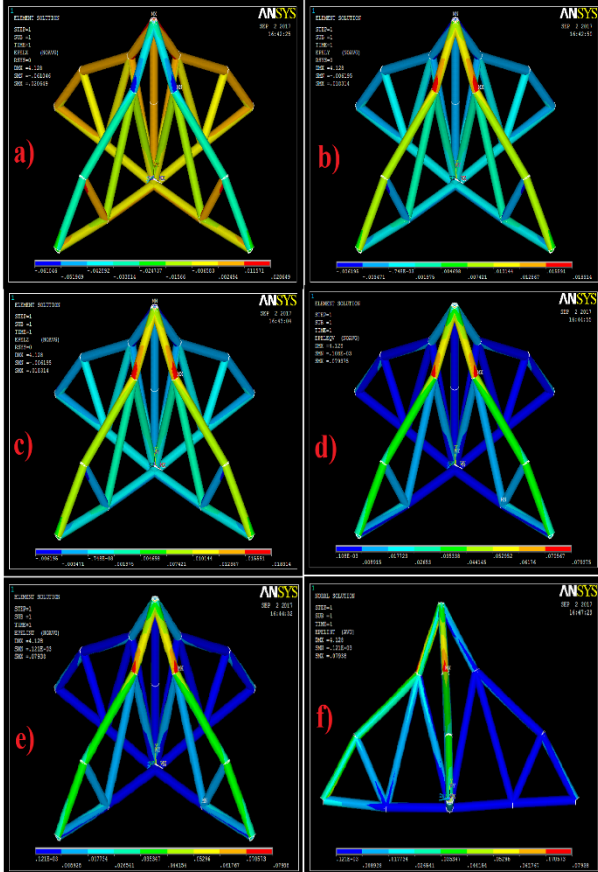
Şekil 8. 3d Kafes Çatı Modelinin Kiriş Eksenlerindeki Deformasyon Düğüm Noktaları

3d kafes çatı modelinin vektörel analizi Şekil 9'da belirtilmiştir. Kiriş eksenlerine uygulanan yüke karşı kafes modelinin göstermiş olduğu tepki renk dağılımları şeklinde vektörel ve çizgi analizleri yapılmıştır.



Şekil 9. 3d Kafes Çatı Modelinin Kiriş Eksenlerindeki a) Vektörel ve b) Çizgi Analizi

3d kafes çatı modelinin kiriş eksenlerine uygulanan yüke karşı göstermiş olduğu elastik mekanik gerilmeleri Şekil 10'da gösterilmiştir. x,y,z eksenlerinde, eksenlerdeki elastik gerilme yoğunluğu ve von mises gerilme (elemanlar üzerinde oluşan gerilmelerin ve kayma gerilmelerin ortalaması) şeklinde ayrı ayrı ANSYS paket programında gerilme analizleri yapılmıştır.



Şekil 10. a) X eksenı yönünde elastik gerilim b) Y eksenı yönünde elastik gerilim c) Z eksenı yönünde elastik gerilim d) Von mises elastik gerilim e-f) Eksenlerdeki elastik gerilme yoğunluđu ve sađ perspektif yönü

Uygulanan yükler etkisinde kafes çatı sisteminin her bir elemanına etkiyen iç kuvvetlerin kontur grafikleri, Şekil 10'da gösterilmektedir. Şekilden de görüleceđi gibi, çatı sistemi üzerine etkiyen maksimum iç kuvvetler, deformasyonların maksimum olduđu yerlerde ve kiriş düđümleri üzerinde olmaktadır.

Analizini yaptığımız 3d çatı kafes sisteminde de olduđu gibi kolay bir şekilde, tekrarlı denemelerle hem maliyet hem de mukavemet açısından en güvenilir sistemi elde edebiliriz. Bu işlem sayesinde hem güvenilir, sađlam bir sistem hem de maliyeti açısından diđer çaplarda üretilenlere göre daha ucuz olan bir çatı kafes sistemi elde edildi.

4. SONUÇLAR

3d çatı kafes modelinin çözümleme sonucunda, x,y,z eksenlerine uygulanan kuvvetin etkisiyle oluşan gerilmelerin daha çok üst kiriş düđüm eksenlerinde olduđu görülmüştür. Bu eksenlerde elastik gerilim yoğunluđu kuvvetin etkisiyle artarken, deformasyon yoğunluđunu da x,y,z kiriş düđümlerinde aynı şekilde artırmıştır.

REFERANSLAR

- [1] Moaveni, S., Finite element analysis theory and application with ANSYS., Prentice Hall, New Jersey, 1999.
- [2] Dubina, D., Zaharia, R., Cold-formed steel trusses with semi-rigid joints. *Thin-Walled Structures*, 29, 273-287, 1997.
- [3] Fülöp, A., Ivanyi, M., Experimentally analyzed stability and ductility behaviour of a space-truss roof system., *Thin-Walled Structures*, 42, 309-320, 2004.
- [4] Behdinan, N. Ali, K., Fawaz, Z., Applicability and viability of a GA based finite element analysis architecture for structural design optimization., *Computers and Structures*, 81, 2259-2271, 2003.
- [5] Rover, C. D., Vantomme, J., Wastiels, J., Croes, K., Cuypers, H., Taerwe, L., Blontrock, H. Modelling of an IPC-concrete modular pedestrian bridge., *Computers and Structures*, 80, 2133-2144, 2002
- [6] BEDFORD A. and FOWLER W., Statics Engineering Mechanics. Wesley Publishing Company. 624p., 1995.
- [7] Makowski, Z.S., Space Structures of Today and Tomorrow, Space Structures (ed. H. Nooshin), Guildford, Elsevier, 1984.

THE EFFECT OF EXPLOSIVE RATIO ON INTERFACE FORMATION IN EXPLOSION WELDING OF AISI 430 FERRITIC STAINLESS STEEL AND AISI 316 AUSTENITIC STEEL PLATES

AISI 316 ÖSTENİTİK PASLANMAZ ÇELİK VE AISI 430 FERRİTİK PASLANMAZ ÇELİK LEVHALARIN PATLAMA KAYNAĞINDA PATLAYICI ORANININ ARAYÜZEY OLUŞUMUNA ETKİSİ

M.S. Yıldırım^{1,a}, Y. Kaya^{2,b}, B.Gülenç^{3,c}, N.Kahraman^{2,d}, A. Durgutlu^{3,e}

¹Gazi Üniversitesi, Teknik Bilimler MYO, Makina ve Metal Teknolojileri Böl. Ankara, Türkiye msyildirim@gazi.edu.tr

²Karabük Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, İmalat Müh. Böl. Karabük, Türkiye ykaya@karabuk.edu.tr, nkahraman@karabuk.edu.tr

³Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malz. Müh. Böl. Ankara, Türkiye, ^c behcetg@gazi.edu.tr, ^e durgutlu@gazi.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, AISI 316 östenitik paslanmaz çelik ve AISI 430 ferritik paslanmaz çelik levhaların farklı oranlarda patlayıcı (Elbar 5) miktarları kullanılarak paralel levha patlama kaynak yöntemi ile birleştirilebilirliği ve patlayıcı oranının ara yüzey özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Deneysel çalışmalar sonunda, patlama kaynağıyla AISI 304 östenitik paslanmaz çelik ve AISI 430 ferritik paslanmaz çelik malzemelerin birbirleriyle birleştirilebildiği ve üst parça ağırlığına göre patlayıcı oranı arttığında ara yüzeyin, doğrusal bir birleşme ara yüzeyinden dalgalı bir hale dönüştüğü görülmüştür. Patlayıcı oranının artışıyla beraber oluşan dalgaların, boylarında ve genliklerinde bir artış olduğu, ayrıca çarpışmadan kaynaklanan soğuk deformasyondan dolayı, ara yüzeye yakın bölgelerin ve levhaların dış yüzeylerinin sertliklerinde bir artışın meydana geldiği tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Patlama Kaynağı/kaplama, AISI 316 Östenitik paslanmaz çelik, AISI 430 Ferritik paslanmaz çelik, Patlayıcı Oranı, Arayüzey

Abstract

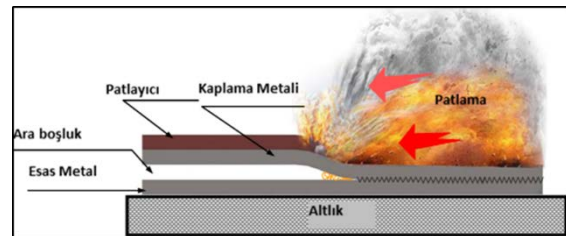
In this study, weldability of AISI 316 austenitic stainless steels and AISI 430 ferritic stainless steel plates with parallel explosion welding method using different explosive (Elbar 5) ratios and in addition to this, effect of explosive ratio on interface features are investigated. In consequence of experimental studies it was seen that AISI 316 austenitic stainless steel and AISI 430 ferritic stainless steel materials could be bounded by explosion welding and when explosive ratio was increased according to upper part weight, interface changed into a wavy situation from a linear joint interface. It was determined that there was an increase of waves' length and wealth with rise of explosive rate and also an increment occurred at competence of areas close to interface and external surface of plates because of cold deformation originated from collision.

Keywords: Explosive Welding/bonding, AISI 316 Austenitic stainless steel, AISI 430 Ferritic stainless steel Explosive Ratio, Interface

1.Giriş

Gelişmekte olan teknoloji, farklı malzemelerin sahip olduğu üstün özelliklerin bir arada bulunması gereksinimini ortaya çıkarmıştır. Bu gereksinim sonucunda yapılan çalışmalarda kompozit malzemeler üretilmiştir. Bu kompozit malzemelerin üretim yöntemlerinden biri de patlama kaynağı yöntemidir [1].

Bir katı hal kaynak tekniği olan patlama kaynağı, patlayıcı ile elde edilen yüksek basınç yardımıyla yüksek hızda eğimli çarpışma sonucu meydana gelen birleştirme işlemidir. Patlamalı kaynak yönteminde iki parça arasında metalurjik bağ oluşurken ara yüzeyde ya hiç ergime olmaz ya da çok az ergime meydana gelir [2]. Şekil 1'de patlama kaynağı şematik olarak gösterilmiştir [3].



Şekil 1. Patlama kaynak yönteminin şematik gösterimi

Patlama kaynağı ile birçok malzeme birleştirilmektedir. Bunlar arasında paslanmaz çelik malzeme türlerinden olan AISI 316 östenitik paslanmaz çelik ile AISI 430 ferritik paslanmaz çelik malzemeler de vardır [4].

AISI 316 Östenitik paslanmaz çelikler; kolaylıkla şekillenebilirler, kaynak kabiliyetleri iyidir ve oksidasyon dirençleri yüksektir. Paslanmaz çeliklerin içinde en çok kullanım alanı bulan çeşiddir. Uçak endüstrisi, paneller, yakıt boruları, teller, kimya endüstrisinde tanklar, borular, eczacılık, kimya ve petrokimya alanlarında geniş uygulama alanları bulurlar [5-7].

AISI 430 Ferritik paslanmaz çeliklerin bileşiminde krom oranının fazla olması, oksidasyon direncinin de yüksek olmasına neden olur. Krom miktarının artması korozyon dayanımını artırır. AISI 316 Östenitik paslanmaz çeliklere göre paslanmazlık özelliği daha düşük olan bir çelik türüdür ve bu nedenle paslanmazlık özelliğinin çok ciddi boyutlarda istenmediği otomotiv sanayi gibi alanlarda daha çok kullanım alanı bulurlar. Ayrıca AISI 430 ferritik paslanmaz çelikler, AISI 316 östenitik paslanmaz çeliklere göre daha gevrek mukavemet özelliklerine sahiptirler [6-9].

Bu çalışma, Endüstride sıkça kullanılan AISI 316 östenitik ve AISI 430 ferritik paslanmaz çeliklerin benzer ve farklı metallere birleştirilmesinde kullanılan patlama kaynak yöntemi ile yukarıda bahsedilen farklı özelliklerinin bir araya getirilmesi amacıyla oluşan birleşme arayüzeyleri mikroyapısının incelenmesi ve bu yolla kaynaklanabilirliklerinin araştırılması amacıyla gerçekleştirilmiştir.

2. MALZEME VE METOD

Deneyel çalışmada patlayıcı oranının birleşme arayüzeyine etkisini görmek amacıyla 250x150x1 mm boyutlarında AISI 316 östenitik paslanmaz çelik ve AISI 430 ferritik paslanmaz çelik malzemeler paralel geometri kullanılarak patlama kaynağı ile birleştirilmiştir. Kullanılan AISI 316 östenitik paslanmaz çelik ve AISI 430 ferritik paslanmaz çelik levhaların kimyasal bileşimi Tablo 1 'de verilmiştir.

Çizelge 1. AISI 316 östenitik paslanmaz çelik ve AISI 430 ferritik paslanmaz çeliğin kimyasal kompozisyonu.

AĞIRLIKÇA YÜZDE (%)											
Malzeme	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Nb	Ti
AISI 430	Denge	0.055	0.045	0.420	0.031	0.008	17.0	-	-	-	-
AISI 304	Denge	0.08	1.00	2.00	0.045	0.03	18.0	14.0	2	-	-

Birleştirme işlemleri esnasında patlayıcı olarak M.K.E. Barut A.Ş.'nin ürettiği, en az 3500 m/s patlama hızında ve bileşimi % 92 Amonyum Nitrat, % 5 Motorin ve % 3 TNT oluşan Elbar-5 toz patlayıcı kullanılmıştır. Deneylerde üst parça olarak ferritik paslanmaz çelik levha kullanılmış olup patlayıcı miktarı, bu levhanın ağırlığıyla orantılı olarak belirlenmiştir. Tablo 2'de deneylerde kullanılan patlayıcı oranı (R) ve miktarı (g) verilmiştir.

Çizelge 2. Deneyel çalışmalarda kullanılan patlayıcı oran ve miktarları

Parça numarası	Patlayıcı oranı (R)	Patlayıcı miktarı (m x R) g
1	1,2	360
2	1,5	450
3	2	600

Deneylerde ara boşluk mesafesi (s), üst parçanın kalınlığının iki katı olarak 2 mm alınmış olup, altlık olarak da 1500x2000x150 mm ölçülerinde çelik tabla kullanılmıştır. Birleştirme işlemi esnasında levhaların altlığın akustik özelliğinden zarar görüp ayrılmasını ve fırlatmayı engellemek amacıyla alt levha ile altlık arasında 5 mm kalınlığında plastik bir tabaka kullanılmıştır.

Patlama kaynağı yöntemi ile elde edilen birleşmelerden, farklı patlayıcı oranı kullanılması sonucu birleşme arayüzeyinde oluşması muhtemel olan dalgalanmayı tespit etmek amacıyla incelenecek yüzeylerden patlama yönüne paralel olacak şekilde, mikroyapı numuneleri hazırlanmıştır. Hazırlanan numunelerin incelenecek olan yüzeyleri SiC su zımparalarıyla zımparalanıp, parlatma cihazında 3µm'luk elmas pasta kullanılarak parlatılmıştır. Hazırlanan mikroyapı numuneleri 20 ml HCL, 4 g CuSO₄ ve 20 ml su bileşiminden oluşan dağlama solüsyonuyla dağlanmıştır. Yine aynı numunelerde, arayüzeyden itibaren dışa doğru soğuk deformasyondan dolayı oluşan sertlik değişimini tespit etmek amacıyla AISI 316 östenitik paslanmaz çelik ve AISI 430 ferritik paslanmaz çelik malzemelerin farklı noktalarından Vickers sertlik ölçme metoduyla 300g yük kullanılarak sertlik değerleri alınmıştır.

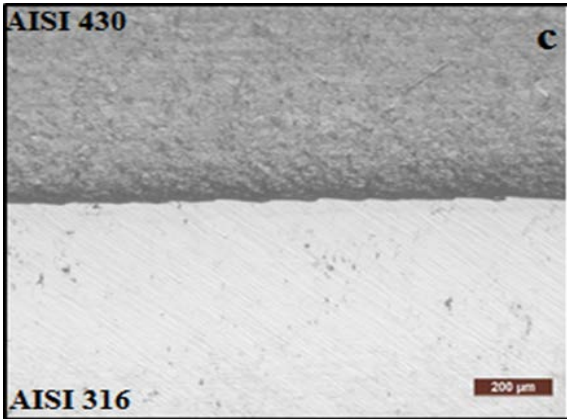
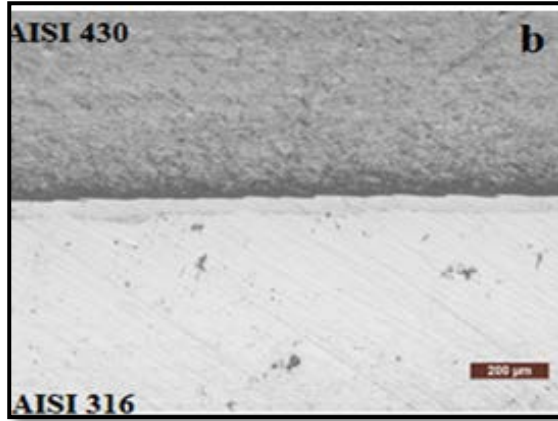
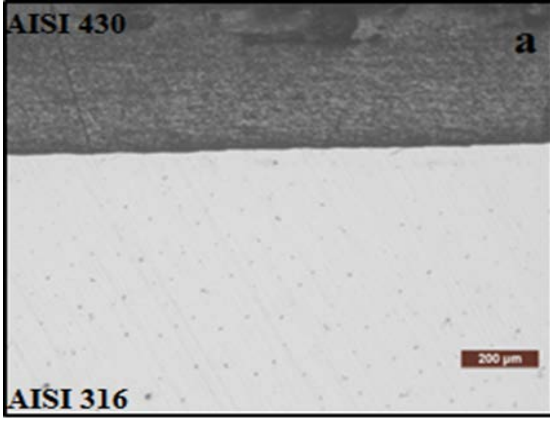
3. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

3.1. Mikroyapı Sonuçları

Patlamalı kaynak yöntemi ile değişik patlayıcı oranlarının kullanıldığı AISI 316 östenitik paslanmaz çelik-AISI 430 ferritik paslanmaz çelik malzeme çiftlerinden elde edilen optik mikroskop görüntüleri şekil 2 ve daha yüksek büyütme oranlarıyla şekil 3'de verilmiştir. Burada, şekil 2 a'da ki resimler en düşük patlayıcı oranı ile birleştirilmiş numunenin mikroyapısını gösterirken şekil 2c en yüksek patlayıcı oranında birleştirilmiş numunenin mikroyapısını göstermektedir. Görüntülerde üstte görülen malzeme AISI 430 ferritik paslanmaz çelik, altta görünen malzeme ise AISI 316 östenitik paslanmaz çelik levhadır.

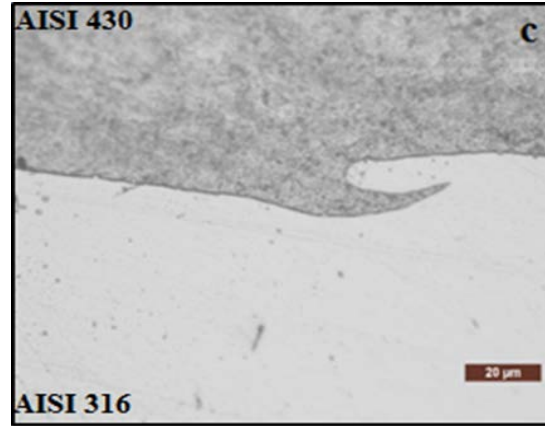
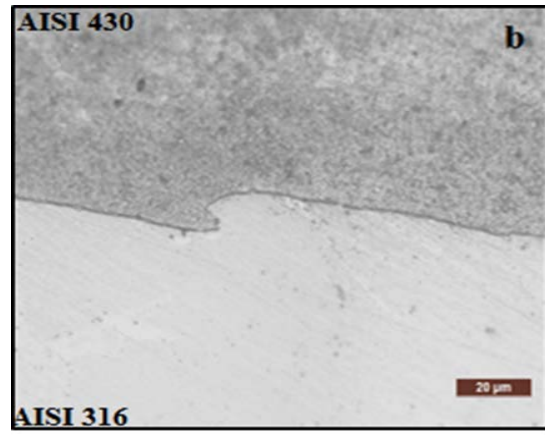
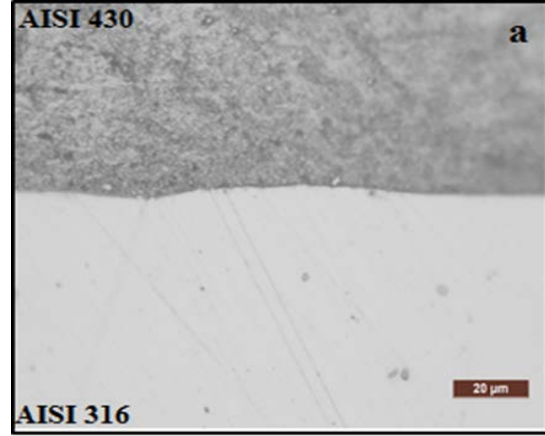
Patlayıcı oranını en düşük olduğu numunede (R=1,2) şekil 2a'da arayüzeyde dalgalanma meydana gelmemiştir. Patlayıcı oranının R=1,5 olarak kullanıldığı numunede (şekil 2b) patlayıcı oranının artmasıyla beraber arayüzeyde bir dalgalanma meydana gelmiştir. Patlayıcı oranının en fazla olduğu (R=2) numunede şekil 3c'deki meydana gelen dalgalanmaların boyları ve genliklerindeki artış devam etmiştir.

Farklı malzemelerle yapılan birleştirme işlemlerinde dalgalanmaların daha fazla olduğu görülmüştür [4]. Fakat AISI 316 östenitik paslanmaz çelik-AISI 430 ferritik paslanmaz çelik malzeme çiftinde ise birleştirme arayüzeyinde diğer malzeme çiftlerine göre daha az dalgalanma olmasının sebebi olarak, arayüzeyde oluşan dalgalanmanın deformasyon miktarına bağlı olarak değişmesi ve kullanılan iki malzemenin de sertliklerinin yüksek olmasından dolayı olduğu düşünülmektedir. Malzemelerin sertliklerinin yüksek olması ve bu sertliklerin birbirlerine de yakın olması nedeniyle dalgalanma fazla olmamış, ancak birleşme arayüzeyinde düz bir durum değil çok küçük dalgalanmaların olduğu bir görüntü meydana gelmiştir.



Şekil 2. AISI 316 Östenitik paslanmaz çelik ve AISI 430 ferritik paslanmaz çelik birleştirmelerinin optik mikroskop görüntüleri. a) R=1,2 b) R=1,5 c) R=2

Aşağıda şekil 3'de verilen mikroyapı görüntülerine bakıldığında birleşme arayüzünün düz bir hal almadığı, hatta bazı bölgelerde mekanik kilitlemenin de olduğu görülebilmektedir. Patlayıcı oranının artmasıyla beraber oluşan mekanik kilitlemenin de artış gösterdiği (şekil 3c) verilmiş olan mikroyapı görüntülerinde yer almaktadır.



Şekil 3. AISI 316 östenitik paslanmaz çelik- AISI 430 ferritik paslanmaz çelik birleştirmelerinin yüksek büyütmede optik mikroskop görüntüleri a)R=1,2 b) R=1,5 c)R=2

3.2. Sertlik Sonuçları

Tablo 3'de farklı patlayıcı oranlarında birleştirilmiş AISI 316 östenitik paslanmaz çelik-AISI 430 ferritik paslanmaz çelik birleştirme numunelerindeki sertlik değişimleri görülmektedir. Farklı patlayıcı oranında birleştirilen numunelerde de patlayıcı oranının artması ile beraber birleştirilen levhaların sertlik değerlerinde de artmalar

görülmüştür. En düşük patlayıcı oranı $R=1,2$ olan numunede AISI 316 östenitik paslanmaz çelik levhanın sertliği birleşme ara yüzeyine 100 μm mesafede 338 HV olurken 900 μm mesafede 337 HV olmuştur. Yine birleştirilen levhanın orta kısmı yaklaşık olarak ilk sertliğini muhafaza etmiş ve 331 HV değerinde kalmıştır. Aynı patlayıcı oranında AISI 430 ferritik paslanmaz çelik levhada ise sertlik, birleşme ara yüzeyine 100 μm mesafede 330 HV, 900 μm mesafede yine 329 HV olmuştur. Bu malzemede de levhanın orta kısmı çarpışma esnasında gerçekleşen deformasyon sertleşmesinden etkilenmemiş ve ilk sertliğini muhafaza etmiştir

Patlayıcı oranının olduğu ($R=1,5$) olan numunede ise AISI 316 östenitik paslanmaz çelik levhada birleşme ara yüzeyine 100 μm mesafede sertlik 340 HV değerini bulurken levhanın orta kısmı ilk sertliğini yaklaşık olarak korumuştur ve 332 HV değerini bulmuştur. Dış yüzeyde ise sertlik değeri 340 HV değerine ulaşmıştır. Bu patlayıcı oranında AISI 430 ferritik paslanmaz çelik levhada ise birleşme ara yüzeyine 100 μm sertlik 332 HV değerini bulurken levhanın orta kısmı ilk sertliğini yaklaşık olarak korumuş ve 323 HV değerine ulaşmıştır. Dış yüzeyde ise sertlik değeri 331 HV değerine ulaşmıştır.

Patlayıcı oranının en fazla olduğu ($R=2$) numune olan numunede ise AISI 316 östenitik paslanmaz çelik levhada birleşme ara yüzeyine 100 μm mesafede sertlik değeri 343 HV değerini bulurken levhanın orta kısmı ilk sertliğini yaklaşık olarak korumuş ve 333 HV değerine ulaşmıştır. Dış yüzeyde ise sertlik değeri 341 HV değerine ulaşmıştır. Aynı patlayıcı oranında AISI 430 ferritik paslanmaz çelik levhada ise birleşme ara yüzeyine 100 μm mesafede sertlik değeri 335 HV olurken 900 μm mesafede bu değer 335 HV değerine ulaşmıştır. Levhanın orta kısmı ilk sertliğini yaklaşık olarak korumuş ve sertlik değeri 324 HV olarak belirlenmiştir.

Çizelge 3. AISI 316 östenitik paslanmaz çelik- AISI 430 ferritik paslanmaz çelik levha ve metal çiftleri sertlik değerleri

Numune No	Malzemeler	Levha Sertliği (HV _{0.05})	Metal Çifti Sertliği (HV300g)		
			Ara Yüzeyden Uzaklık (μm)		
			100 μm	500 μm	900 μm
(R=1,2)	AISI 316 Öst. Paslanmaz çelik	330	338	331	337
	AISI 430 Fer. Paslanmaz çelik	322	330	322	329
(R=1,5)	AISI 316 Öst. Paslanmaz çelik	330	340	332	340
	AISI 430 Fer. Paslanmaz çelik	322	332	323	331
(R=2)	AISI 316 Öst. Paslanmaz çelik	330	343	333	341
	AISI 430 Fer. Paslanmaz çelik	322	335	324	335

4. Sonuçlar

1. Alışılmış kaynak yöntemleri ile sağlıklı bir şekilde birleştirilen AISI 316 östenitik paslanmaz çelik, ve AISI 430 ferritik paslanmaz çelik levhalar uygun parametreler kullanıldığı durumda MKE üretimi olan Elbar 5 kodlu toz patlayıcı kullanılarak patlamalı kaynak yöntemi ile de problemsiz bir şekilde birleştirilebilmektedirler.
2. Patlayıcı oranının düşük olduğu birleştirmelerde üst levha yeterince hızlanamamış ve birleşme arayüzeyinde oluşan dalgalandırmadaki boy ve genlikler düşük boyutlarda oluşmuştur.
3. AISI 316 östenitik paslanmaz çelik ve AISI 430 ferritik paslanmaz çelik levhaların sertlik değerleri birbirlerine yakın olması sebebi ile bu malzemelerin birbirleri ile patlamalı kaynak yöntemi kullanılarak birleştirilmelerinde birleşme arayüzeyi ile birleştirilmelerine nazaran daha az bir dalga oluşumu sergilemektedirler.
4. Artan patlayıcı oranına bağlı olarak, birleştirilmiş levhaların özellikle birleşme ara yüzeyine yakın bölgeleri ve dış yüzeylerindeki sertlik değerlerinde yüksek hızdaki çarpışma nedeni ile oluşan deformasyondan dolayı artışlar meydana gelmektedir.

5. KAYNAKLAR

- [1] Shrijit G. (2016) Explosive Welding: Applications and Variants/ Metallurgy 21 Nisan 2017 tarihinde <http://www.yourarticlelibrary.com/welding/explosive-welding/explosivewelding-applications-and-variants-metallurgy/97287/> adresinden erişilmiştir.
- [2] Kahraman N. , " Titanyum levhaların patlamalı kaynak yöntemi ile farklı metallere birleştirilmesi ve arayüzey özelliklerinin incelenmesi ",Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Aralık 2003, Ankara
- [3] Kaya Y. An investigation into the microstructure, mechanical and corrosion properties of grade a ship steel-stainless steel composites produced by explosive welding method. Ph D Thesis, Karabük University, TR, 2014.
- [4] Yıldırım M.S. ,Patlama kaynağı ile farklı özelliklerdeki demir esaslı malzemelerin birleştirilmesi ve arayüzey özelliklerinin incelenmesi, yüksek lisans tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Mayıs 2015, Ankara
- [5] Sahin, M., "Evaluation of the joint interface properties of austenitic-stainless steels (AISI 304) joined by friction welding", Materials and Design, 28: 2244-2250 (2007).
- [6] Britto Joseph G., Combined welding of Austenitic and Ferritic Stainless steel, IOSR Journal of Mechanical and Civil Engineering (IOSR-JMCE) e-ISSN: 2278-1684 Volume 5, Issue 4 (Jan. - Feb. 2013), PP 44-47.
- [7] Çaligülü, U. And Taşkın M., Microstructural Characteristic of Dissimilar Welded Components (AISI 430 Ferritic-AISI 304 Austenitic Stainless Steels) by CO₂ Laser Beam Welding (LBW), Gazi University Journal of Science 25(1):35-51 (2012).
- [8] Moustafa, I. M., Moustafa, M. A. and Nofal, A.A., "Carbide Formation Mechanism During Solidification and Annealing of 17% Cr-Ferritic Steel", Materials Letters, 42(6): 371-379 (2000).
- [9] Taskin, M. and Caligulu, U., "The Effect on the Joining of Welding Power on the Laser Welding of Couple Steels

- AISI 430/1010", *Firat Univ. Journal of Engineering*, 21(1): 11-22 (2009).
- [10] A. Durgutlu, H. Okuyucu, B. Gulenc, Investigation of effect of the stand-off distance on interface characteristics of explosively welded copper and stainless steel, *Mater. Des.* 29 (2008) 1480–1484.
- [11] G.R. Abrahamson, Permanent periodic surface deformations due to a traveling jet, *J. Appl. Mech.* 28 (1961) 519–528.
- [12] S.A.A. Akbari-Mousavi, L.M. Barrett, S.T.S. Al-Hassani, Explosive welding of metal plates, *J. Mater. Process. Technol.* 202 (2008) 224–239.
- [13] H. El-Sobky, Mechanics of explosive welding, in: T.Z. Blazynski (Ed.), *Explosive Welding, Forming and Compaction*, Springer, Netherlands 1983, pp. 189–217.
- [14] F. Findik, Recent developments in explosive welding, *Mater. Des.* 32 (2011) 1081–1093. 266 A. Loureiro et al. / *Materials and Design* 95 (2016) 256–267
- [15] I. Galvão, J.C. Oliveira, A. Loureiro, D.M. Rodrigues, Formation and distribution of brittle structures in friction stir welding of aluminium and copper: influence of process parameters, *Sci. Technol. Weld. Join.* 16 (2011) 681–689.
- [16] B. Gulenc, Investigation of interface properties and weldability of aluminum and copper plates by explosive welding method, *Mater. Des.* 29 (2008) 275–278.
- [17] J.N. Hunt, Wave formation in explosive welding, *Philos. Mag.* 17 (1968) 669–680.
- [18] N. Kahraman, B. Gulenc, Microstructural and mechanical properties of Cu–Ti plates bonded through explosive welding process, *J. Mater. Process. Technol.* 169 (2005) 67–71.

PERFORMANCE EVALUATIONS OF DYNAMIC FLOW CURVE MODELS FOR TWIP900 STEEL

DİNAMİK AKMA EĞRİSİ MODELLERİNİN TWIP900 ÇELİĞİNDEKİ PERFORMANSLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Süleyman KILIÇ 1^a, Fahrettin ÖZTÜRK 2^b

^a Ahi Evran Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü, Kırşehir, Türkiye, E-posta: suleymankilic@ahievran.edu.tr

^b Türk Havacılık ve Uzay Sanayi A.Ş., Ankara, Türkiye, E-posta: fahrettin71@gmail.com

Özet

Sac metal şekillendirme süreçlerinde genellikle deneme yanılma yöntemiyle üretimler yapılmaktadır. Deneme yanılma yöntemi son derece zahmetli ve maliyetli bir süreçtir. Bu yüzden sonlu elemanlar analiz programlarına ilgi hızla artmaktadır. Sonlu elemanlar analiz programlarının kullanılmasıyla şekillendirme işlemi sonucunda oluşabilecek problemler önceden tahmin edilebilmekte ve gerekli önlemler alınabilmektedir. Analiz çalışmalarının doğruluğu ve güvenilirliği ise program içerisinde kullanılan malzeme modelleriyle doğrudan ilgilidir. Bu çalışmada otomotiv endüstrisi için yeni olan TWIP çeliği için literatürdeki mevcut dinamik akma eğrisi modelleri test edilmiştir. Sonuç olarak en iyi en iyi tahminleri BMW, geliştirilmiş El Magd ve Tanimura-Hoekett/ Sherby malzeme modellerinin yaptığı tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: TWIP çeliği, dinamik akma eğrisi modelleri, Sonlu elemanlar analizi, FEM, doğrusal olmayan eği uydurma

Abstract

In sheet metal forming processes, trial and error method is generally used to produce the parts. Trial and error method is an extremely laborious and costly process. Therefore, the attention on finite element analysis programs has rapidly been increased. When finite element analysis program is used, failures after forming is predicted prior to the actual manufacturing process and necessary precaution is taken. The accuracy of the analysis is directly related to a material model which is used in the program. In this study, material models in the literatures for TWIP steels are tested. Consequently, it was determined that the BMW, the improved El Magd and the Tanimura-Hoekett/ Sherby models have the most accurate predictions capabilities.

Keywords: TWIP steel, dynamic flow curve models, finite element analysis, FEA, FEM, nonlinear curve fitting

1. Giriş

Son yıllarda otomobil endüstrisinde hafifletme, yakıt tasarrufu, düşük karbondioksit emisyonu ve güvenlik çalışmalarına hız verilmiştir. Bu tür iyileştirmeler genellikle yeni geliştirilen yüksek mukavemetli çelik malzemelerle yapılmaktadır. Hafifletme çalışmalarında ileri yüksek mukavemetli çelikler (Advanced High Strength Steel, AHSS) grubunda en yaygın kullanılan çelikler; çift fazlı (DP), dönüşüm kaynaklı plastisite kazanan (TRIP) ve ikizlenme yolu ile plastisite kazanan (TWIP) çeliklerdir. Hafifletme çalışmaları genellikle, mevcut parçaların mukavemet ve performans değerlerini koruyarak ve hatta artırarak daha ince kalınlıktaki yüksek mukavemetli çeliklerin kullanılması ile sağlanmaktadır. Yeni bir malzeme olan TWIP (TWinning Induced Plasticity) çeliği, yüksek mangan içeren östenit fazında bir çeliktir [1]. Literatürde yüksek manganlı çelik olarak da isimlendirilmektedir. TWIP çelikleri, diğer yüksek mukavemetli çeliklerin aksine deformasyon mekanizmasında kayma dislokasyonunun yanında ikizlenme de içerirler [2, 3]. TWIP çeliğinin yüksek mukavemeti (>800 MPa), ikizlenme mekanizması sayesinde elde edilmektedir. Ayrıca yüksek pekleşme değerlerinden dolayı boyun verme olayı daha geç meydana gelmekte, bunun sonucunda yüksek miktarda (>%40) uzama değerleri elde edilmektedir. Bu çelik grubu yüksek mukavemet ve yüksek uzama kombinasyonu sebebiyle dikkat çekmekte ve ilgi görmektedir. Bu önemli avantajlarının yanında TWIP çeliklerinin dezavantajı ise şekillendirme sonrasında yüksek miktarda geri esnemeleridir [4].

Sac metal şekillendirme işlemlerinde, yırtılma, buruşma, geri esneme vb... birçok problemlerle karşılaşmaktadır. Şekillendirme sürecinde kullanılan kalıplar deneme yanılma yoluyla üretilmekte bu süreçte maliyetin artmasına sebep olmaktadır. Sonlu elemanlar programları, kalıp maliyetini ve süresini azaltmak için sıklıkla kullanılmaktadır. Bu yazılımlar sayesinde imalat esnasında oluşabilecek problemler önceden tahmin edilebilmektedir. Bu tahmin işleminde malzeme davranışlarının programa doğru olarak tanımlanması son derece önemlidir. Malzeme davranışlarının programlara tanımlanması da iki farklı yolla yapılmaktadır. Birincisi farklı hızlarda ve sıcaklıklarda deneyler yaparak verileri programa girmek, ikincisi ise malzeme modellerini kullanmaktır. Bu yüzden yazılımlarda kullanılan malzeme modelleri de çok büyük öneme sahiptir. Çünkü modeller her malzeme için iyi sonuç

vermemektedir. Modellerde genellikle birim deformasyon, deformasyon hızı ve sıcaklık gibi parametreler kullanılmaktadır. Literatürde yer alan birçok çalışmada sonlu elemanlar analizlerinde kullanılan akma eğrisi modellerinin sonuçlar üzerinde oldukça etkili olduğu vurgulanmaktadır [5-15]. Aynı şekilde şekillendirme sınır diyagramının numerik olarak tespitinde yaygın olarak kullanılan M-K modelinde, seçilen akma eğrisi modelinin ŞSD eğrisini değiştirdiği de belirtilmektedir [16].

Bu çalışmada TWIP900 çeliğini en iyi temsil edebilecek dinamik akma eğrisi modelleri incelenmiştir. Deneysel olarak malzemeye eğme deneyi uygulanmış ve geri esneme miktarı ölçülmüştür. Eğme işlemi DYNAFORM programında modellenmiş ve farklı modellerin geri esneme tahminleri karşılaştırılmıştır. Bu araştırma, TWIP çeliği için literatürde dinamik akma eğrisinin matematiksel ifadelerini detaylı bir şekilde inceleyen ilk kapsamlı çalışmadır. Bu tip çeliklerde şekillendirme işlemi oda sıcaklığında yapıldığından dolayı farklı sıcaklıkların analizlerinin yapılmasına gerek duyulmamıştır.

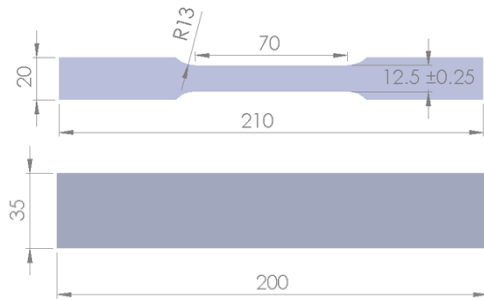
2. Malzeme ve yöntem

2.1. Malzeme, çekme ve eğme deneyi

Güney Kore POSCO firması tarafından üretilmiş 1,3 mm kalınlığındaki TWIP900 çeliğine oda sıcaklığında 25, 125, 500 mm/dak deformasyon hızlarında çekme deneyleri yapılmıştır. Deneysel çalışma için test numuneleri Şekil 1.'de gösterilen ASTM-E8 standardına göre hazırlanmıştır. Aynı zamanda 60°'lik V kalıpta eğme deneyleri yapılarak geri esneme miktarı ölçülmüştür. Deneyler Japon SHIMADZU marka tek eksenli çekme cihazında 3 tekrarlı olarak yapılmıştır. Numunelerde meydana gelen uzamalar video tipi ekstansometre ile ölçülmüştür. Malzemenin kimyasal kompozisyonu Çizelge 1.'de verilmiştir.

Çizelge 1. Ağırlıkça (%) kimyasal kompozisyonu [17]

C	Mn	Si	Cr	Al	Cu
0.37	20.96	0.17	0.46	4.80	0.06



Şekil 1. Çekme ve eğme deneyi numuneleri

2.2. Akma eğrisinin matematiksel ifadeleri

Yazılımlar içerisine, malzemelerin farklı şartlar altındaki davranışları iki farklı yöntemle tanımlanabilmektedir. Birincisi istenilen şartlar altında yapılmış olan deneylerin sonuçlarını olduğu gibi yazılıma girmek, ikincisi ise çeşitli hazır modeller kullanmaktır (bu durumda programa, modelin gerektirdiği parametreler girilecektir). Malzeme

modelleri, yarı statik ve dinamik olmak üzere iki grupta incelenmektedir.

2.2.1. Dinamik akma eğrisi modelleri

Statik akma eğrisi denklemlerine ilaveten sıcaklık ve deformasyon hızının da ilave edildiği akma eğrisi modelleridir. Sıcaklık ve deformasyon hızıyla malzemelerin mekanik özellikleri değiştiği için dinamik akma eğrisi modelleri geliştirilmiştir. Otomobillerde kullanılan yüksek mukavemetli çeliklerin şekillendirilmesi genellikle oda sıcaklığında yapıldığı için bu çalışmanın kapsamında oda sıcaklığıyla sınırlandırılmıştır. Parçaların şekillendirilmesi esnasında kalıp geometrisine bağlı olarak farklı bölgelerde farklı deformasyon hızları oluşabilmektedir. Bu doğrultuda yüksek mukavemetli çeliklerin özellikle farklı hızlarda elde edilebilecek farklı mekanik özelliklerin modellenmesinde dinamik modellerin kullanılması gerekmektedir. Bununla birlikte Toros ve arkadaşlarının [18] yapmış oldukları çalışmada deformasyonla birlikte malzemede oluşan adyabatik ısınmanın da model içerisinde yer alan sıcaklık etkisinin modellendiği bölüme ilave edilmesi ile model sonuçlarının deneysel verilerle daha iyi örtüştüğü gösterilmiştir. Çizelge 2.'de literatürde en çok kullanılan dinamik akma eğrisi modelleri verilmiştir.

Çizelge 2. Dinamik akma eğrisi modelleri [19]

$$\text{Cowper-Symonds [20]} \\ \sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = (A_1 + A_2 \varepsilon^{A_3}) \left[1 + \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{A_4} \right)^{\frac{1}{A_5}} \right] \quad (1)$$

$$\text{Johnson-Cook [21]} \\ \sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = (A_1 + A_2 \varepsilon^{A_3}) \left[1 + A_4 \ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right] \cdot \left[1 - \left(\frac{T - T_0}{T_m - T_0} \right)^{A_5} \right] \quad (2)$$

$$\text{Geliştirilmiş Johnson-Cook [22] [23]} \\ \sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = (A_1 + A_2 \varepsilon^{A_3}) [B + C] D \\ B = 1 + A_4 \cdot \ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right), C = A_5 \cdot \left(\ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right)^2 \\ D = 1 - \left(\frac{T - T_0}{T_m - T_0} \right)^{A_6} \quad (3)$$

$$\text{El-Magd-Swift [24]} \\ \sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = \left[A_1 (A_2 + \varepsilon)^{A_3} + A_4 \dot{\varepsilon} \right] B \\ B = \exp \left(-A_5 \frac{T - T_0}{T_m} \right) \quad (4)$$

Geliştirilmiş El-Magd [25]

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = \left\{ A_1 + A_2 \varepsilon + A_3 \left[1 - \exp\left(-\frac{\varepsilon}{A_4}\right) \right]^{A_5} + B \right\} C \quad (5)$$

$$B = A_6 \left(\dot{\varepsilon}^{A_7} - \dot{\varepsilon}_0^{A_7} \right), C = \exp[-A_8 (T - T_0)]$$

Tanimura-Ludwik [26] [27]

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = \left\{ A_1 + A_2 \varepsilon^{A_3} + (A_4 - A_5 \varepsilon^{A_6}) \log\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right) + B \right\} C \quad (6)$$

$$B = A_7 \dot{\varepsilon}^{A_8}, C = [1 - A_9 (T - T_0)]$$

Tanimura-Hockett/Sherby [26] [27]

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = \left\{ A_1 + (A_2 - A_1) \exp(-A_3 \varepsilon^{A_4}) + B + C \right\} D$$

$$B = (A_5 - A_6 \varepsilon^{A_7}) \log\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right), C = A_8 \dot{\varepsilon}^{A_9} \quad (7)$$

$$D = [1 - A_{10} (T - T_0)]$$

BMW model [28] [29]

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = A_1 \left(1 + A_2 \varepsilon^{A_3} \right)^{A_4} (1 + \varepsilon)^{A_5} \left[1 + \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right]^{A_6} B \quad (8)$$

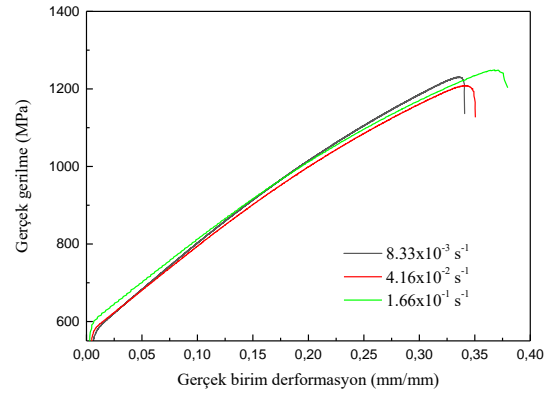
$$B = \left[1 + A_7 \varepsilon^{A_8} \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{A_9} \right]^{A_{10}}$$

Tablodaki modellerde; T : sıcaklık (K), T_m : Erime sıcaklığı (K), $\dot{\varepsilon}$: deformasyon hızı (s^{-1}), $\dot{\varepsilon}_{ref}$: referans deformasyon hızı (s^{-1}), $\dot{\varepsilon}_0$: ilk deformasyon hızını (s^{-1}) ifade etmektedir.

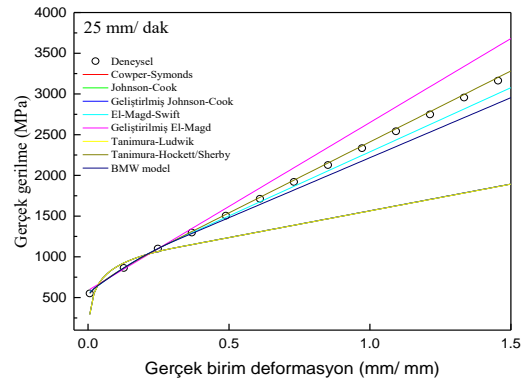
3. Bulgular ve tartışma

Çizelge 3.'de istatistiksel programlar kullanılarak eğri uydurma yöntemiyle elde edilen model katsayıları ve doğruluk dereceleri gösterilmektedir. Model katsayıları Levenberg Marquardt algoritması kullanılarak optimizasyon yöntemiyle en fazla 1000 iterasyon ve 10^{-6} hata payı ile hesaplanmıştır (Şekil 4).

Şekil 2.'de farklı hızlar sonucu elde edilen gerçek gerilme birim deformasyon eğrileri yer almaktadır [30]. Çizelge 2.'de yer alan modellerin sonuçları ve deneysel eğride Şekil 3.'de gösterilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi plastik bölge uzatıldığında en iyi tahmini yapan malzeme modelinin Tanimura-Hockett/ Sherby olduğu görülmektedir.



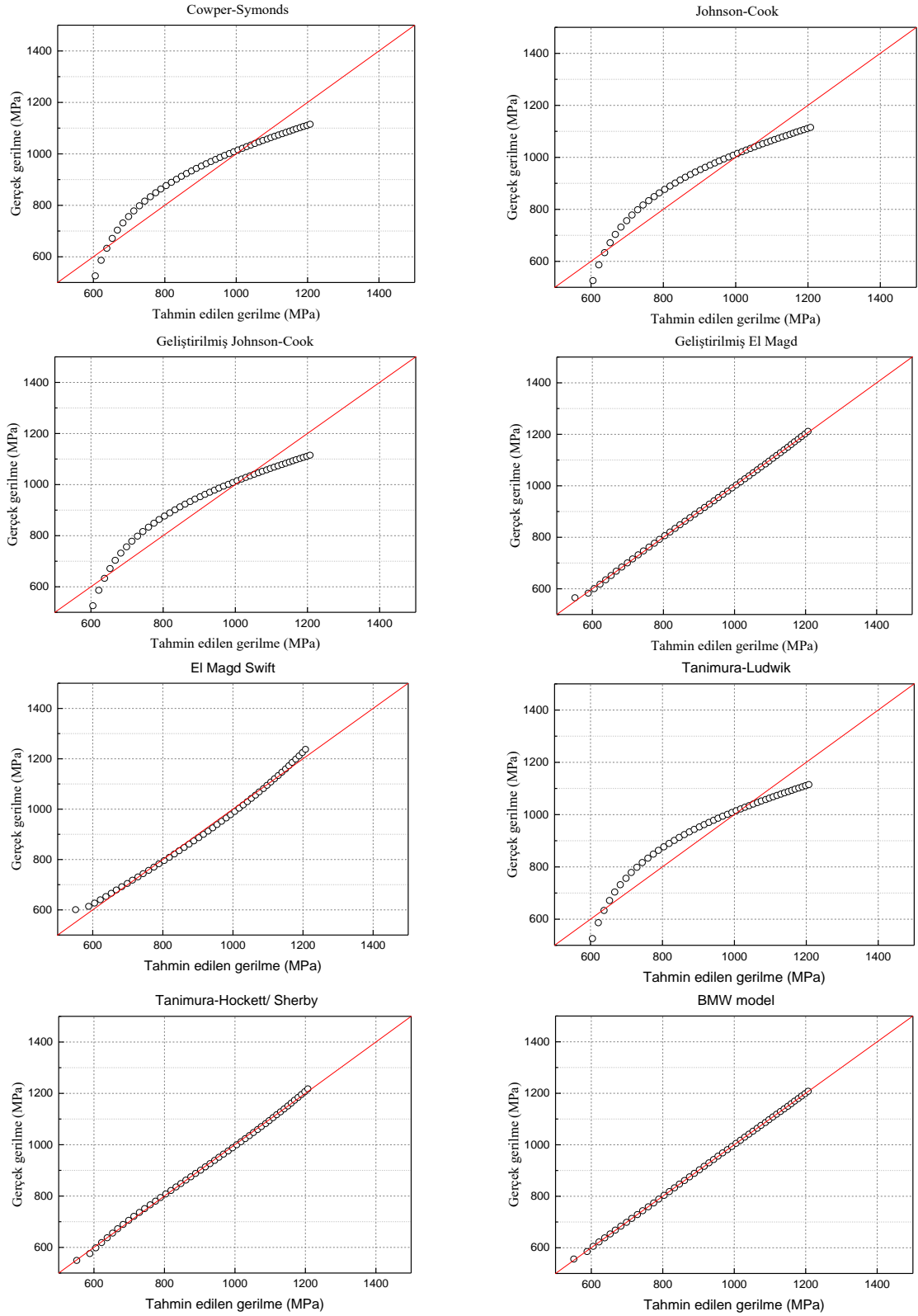
Şekil 2. Gerçek gerilme – gerçek birim deformasyon eğrileri [30].



Şekil 3. Dinamik akma eğrisi modelleri tahminleri ve deneysel akma eğrisi

Çizelge 3. Dinamik akma eğrisi model parametreleri

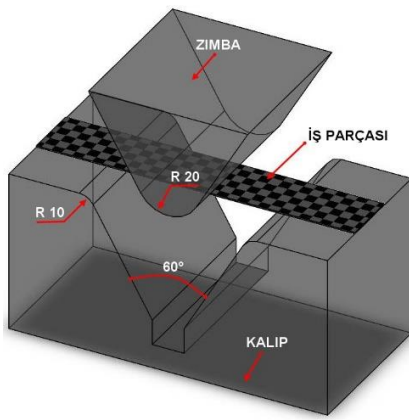
Dinamik Modeller	Katsayılar										R ²
	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	
Cowper-Symonds	4386593	-4385237	-4,77E-05	0,1	0,1						0,94
Johnson-Cook	3456730	-3455374	-6,05E-05	0,1	0,1						0,94
Geliştirilmiş Johnson-Cook	4307354	-4305997	-4,85E-05	0,1	0,1	0,1					0,94
El-Magd-Swift	103715	0,372	0,01	-1,23E07	1514						0,99
Geliştirilmiş El-Magd	588.101	2061,678	-1000	-111	500	0,0005	0,1	1			0,99
Tanimura-Ludwik	68235	-198747	-0,001	0,1	0,1	0,1	88,714	-15,24	0,1		0,94
Tanimura-Hockett/Sherby	6,388	6,389	-14,815	0,0552	0	0	0	36,879	-0,542	0	0,99
BMW	0,0251	18,852	0,0283	2,58	-0,421	3,819	83,319	1,801	0,001	0,254	0,99



Şekil 4. Dinamik akma eğrisi modellerindeki hesaplanan değerler ile gerçek değerlerin karşılaştırılması

3.1. Sonlu Elemanlar Analizi

Akma eğrisi modellerinin performansını belirlemek için malzemeye deneysel olarak 60°'lik V kalıpta eğme deneyleri uygulanmıştır [4] (Şekil 5). Deneysel geri esneme verileri elde edilmiştir. Bu veriler sonlu elemanlar yazılımının tahminlerinin doğruluğunun belirlenmesinde kullanılacaktır. Eğme işleminin simülasyonu için ise DYNAFORM yazılımı kullanılarak modelleme yapılmıştır. Kullanılan modelde zımba ve kalıp rijit olarak tanımlanmıştır. Simülasyonlar deneydeki şartlara uygun olarak yapılmıştır. Kuvvet uygulanacak bölgeler daha çok ağ yapısına ayrılarak simülasyonun doğruluğu artırılmıştır. BELYTSCHKO-TSAY kabuk eleman ve 5 integrasyon noktası kullanılarak çözümlenmiştir. Simülasyonlarda standart olarak sürtünme katsayısı 0,1 olarak kabul edilmiştir.

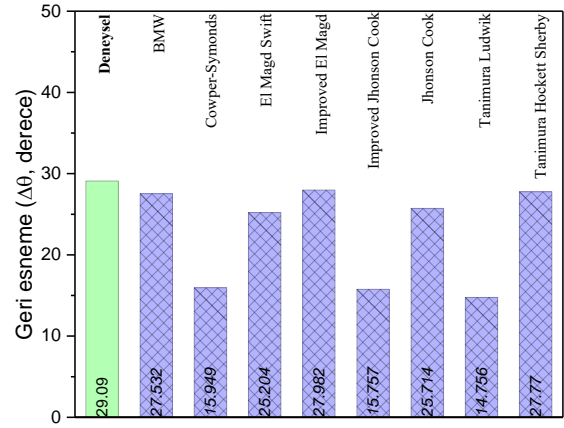


Şekil 5. V (60°) bükme kalıbı modeli

Çözücü olarak LS-DYNA'nın malzeme modeli kütüphanesinde bulunan Hill48 eşitliğine dayalı MAT_122 modeli kullanılmıştır [31]. Bu modelde üç yöndeki anizotropi değerleri ile hesaplama yapılmaktadır.

$$(F + G)\bar{\sigma}^2 = F(\sigma_y - \sigma_z)^2 + G(\sigma_z - \sigma_x)^2 + H(\sigma_x - \sigma_z)^2 + 2L\tau_{yz}^2 + 2M\tau_{zx}^2 + 2N\tau_{xy}^2 \quad (9)$$

Elde edilen sonuçlar Şekil 6'da grafiksel olarak verilmiştir. Sonuçlardan görüleceği üzere BMW, geliştirilmiş El Magd ve Tanimura Hoceket/ Sherby modellerinin deneysel verilere en yakın sonuçları verdiği tespit edilmiştir. Literatürde çok yaygın kullanıma sahip Jhonson Cook modelinin sonuçları da kabul edilebilir düzeydedir. Yapılan bu çalışmanın daha kompleks ve karmaşık geometriler içinde yapılması gereklidir. İleriki çalışmalar bu doğrultuda olmalıdır.



Şekil 6. Geri esneme sonuçları

4. Sonuç

Yapılan incelemeler sonucunda TWIP900 çeliğinin davranışını en iyi en iyi tahmin eden dinamik akma modellerinin BMW, geliştirilmiş El Magd ve Tanimura Hoceket/ Sherby oldukları tespit edilmiştir. Benzer çalışmanın gerçek sac parça üzerinde özellikle karmaşık geometriye sahip parçalar üzerinde de denenmesi gerektiği vurgulanmıştır.

5. Teşekkür

Bu çalışma Ahi Evran Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'nce desteklenmiştir. Proje Numarası: MMF.E2.17.018." ("This work was supported by the Ahi Evran University Scientific Research Projects Coordination Unit. Project Number: MMF.E2.17.018.")

6. Referanslar

- [1] Schumann, V. H., (1972) "Martensitische umwandlung in austenitischen mangan-kohlenstoff-stählen" Neue Hütte, vol.17, pp.605-9.
- [2] Grässel, O., Krüger, L., Frommeyer, G. and Meyer, L., (2000) "High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP steels development—properties—application" International Journal of Plasticity, vol.16, pp.1391-409.
- [3] Jung, J., Lee, O., Park, Y., Kim, D., Jin, K., Kim, S., et al., (2008) "Microstructure and mechanical properties of high Mn TWIP steels" Journal of the Korean Institute of Metals and Materials, vol.46, pp.627-33.
- [4] Kılıç, S. and Öztürk, F., (2016) "Comparison of performances of commercial TWIP900 and DP600 advanced high strength steels in automotive industry" Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, vol.31, pp.567-78.
- [5] Choung, J. M. and Cho, S. R., (2008) "Study on true stress correction from tensile tests" Journal of Mechanical Science and Technology, vol.22, pp.1039-51.
- [6] Lin, Y., Hsu, K. M. and Lee, P. K., (2010) "The Application of Flow Stress Model to Sheet Metal Forming Simulation" China Steel Technical Report, pp.31-5.

- [7] Paul, S. K., (2012) "Predicting the flow behavior of metals under different strain rate and temperature through phenomenological modeling" *Computational Materials Science*, vol.65, pp.91-9.
- [8] Smith, A., Chen, Z., Lee, J. Y., Lee, M. G. and Wagoner, R. H., (2014) "Effective method for fitting complex constitutive equations" *International Journal of Plasticity*, vol.58, pp.100-19.
- [9] Roll, K. Simulation of sheet metal forming—necessary developments in the future. Proc of Numisheet Conference, Interlaken, Switzerland 2008. p. 3-11.
- [10] Oh, S.-I., Lee, J.-K., Kang, J.-J. and Hong, J.-P., "Applications of simulation techniques to sheet metal forming processes" *Metals and Materials*, vol.4, pp.583-92.
- [11] Roll, K., (2007) "Advanced Simulation Techniques-Exceeding Reality?" *Materials Science And Technology-Association For Iron And Steel Technology*, vol.2, pp.1288.
- [12] Hochholdinger, B., Grass, H., Lipp, A., Hora, P. and BMW AG, M. Determination of flow curves by stack compression tests and inverse analysis for the simulation of hot forming. 7th European LS-DYNA Conference 2009.
- [13] Dziallach, S., Bleck, W., Blumbach, M. and Hallfeldt, T., (2007) "Sheet Metal Testing and Flow Curve Determination under Multiaxial Conditions" *Advanced Engineering Materials*, vol.9, pp.987-94.
- [14] Nasser, A., Yadav, A., Pathak, P. and Altan, T., (2010) "Determination of the flow stress of five AHSS sheet materials (DP 600, DP 780, DP 780-CR, DP 780-HY and TRIP 780) using the uniaxial tensile and the biaxial Viscous Pressure Bulge (VPB) tests" *Journal of Materials Processing Technology*, vol.210, pp.429-36.
- [15] Paul, S. K., (2012) "Predicting the flow behavior of metals under different strain rate and temperature through phenomenological modeling" *Computational Materials Science*, vol.65, pp.91-9.
- [16] Wang, H. B., Wan, M. and Yan, Y., (2012) "Effect of flow stress—strain relation on forming limit of 5754O aluminum alloy" *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol.22, pp.2370-8.
- [17] Pohang Steel Company (POSCO). Chemical analysis. 2014.
- [18] Toros, S. and Ozturk, F., (2010) "Modeling uniaxial, temperature and strain rate dependent behavior of Al–Mg alloys" *Computational Materials Science*, vol.49, pp.333-9.
- [19] Larour, P. Strain Rate Sensitivity of Automotive Sheet Steels: Influence of Plastic Strain, Strain Rate, Temperature, Microstructure, Bake Hardening and Pre-strain: Universitätsbibliothek; 2010.
- [20] Cowper, G. R. and Symonds, P. S. Strain-hardening and strain-rate effects in the impact loading of cantilever beams. Brown University Providence: Division of Applied Mathematics; 1957.
- [21] Johnson, G. R. and Cook, W. H. A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures. Proceedings of the 7th International Symposium on Ballistics. Netherlands 1983. p. 541-7.
- [22] Holmquist, T. J. and Johnson, G. R., (1991) "Determination of constants and comparison of results for various constitutive models" *Le Journal de Physique IV*, vol.1, pp.853- 60.
- [23] Kang, W. J., Cho, S. S., Huh, H. and Chung, D. T., (1999) "Modified Johnson-Cook model for vehicle body crashworthiness simulation" *International journal of vehicle design*, vol.21, pp.424-35.
- [24] El-Magd, E. and Abouridouane, M., (2001) "Einfluss der umformgeschwindigkeit und-temperatur auf das fließverhalten der magnesiumlegierung AZ80" *Zeitschrift für Metallkunde*, vol.92, pp.1231-5.
- [25] May, U., Steinbeck, G. and Bork, C. P. Ermittlung des Werkstoffverhaltens und des Beschichtungseinflusses durch rechnerische Methoden zur Verkürzung der Entwicklungszeiten im Fahrzeugbau mit Stahl. Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit -LBF; 2007.
- [26] Bleck, W., Larour, P., Vanduyndslager, P., Geoffroy, J. L., Wedemeier, A. and Gomes, M. Crash-relevant properties and dynamic denting of pre-strained or pre-loaded high-strength steels for automotive parts. EUR. Luxembourg (EU)2006. p. 1-154.
- [27] Zhao, H., (1997) "A constitutive model for metals over a large range of strain rates identification for mild-steel and aluminium sheets" *Materials Science and Engineering: A*, vol.230, pp.95-9.
- [28] Kaps, L., Lipowsky, H. J., Meywerk, M., Werner, H. and Scholz, S. P., (1999) "Auswerteverfahren zur Weiterverarbeitung von Versuchsdaten" VDEH working Group Intern, Communication,
- [29] Stark Seuken, D. Ermittlung und beschreibung der fließkurven von karosseriewerkstoffen bei hohen dehnraten: Shaker; 2001.
- [30] Kilic, S. and Ozturk, F., (2017) "Evaluation of Formability Under Different Deformation Modes for TWIP900 Steel" *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol.139, pp.031001--8.
- [31] Hallquist, J. O., (2007) "LS-DYNA keyword user's manual" Livermore Software Technology Corporation, vol.970.

MECHANICAL PROPERTIES of POLYLACTIC ACID BASED BIO-COMPOSITES

PLA ESASLI BİYOKOMPOZİTLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Sevim Alışır^a, Dileknur Odun^a

^aOndokuz Mayıs Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Samsun, Türkiye,
E-posta:sevimh@omu.edu.tr, dileknur94@gmail.com

Özet

Bu çalışmada, biyobozunur malzeme olan Polilaktik asit (PLA) içerisine farklı oranlarda ayrı ayrı hindistan cevizinin (HC) lifli kısımları ve öğütülmüş deniz kabuğu (DK) katılarak hazırlanan biyokompozit malzemelerin mekanik özelliklerindeki değişim incelendi. Oda sıcaklığında yapılan çekme testi ile süneklik ve gerilme dayanımlarındaki değişim araştırıldı. Ayrıca hazırlanan filmlerin Shore A sertlik değerleri belirlendi.

Anahtar kelimeler: Polilaktik asit (PLA), Biyobozunur polimer ve Biyokompozit

Abstract

This paper is focused on the mechanical properties of polylactic acid composites in which the coconut fiber and seashell powder are used as reinforcing agents. The effects of filler types and percentage content in biocomposite on the mechanical properties (tensile strength, elastic modulus and % elongation) are investigated. Furthermore, Shore A hardness of the manufactured composites are determined.

Key words: Polylactic acid (PLA), Biodegradable polymer and Biocomposite

1. Giriş

Yaşadığımız dünyada büyük sorun haline gelmiş olan petrol kökenli polimerik malzeme atıklarının çevreye ve insan sağlığı üzerine verdikleri zarar giderek artmaktadır. Bu sorunun sebebi; kullandığımız petrol kökenli polimerik malzeme atıklarının doğada bozunma süresinin çok uzun zaman almasıdır. Bu tür malzemelerin çevreye verdiği zararı azaltmak için, onların yerine, benzer mekanik özelliklere sahip biyobozunur polimerlerin kullanılması önerilmektedir. Biyobozunur malzemeler ile üretilmiş olan ürünler çevre dostudur. Biyobozunur maddelerin içine yapılan katkılar, çözünmeyi hızlandırır ve eklendikleri ürün belirli bir zaman sonra doğada ufalanmaya başlar [1-3]. Doğadaki kirliliğe sebep olan sentetik ve biyobozunur olmayan bu plastiklerin yerine doğada bozulabilen malzemelere olan ihtiyaç, her geçen gün daha da artmaktadır. Gelişmiş ülkelerde biyobozunur ambalaj malzemelerinin üretimi ve kullanımı zorunluluk haline almaya başlamıştır. Polilaktik asit (PLA), doğal kaynaklardan üretilen ve biyolojik olarak bozulabilen buna ek olarak, petrol kökenli plastik malzemelerin gösterdiği mekanik özelliklere oldukça yakın mukavemet direncine sahip bir polimerdir (Tablo 1). Fakat PLA'nın en önemli

dezavantajı kırılabilirliği ki bu da PLA'nın uygulamalarını sınırlamaktadır.

Tablo 1: Bazı termoplastik polimerlerin mekanik özellikleri

Polimer	Elastisite Modülü (GPa)	Çekme Mukavemeti (MPa)	% Uzama
Polipropilen (PP)	1,9	36,8	120
Polikaprolakton (PCL)	1,2	10	300
Polieterketon (PEEK)	4,5	110	37
Naylon 6 (PA6)	1,12	72,6	67
Poliiftalamid (PPA)	2,1	63	30
Polilaktik asit (PLA)	3,5	53	7

Günümüzde PLA gıda ambalajlama, tekstil üretimi, medikal malzemesi yapımı ve doku mühendisliği gibi oldukça farklı sektörlerde yaygın olarak kullanılmaktadır [3]. PLA'nın dezavantajı olan kırılabilirliğini azaltmak, sünekliğini artırmak için içerisine katkı maddeleri eklenerek mekanik özelliklerinin incelenmesi gereklidir. Bu kapsamda yapılmış olan çalışmalar oldukça sınırlıdır. Wang ve grubunun yaptıkları çalışmada, PLA ile doğal buğday nişastası (%20-60 oranında (w/w)) harmanlanarak sıcak preste kalıplanmıştır. Kompozitlerdeki nişasta miktarındaki artış ile çekme özelliklerinin, mikro yapının ve su absorpsiyonu özelliklerinin değiştiği belirlenmiştir. Ağırlıkça %45 oranında doğal nişasta içeren numune ile en yüksek çekme dayanımı değerinin elde edildiği belirtilmiştir. Ancak, kompozit içindeki doğal nişasta miktarı arttıkça, su absorpsiyonu değerinin de arttığı belirtilmiştir [4]. Zeng ve ekibi, poli(L-laktik asit) (PLLA) ve poli(bütülen süksinat) (PBS) kullanarak biyobozunur poli(ester üretilen) (PEU) sentezlemiştir. Çalışmada hazırlanan polimerin üstün mekanik özellikleri nedeniyle, petrol bazlı termoplastiklere alternatif olarak kullanılabilirliği öne sürülmüştür [5]. Jun Young Janga ve arkadaşları hindistan cevizi lifleri / PLA kompozitlerinin termal kararlılığı ve sızdırmazlığını incelemiştir. Çalışmada kompozitlerde liflerin yönelimine bağlı olarak Young modülündeki değişim belirlenmiştir [6]. Gülyaz Al'ın yaptığı tez çalışmasında PLA içerisine nanokil ve selüloz nanofibril eklenerek mekanik özelliklerindeki

değişim incelenmiştir [7]. Maksimum çekme dayanımının %1 nanofibril selüloz içeren kompozitte ve 48,2 MPa değerinde olduğu belirlenmiştir. Murat Kaya'nın yapmış olduğu çalışmada ise katkı maddesi olarak bazalt elyafı kullanılmıştır [8]. Çalışmada elyaf boyutunun mekanik özelliklerdeki değişim üzerine etkisi irdelenmiştir. Bazalt elyaf boyutundaki artışın genel olarak mekanik özellikleri artırdığı, %45 bazalt içeren kompozitin en yüksek çekme, eğilme ve darbe mukavemetine sahip olduğu belirlenmiştir.

Çalışmamız kapsamında, PLA içerisine organik kökenli hindistancevizinin lifli kısımları ve mineral kaynaklı deniz kabuklarının öğütülmüş hali ayrı ayrı eklenerek biyokompozitlerin hazırlanması, mekanik özelliklerinin üzerine katkı maddesinin etkisinin araştırılması amaçlanmıştır.

2. Deneysel Çalışmalar

2.1 Biyokompozitlerin Hazırlanması

Biyokompozit filmlerin hazırlanmasında çözücü yöntemi (solventmethod) kullanıldı. PLA granül olarak Goodfellow (İngiltere) firmasından temin edildi.

Deneyin ilk kısmında Hindistan cevizi kabuğunun sert kısmı ve lifli kısmı ayrıldı. Deniz kabukları ise halkalı değirmende öğütüldü. 200 mesh numaralı eleğin altında kalan numuneler katkı maddesi olarak kullanıldı.

0,5 gram PLA' nın 20 ml kloroform içerisinde çözülmesiyle hazırlanan karışıma farklı oranlarda (%5, %10 ve %15) HC ve DK ayrı ayrı eklendi. Çözeltiler 7,5 cm çapına sahip petri kaplarında 1 gün bekletilerek polimer filmler elde edildi. Aynı yöntemle katkısız PLA filmi (referans numune) hazırlandı.

2.2. Çekme Deneyi

Numunelerin çekme testi ASTM D638 standardına göre yapılmıştır. INSTRON marka çekme cihazı ile çeneler arasındaki numuneye, oda sıcaklığında ($25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$), 1 mm/dak. çekme hızı uygulandı. Elde edilen gerilme-gerinim eğrilerinden numunelerin elastisite modülleri, çekme dayanımları (kırılma anındaki maksimum kuvvetten yararlanarak hesaplandı $\sigma = \frac{P_{max}}{a.b}$), kopma anındaki uzama değerleri belirlendi. Her bir kompozit için 2 paralel test yapılarak, ortalama değerleri raporlandı.

Biyokompozitler için elde edilen çekme testi verileri Tablo 2' de özetlenmiştir.

2.3. Shore A Sertlik Testi

Hazırlanan biyokompozit filmlerin sertlik ölçümleri GİBİTRE marka SHORE A dijital sertlik ölçüm cihazı ile oda sıcaklığında kaydedilmiştir. Shore A sertlik değerleri, hazırlanan numunelerin her birinin farklı beş noktasından alınmış, verilerin aritmetik ortalaması Tablo 2 de verilmiştir.

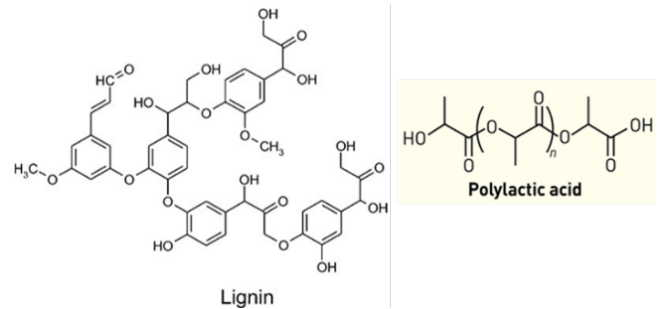
Tablo 2. Çekme testi ve Shore A sertlik testi sonuçları

Numune	Elastisite modülü (GPa)	Uzama Miktarı (%)	Çekme Mukavemeti (σ) (MPa)	ShoreA sertlik testi
PLA	3,58	7,8	53,15	97,2
%5 HC/PLA	3,65	13,3	55,39	93,4
%10 HC/PLA	3,97	22,7	59,27	95,3
%15 HC/PLA	4,29	25,3	65,04	96,1
%5 DK/PLA	3,26	6,9	45,62	97,4
%10DK/PLA	3,35	4,3	40,37	97,9
%15DK/PLA	3,81	3,1	37,79	98,4

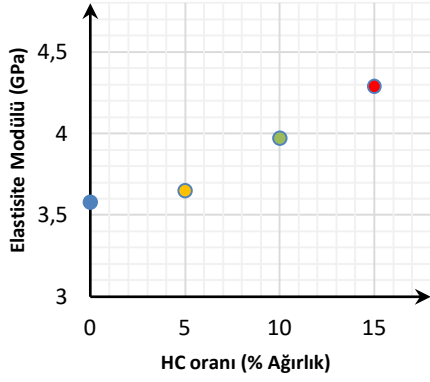
3. Bulgular ve Tartışma

Çekme testi sonucunda elde edilen sonuçlara göre, PLA içerisine eklenen HC oranının artması ile elastisite modülünün de arttığı belirlendi.

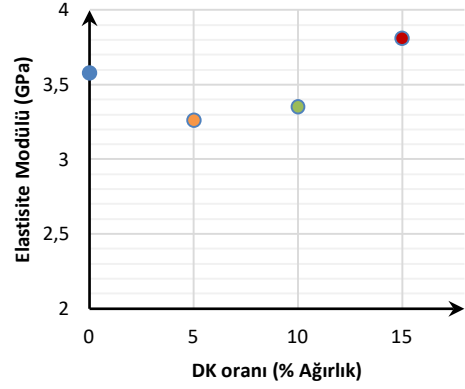
%5 HC katkısı elastisite modülünü %1,92 değiştirirken, PLA içerisine %10 ve %15 HC eklendiğinde bu değişim sırasıyla %10,89 ve %19,83 oranında olduğu belirlendi (Şekil1). Aynı zamanda biyokompozitlerin dayanabildiği maksimum yük değerinde de artma olduğu belirlendi. PLA içerisindeki HC yüzdesindeki artış, çekme mukavemetini sırasıyla %4,21, %11,51 ve %22,37 oranında artırmaktadır (Şekil 2). PLA içerisindeki artan HC oranı ile hem Elastisite modülünün hem de çekme mukavemetinin artması dolgu maddesi ile matris arasındaki bağlanmanın kuvvetli olduğunu göstermektedir. HC' nin yapısında bulunan lignin ile PLA arasında meydana gelen kuvvetli moleküller arası etkileşim nedeniyle her iki özelliğinde PLA' ya göre arttığı söylenebilir.



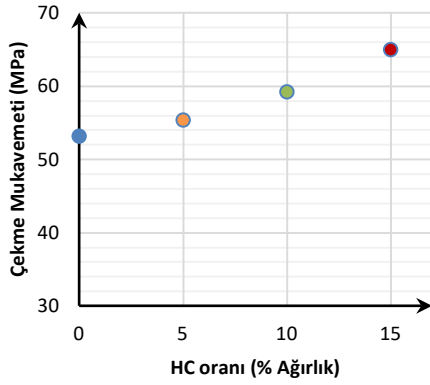
Polimer matris ile katkı maddesi arasındaki yapılaşma ve uyumluluk, hazırlanan kompozitlerde PLA'nın % uzama miktarlarında da artış göstermesine neden olmuştur. PLA'nın en büyük dezavantajı sünekliliğidir. Hazırlanan biyokompozitlerle uzama miktarının %25' e kadar arttığı Şekil 3' de görülmektedir.



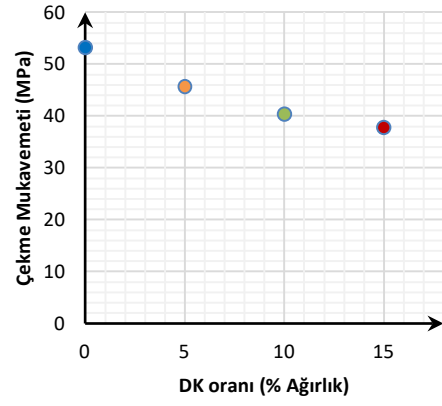
Şekil 1. PLA/HC kompozitlerinin Elastisite Modülündeki değişim



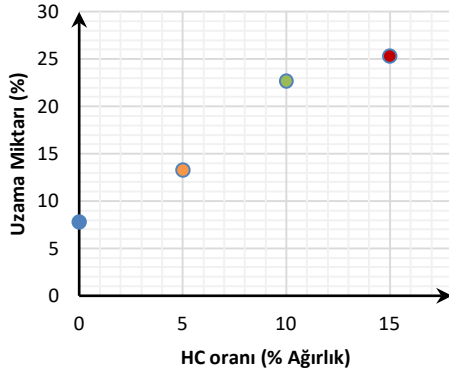
Şekil 4. PLA/DK kompozitlerinin Elastisite Modülündeki değişim



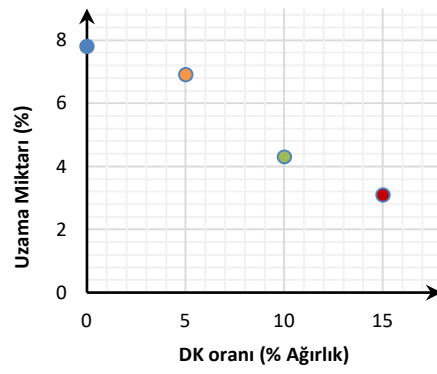
Şekil 2. PLA / HC kompozitlerinin Çekme Mukavemetlerindeki değişim



Şekil 5. PLA / DK kompozitlerinin Çekme Mukavemetlerindeki değişim



Şekil 3. PLA / HC kompozitlerinin kopma anındaki % uzama değerlerindeki değişim



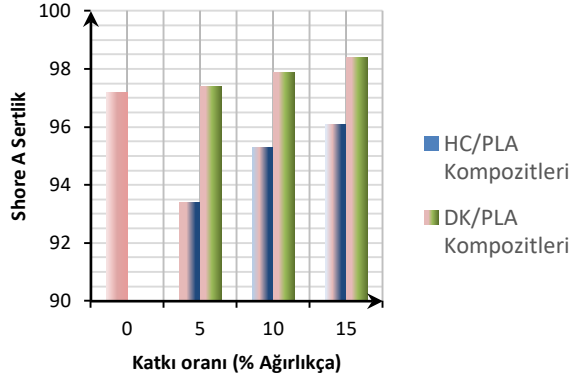
Şekil 6. PLA / DK kompozitlerinin kopma anındaki % uzama değerlerindeki değişim

Elde edilen filmlerin Shore A sertlik değerlerinin de saf PLA' ya göre daha düşük olduğu görülmektedir.

Benzer çalışmalar ikinci katkı maddesi olan deniz kabuğu (DK) içinde yapıldı. PLA içerisinde DK' nun miktarı arttıkça çekme mukavemetinde ve % uzama değerlerinde azalma olduğu belirlendi (Şekil 5 ve 6).

Bu sonuçlara göre PLA içerisine eklenen DK nun saf PLA' ya göre çekme mukavemetinde ve % uzama değerlerinde bir gelişme sağlamadığı görülmüştür. Bunun sebebi ise, bileşimce inorganik $CaCO_3$ oranı yüksek olan DK ile matris arasındaki etkileşimin oldukça zayıf olmasından kaynaklanmaktadır. Bu da kenetlenmenin tam olmamasına, uyumluluğun düşük olmasına yol açmaktadır. Matris ile dolgu maddesi arasındaki yüzeyin, stres transferini sağlayamadığı düşünülmektedir. Bu yüzden daha düşük kuvvetle polimerin koptuğu görülmektedir.

Ağırlıkça %5 DK ile hazırlanan biyokompozitin elastisite modülü PLA'ya göre %8,94 oranında azalmıştır. %10 ve %15 DK içeren filmlerin elastisite modülleri, %5 DK içerene göre, sırasıyla %2,77 ve %16,87 oranında artma gözlenmiştir. Elde edilen filmlerin Shore A sertlik değerlerinin de saf PLA'ya göre daha yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 7. PLA ile hazırlanan kompozitlerinin Shore A sertlik değerlerindeki değişim

4. Sonuç

Bu çalışmada biyobozunur Polilaktik asit (PLA) içerisine katkısı olarak katılan HC ve DK'nin mekanik özellikler üzerine etkisi araştırıldı. Lignin ağırlıklı HC eklenmesiyle elde ettiğimiz PLA kompozitlerinin çekme dayanımları ve uzama değerlerinde saf PLA'ya göre iyileşme olduğu kaydedildi. Çalışmamızdan elde ettiğimiz sonuçlar, matris ile katkı maddesi arasında meydana gelen bağlanma uyumluluğunun, kompozitlerin mekanik özellikleri üzerinde oldukça etkili olduğunu gösterdi.

5. Kaynaklar

1. URL1. <http://bioplasttr.com/BIOPLASTICS.pdf>
2. URL2. <http://www.essentialchemicalindustry.org/polymers/degradable-plastics.html>
3. Shady F., Daniel G. A., Robert L., "Physical and mechanical properties of PLA,

- and their functions in widespread applications" *Advanced Drug Delivery Reviews* 107 (2016) 367–392.
4. Wang, H., Sun, X. and Seib, P., "Mechanical Properties of Poly(lactic acid) and Wheat Starch Blends with Methylene diphenyl Diisocyanate", *Journal of Applied Polymer Science*, 84, 6, 1257-1262, (2002).
5. Zeng J. B., Li Y. D., Zhu Q. Y., Yang K. K. Wang X. L., Wang Y. Z., A novel biodegradable multiblock poly(ester urethane) containing poly(L-lactic acid) and poly(butylene succinate) blocks, *Polymer*, 2009, 50, 1178–1186.
6. Jun Young Jang, Tae Kyong Jeong, Hwa Jin Oh, Jae Youn Youn, Young Seok Song "Thermal stability and flammability of coconut fiber reinforced poly(lactic acid) composites" 2011
7. Gülyaz Al "Nanopartikül ilaveli PLA ve PHB biyokompozitlerinin bazı özelliklerinin belirlenmesi" Bartın Üniversitesi, Orman Endüstri Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, (2015)
8. Murat Kaya "bazalt elyaf takviyeli polilaktik asit kompozitlerin mekanik özelliklerinin incelenmesi" Karadeniz Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, (2016)

COMPARISON OF MECHANICAL PROPERTIES OF MgO-C REFRACTORY BRICKS BY INCORPORATION OF GRAPHITE AND PYROLYTIC CARBON BLACK

GRAFİT VE PİROLİTİK KARBON SİYAHİ İÇEREN MGO-C REFRAKTER TUĞLALARIN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN KIYASLANMASI

Tuba Bahtlı^a, Veysel Murat Bostancı^b, Derya Yeşim Hopa^c, Şerife Yalçın Yastı^d

^a Necmettin Erbakan University, Konya, Turkey, E-mail: taksoy@konya.edu.tr

^b Necmettin Erbakan University, Konya, Turkey, E-mail: vmuratb@hotmail.com

^c Afyon Kocatepe University, Afyon, Turkey, E-mail: dyhopa@aku.edu.tr

^d Selçuk University, Konya, Turkey, E-mail: syasti@selcuk.edu.tr

Özet

Bu çalışma, karbon kaynağı olarak grafit veya atık lastik pirolizinden elde edilen pirolitik karbon siyahının kullanımına bağlı olarak MgO-C refrakterlerin mekanik özelliklerinin değişimini belirlemek üzere yapılmıştır. Çalışma göstermiştir ki, pirolitik karbon miktarı arttıkça ve grafit miktarı azaldıkça bu refrakter malzemelerin mekanik özellikleri kötüleşmiştir. Maksimum yoğunluk, soğuk basma mukavemeti (SBM), eğme mukavemeti, elastik modülü değerlerine, karbon kaynağı olarak grafit ve bağlayıcı olarak fenolik reçine kullanılan KG1 malzemesinde ulaşılmıştır.

Anahtar kelimeler: MgO-C, refrakter, mekanik özellikler, piroliz, karbon siyahı

Abstract

This study is about to determine the change of mechanical behaviours of MgO-C refractories due to its carbon sources as graphite or pyrolytic carbon black which was obtained by waste tire pyrolysis. The study showed that as the amount of pyrolytic carbon black increased and the amount of graphite decreased, the mechanical properties of those refractories were deteriorated. The maximum density, cold crushing strength (CCS), bending strength and elastic modulus values were achieved in KG1 refractory which was produced by incorporation of graphite as a carbon source and phenolic resin as a binder.

Keywords: MgO-C, refractory, mechanical properties, pyrolysis, carbon black

1. Giriş

MgO-C refrakterler, üstün aşınma direnci, yüksek refrakterliğe, mükemmel termal şok dayanımına ve korozyon dayanımına sahiptirler. Bundan dolayı demir-çelik üretim endüstrisinde Temel Oksijen Fırını (BOF) ve (Elektrik ark fırınında (EAF) yaygın olarak kullanılmaktadırlar. MgO-C refrakterlerde karbon kaynağı olarak; yüksek termal iletkenlikleri, iyi termal şok dayanımları, cüruf tarafından ıslanmazlık özellikleri, cüruf ile düşük korozyon hızları sebepleri ile pul grafit kullanılmaktadır [1-6].

MgO-C tuğlalarda, karbonun ıslanmaması cürufun tuğlaya penetrasyonunu sınırlarken, tuğla/cüruf ara yüzeyinde yoğun MgO tabakasının oluşması cüruf girişini fiziksel olarak önlemekte ve ayrıca tuğla yüzeyinde oluşan CO ve veya Mg buharı aşırı basınç sağlayarak cüruf/metal infiltrasyonuna direnç göstermektedir [2].

MgO-C refrakterlerin bu avantajlarının yanında grafitin oksidasyonu nedeniyle tuğlanın gözenekliliğinin artmasıyla birlikte korozyon direnci ve mekaniksel dayanımının azalması gibi dezavantajları bulunmaktadır [1,5]. 1400°C'den daha düşük sıcaklıklarda grafitin oksijen ile reaksiyonu ana mekanizma iken daha yüksek sıcaklıklarda MgO ile Grafitin reaksiyonu ve yoğun tabaka oluşması ana mekanizmadır [1, 4].

Karbon malzemelerin oksijen ilgisi oldukça yüksek olduğundan dolayı, refrakter malzemenin kimyasal saldırılara karşı korunması için çeşitli antioksidanlar kullanılmaktadır [1]. MgO-C refrakterlerde antioksidant olarak sıklıkla Al, Si, Mg ve Al/Mg gibi metal ve ya alaşımları, B4C ve SiC gibi karbitler ve CaB6 ve ZrB2 gibi bor bazlı bileşikler kullanılmaktadır [6]. Ayrıca ergitilmiş, yüksek yoğunluktaki ve yüksek saflıktaki MgO kullanılması da cüruf dayanımını arttırabilmektedir [1].

Atık lastik problemi günümüzde önemli bir çevresel sorun olarak bütün ülkelerin karşısına çıkmaktadır. Modern dünyanın ihtiyaçlarından biri olan lastiklerin üretimi her yıl artan oranlarda devam etmektedir. Dünyada yıllık lastik üretimi yaklaşık 1,4 milyar adettir; atık olma adayı olan bu rakama ek olarak 4 milyar adet atık lastik atık sahalarında kullanılmadan beklemektedir [7]. Atık lastiklerin değerlendirilmesinde piroliz yöntemi; uçucu karbon yakıtları ve karbon siyahını ayrı ayrı elde etmeye olanak sağlayan avantajlı bir yöntemdir. Piroliz, oksijensiz ortamda ısıtma yoluyla kimyasal bağların kırılarak gaz, sıvı ve katı ürünlerin elde edilmesi işlemidir. Elde edilen sıvı ürün alifatik, aromatik ve polar bileşiklerin kompleks bir karışımıdır. Sıvı ürünün özellikleri lastiğin bileşimine ve piroliz koşullarına göre değişiklik göstermektedir [8]. Piroliz sonrası elde edilen katı ürün ise char olarak adlandırılır. Char, lastik üretiminde kullanılan karbon siyahını içermekle birlikte; kül ve kükürt içeriği, tane boyutu ve morfolojisi bakımından karbon siyahından büyük ölçüde farklıdır [7].

Yapılan çalışmada, karbon kaynağı olarak grafitin yanısıra lastik atığının pirolizi sonucu elde edilen karbon siyahı da kullanılmış ve üretilen MgO-C refrakter malzemelerinin %açık gözenek, yoğunluk ve mekanik özellikleri kıyaslanmıştır.

2. Deneysel Çalışmalar

Malzeme Üretimi

MgO-C refrakter tuğlalar için karbon kaynağı olarak grafit ve/veya 500°C sıcaklık, 15 °C/dk ısıtma hızı ve 0,5 lt/dk azot akış hızı piroliz parametrelerinde elde edilmiş; 1:1 hacim oranında %37'lik HCl ve %65' lik HNO₃ asitlerinin karışımı ve daha sonra hacimce 1:1 oranında 1N H₂SO₄ ve 10N NaOH çözelti karışımı ile 2 kez yıkanarak kül ve kükürt giderimleri yapılmış olan pirolitik karbon siyahı kullanılmıştır.

Çizelge 1. Kompozisyon Reçeteleri.

	1-4 mm MgO (%)	0-1 mm MgO (%)	Toz (<63µ) MgO (%)	Pul Grafit (%)	Toz Atık (%)	Reçine (%)	Novalak (%)	Antioksidan (%)	Hegzamin (%)
KG 1	50	30	10	10	0	2	2	1	0,02
KG 2	50	30	10	0	10	2	2	1	0,02
KG 3	50	30	10	6,66	3,33	2	2	1	0,02

Çizelge 1'de belirtilen kompozisyonlar 100 tonluk (241 bar) preste: 5 adet 50mm*50mm*50mm (en*boy*yükseklik) ebatında kare prizma şeklinde refrakter malzemeler 100 MPa (62 bar) basınç uygulanarak ve 25mm*25mm*150mm (genişlik, yükseklik, uzunluk) ebatlarında çubuk olacak şekilde 100 MPa (92 bar) basınç uygulanarak şekillendirilmiştir.

Şekillendirme sonucunda her bir numune numaralandırılıp temperlemeye hazır hale getirilmiştir. Temperleme Nabertherm N11/R model kül fırını içerisinde 5°C/dk ısıtma hızıyla, 250°C'de 3 saat bekletilerek gerçekleştirilmiştir.

Gözenek ve Yoğunluk Tayini

Her bir kompozisyon için 3'er adet numune kullanılarak açık gözenek ve yoğunluk ölçümleri için 24 saat oda sıcaklığındaki suda bekletilerek Archimedes düzeneğinde;

$$\% \text{ Görünen Porozite} = \left[\frac{w_c - w_a}{w_c - w_b} \right] * 100$$

$$\text{Yıgınsal (Bulk) Yoğunluk} = \left[\frac{w}{w_c - w_b} \right]$$

formülleri kullanılarak hesaplanmış ve ortalaması alınmıştır.

Wa: Kuru ağırlık

Wb: Su içerisindeki ağırlık

Wc: Yaş ağırlık [9]:

Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi

Her bir kompozisyon için 50mm*50mm*50mm (en*boy*yükseklik) ebatındaki kare prizma numunelerden 5'er adet numuneye Liya marka basma test cihazında Soğuk Basma Mukavemeti (SBM) testi yapılmış sonuçların ortalama değeri alınmıştır.

Ayrıca, her bir kompozisyondan 25mm*25mm*150mm (genişlik*kalınlık*uzunluk) ebatlarında çubuk şeklinde üretilen 5'er adet numuneye, ASTM C1161-90'a uygun olarak Shimadzu AGS-X marka cihazda yükleme hızı 0,15 MPa/s olacak şekilde 3-Nokta Eğme Testi yapılmıştır ve ortalama değerleri alınmıştır.

3-nokta eğme testi ile mukavemet ve elastik modül sıra ile aşağıdaki eşitlikler kullanılarak belirlenmektedir [10] :

$$\text{Mukavemet: } \sigma = \frac{3}{2} * \frac{P.L}{W.D^2}$$

$$\text{Elastik modül: } E = \frac{L^3}{4 * W * D^3} * m$$

P : Kırılma yükü (N)

L : Destekler arası mesafe (m)

W : Numunenin genişliği (m)

D : Numunenin kalınlığı (m)

m : Gerilme-deformasyon (σ – E) eğrisinin eğrisi eğimi (N/m)

XRD ve XRF Analizleri İçin Numune Hazırlama

Temperlenmiş numunelerden her bir kompozisyon için Liya marka halkalı değirmende öğütme yapılmış ve Fore marka elek cihazında 63 mikron altına elenerek analiz için hazır hale getirilmiştir.

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile Mikroyapı Analizi

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapı incelemek için temperlenmiş numunelerden her bir kompozisyondan bir tanesi MAC Allister marka sulu seramik kesme cihazı ile ortalama 20mm*20mm*20mm boyutunda kesilmiştir.

Kesilen numuneler, 20 ml poliesterin 1 ml sertleştirici ile 1 dakika karıştırılıp daha sonra 1 ml hızlandırıcı ilave edilerek 1 dakika daha karıştırılmasıyla hazırlanan reçinenin kalıp içinde numune üzerine dökülerek 30 dakika beklenmesiyle soğuk kalıplama yapılmıştır.

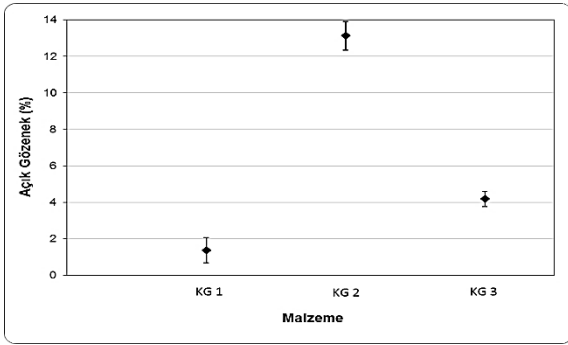
Daha sonra Metkon marka parlatma cihazında 5'er dakika sırası ile 120, 240, 600 ve 1200 'lük zımpara ile parlatma yapıp taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile geri yansıyan elektron dedektörü ile (BSE) 1000x büyütmede analizleri yapılmıştır.

3. Sonular

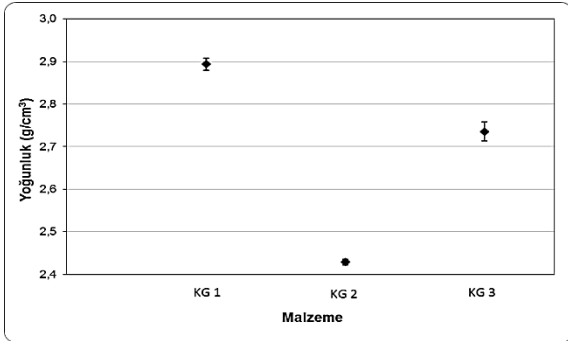
Kompozisyonların % Aık gzenek ve Yoęunluk Tayinleri

MgO ierisine belirli oranlarda karıştırılan grafit ve pirolitik katı atık ilaveleriyle hazırlanan kompozisyonlara ait % aık gzenek, yoęunluk grafikleri Őekil 1'de verilmiřtir.

Kompozisyonların yoęunluk deęerleri, aık gzenek miktarı azaldıka artmaktadır. En yksek yoęunluk deęeri grafit ve reine ile elde edilen KG1 numunesidir. Pirolitik katı girdisi arttıka retilen kompozisyonların yoęunluk deęeri de azalmaya bařlamıřtır. En dřuk yoęunluk ve en yksek % aık gzenek miktarına KG2 kompozisyonunda ulařılmıřtır.



(a)



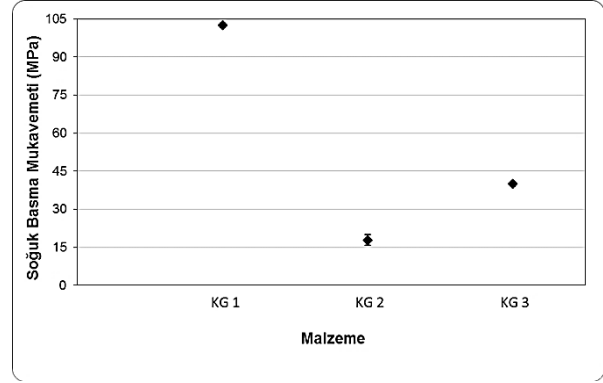
(b)

Őekil 1. Kompozisyonların a) % Aık Gzenek ve b) Yoęunluk Grafikleri.

Kompozisyonların Mekanik zellikleri

• Soęuk Basma Mukavemeti

Őekillendirilen kompozisyonlara ait Soęuk Basma Mukavemeti (SBM) grafięi Őekil 2'de verilmiřtir.



Őekil 2. Kompozisyonların Soęuk Basma Mukavemeti Grafięi.

Grafik incelendięinde en yksek mukavemet deęerinin grafit ve reine ile retilen KG1 kompozisyonuna ait olduęu grlmřtr. Karbon kaynaęı olarak grafit ve pirolitik katı kullanılan kompozisyonların SBM deęerlerini kıyaslar isek pirolitik katı miktarı arttıka grafit azaltıldıka SBM deęeri azalmaktadır.

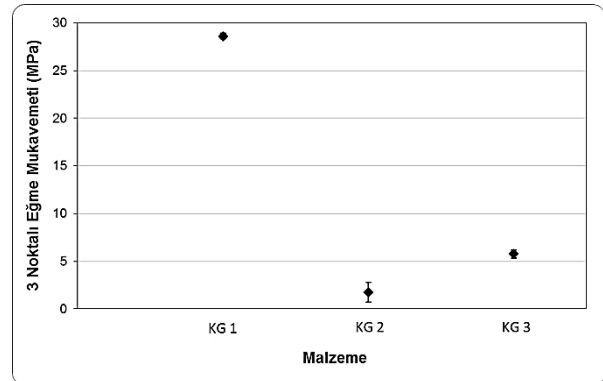
Yoęunluk deęerinin artması ve % aık gzenek deęerinin azalması SBM deęerini arttırmıř ve dolayısı ile gzenek SBM zerine olumsuz etki ettięi gzlenmiřtir.

izelge 2. Kompozisyonların Yoęunluk, Gzenek ve Soęuk Basma Mukavemeti Deęerleri.

Malzeme	Yoęunluk	Gzenek	SBM
KG1	2,89	1,37	102,5
KG2	2,43	13,13	17,85
KG3	2,74	4,18	39,99

• 3 Noktalı Eęme Testi

ubuk Őeklinde retilen her bir kompozisyon iin Eęme Mukavemet deęerlerini gsteren grafik Őekil 4'te verilmiřtir.

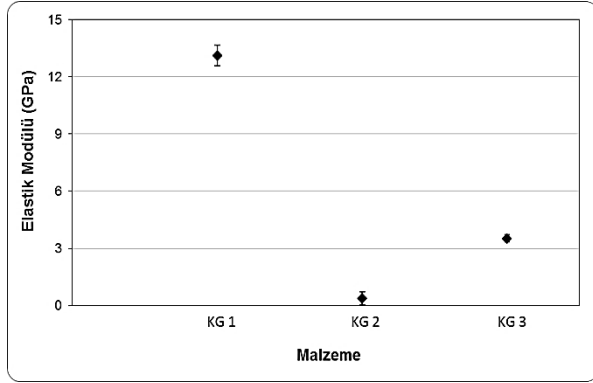


Őekil 3. Kompozisyonların 3 Noktalı Eęme Mukavemeti Grafięi.

3 Nokta Eęme Testinde Soęuk Basma Mukavemeti ile benzer sonular gzlenmiř, reine ve grafit girdileri ile retilen KG1 kompozisyonun eęme mukavemeti de soęuk basma mukavemet deęerine benzer Őekilde en yksek

iken pirolitik katı atık girdileri ile eğme mukavemet değerleri SBM değerlerinde olduğu gibi azalmaya başlamaktadır.

Kompozisyonların 3 noktalı eğme testi ile belirlenen Elastik Modülü değerleri Şekil 5'te belirtilmiştir.



Şekil 4. Kompozisyonların Elastik Modül Grafiği.

Grafit kullanılan malzemelerin Elastik Modülü değerleri yüksek iken, lastik atığının pirolizi sonucu elde edilen katı ürünün kullanılması ile üretilen MgO-C refrakter kompozisyonlarının Elastik Modülü değerleri daha düşüktür.

En yüksek Elastik Modülü değerine GK1 kompozisyonunda, en düşük Elastik Modülü değerlerine ise GK2 malzemelerinde ulaşılmıştır.

XRD ve XRF Sonuçları

Temperlenmiş numunelerinin kimyasal analizleri (XRF) Çizelge 3'te verilmiştir.

Çizelge 3. XRF Analiz Sonuçları.

Oksit (%)	KG1	KG2	KG3
MgO	86,52	89,94	83,0
Al ₂ O ₃	5,64	3,67	8,56
SiO ₂	2,91	3,03	3,25
CaO	2,50	1,02	2,43
Fe ₂ O ₃	1,60	0,43	1,56
SO ₃	0,30	0,50	0,61
Na ₂ O	0,19	0,70	0,30
P ₂ O ₅	0,11	0,06	0,12
MnO	0,09	0,03	0,09

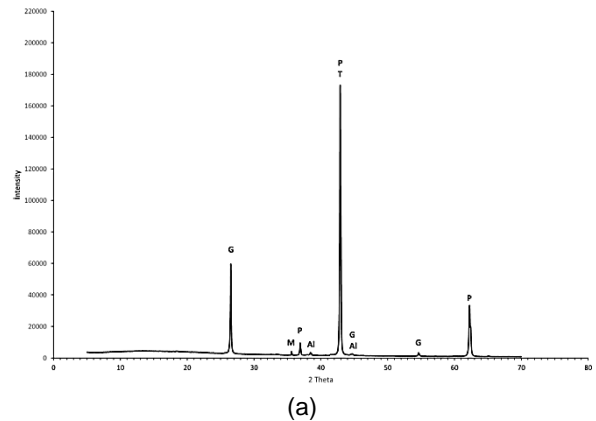
	KG1	KG2	KG3
Cl	0,06	0,56	-
K ₂ O	0,05	0,03	0,05
CuO	-	0,01	-
TiO ₂	0,03	0,01	0,03
Cr ₂ O ₃	-	0,01	-

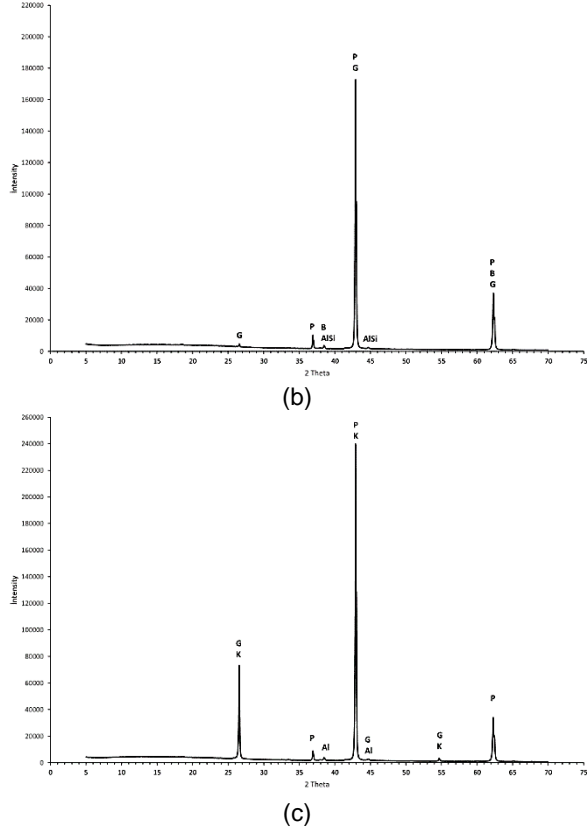
Çizelge 4. Kompozisyonların XRD Analiz Sonuçları.

Faz (%)	KG1	KG2	KG3
Periklas (MgO)	65.6	96,3	62.4
Grafit (C)	32.8	-	36.8
Grafit 3R		1,7	-
Troilit (FeS)	1.5	-	-
Alüminyum (Al)	0.1	-	0.6
Alüminyum Silikon (AlSi)	-	1,5	-
Brusit [Mg (OH) ₂]	-	0,5	-
Kieserit (MgSO ₄ ·H ₂ O)	-	-	0,2

XRF analizi ile C tespit edilemediğinden dolayı, geriye kalan elementlerin toplamı % 100 olacak şekilde hesaplanmıştır. Tüm malzemelerin en yüksek oranda kimyasal bileşeni MgO'dir.

Temperlenmiş kompozisyonların faz analizleri (XRD) Çizelge 4'da ve Şekil 6'da belirtilmiştir. XRD sonuçları incelendiğinde, tüm kompozisyonlar için ana fazların Periklas (MgO) ve Karbon olduğu gözlenmiştir.

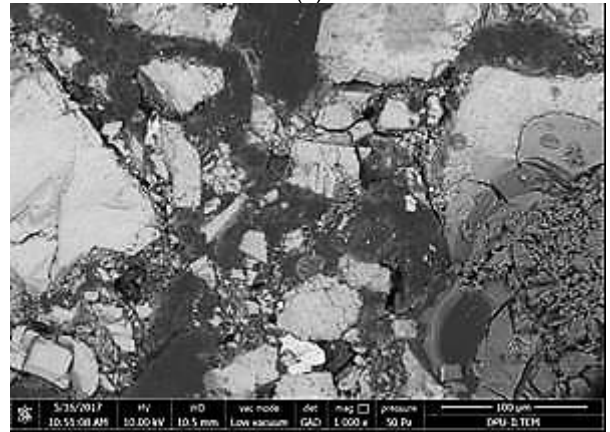
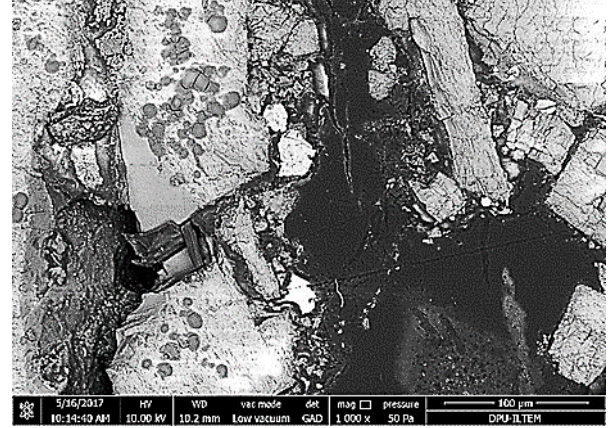
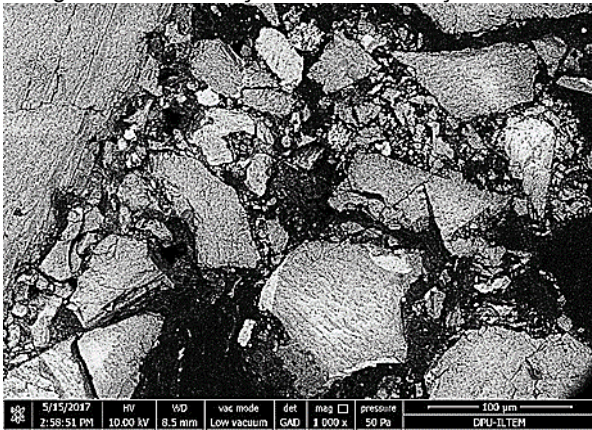




Şekil 5. Kompozisyonların XRD Grafikleri a) KG1, b) KG2 ve c) KG3 (P: Periklas, G: Grafit, Al: Alüminyum, T: Troilit, AlSi: Alüminyum Silikon, B: Brusit, K: Kieserit).

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Haritalama ve EDX Analiz Sonuçları

Karbon kaynağı olarak pul grafit kullanılan KG1, pirolitik karbon siyahı kullanılan KG2, hem pul grafit hem de pirolitik karbon siyahı kullanılan KG3 malzemelerine ait mikroyapı görüntüleri Şekil 6'da belirtilmiştir. Ayrıca bu malzemelere ait mikroyapılardaki elementel dağılım da renkli görüntüler olarak Şekil 7-9'da verilmiştir.

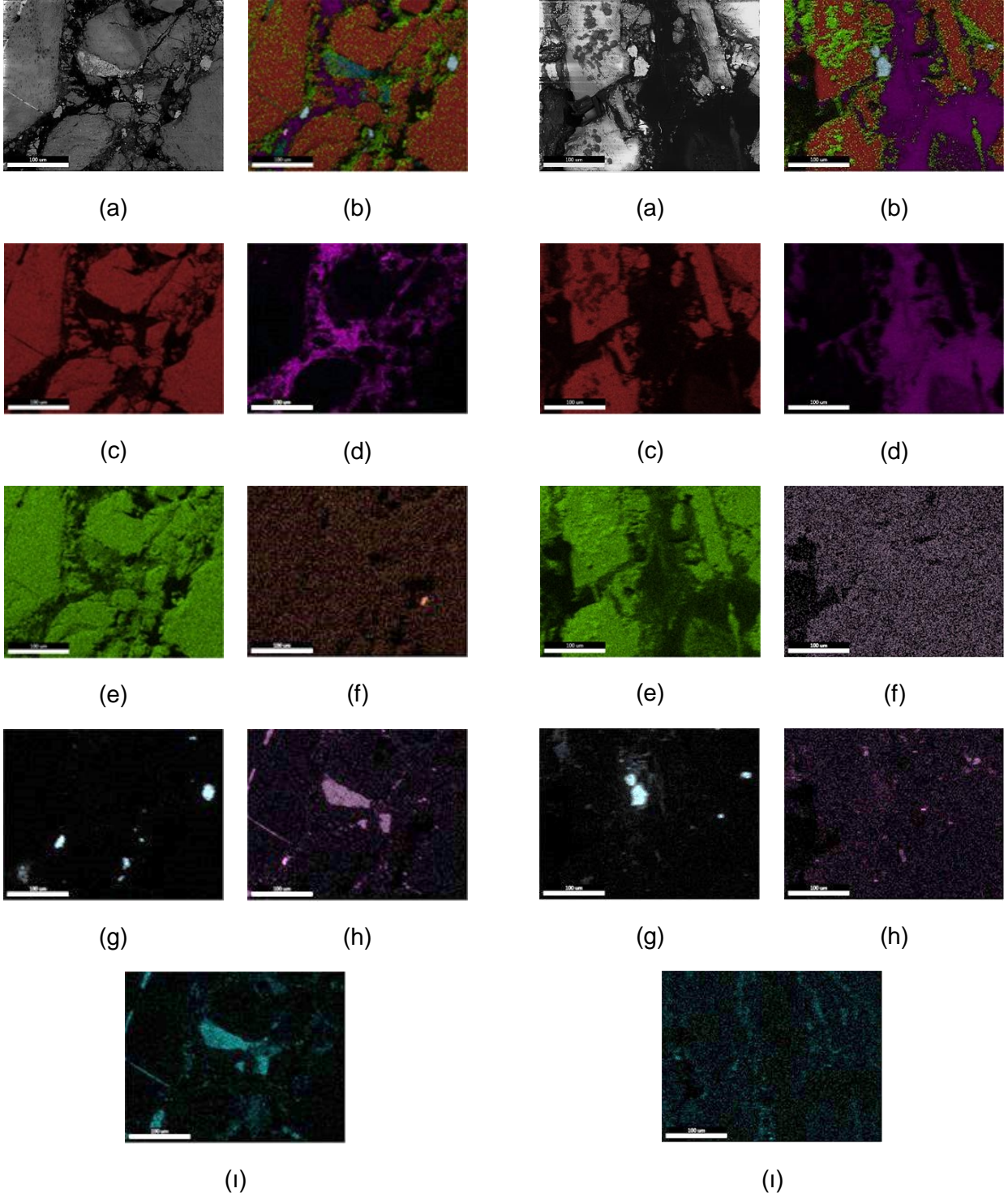


Şekil 6. Kompozisyonların SEM Görüntüleri a) KG1, b) KG2 ve c) KG3.

İçerisinde karbon kaynağı olarak sadece grafit bulunan KG1 numunesi, görüntüsünden de anlaşılacağı üzere MgO taneleri ile iyi etkileşim kurmuş ve yoğun bir yapı oluşturmuştur. Yapılan deneyler sonucunda da en iyi yoğunluk ve açık gözenek değerinin KG1 numunesinde olduğu görülmüştür.

Çizelge 5. Kompozisyonların EDX Analiz Sonuçları.

Element	KG 1	KG 2	KG 3
C	11	29	38
O	22	25	20
Fe	1	1	1
Mg	60	39	33
Al	2	3	3
Si	2	1	2
Ca	2	1	2

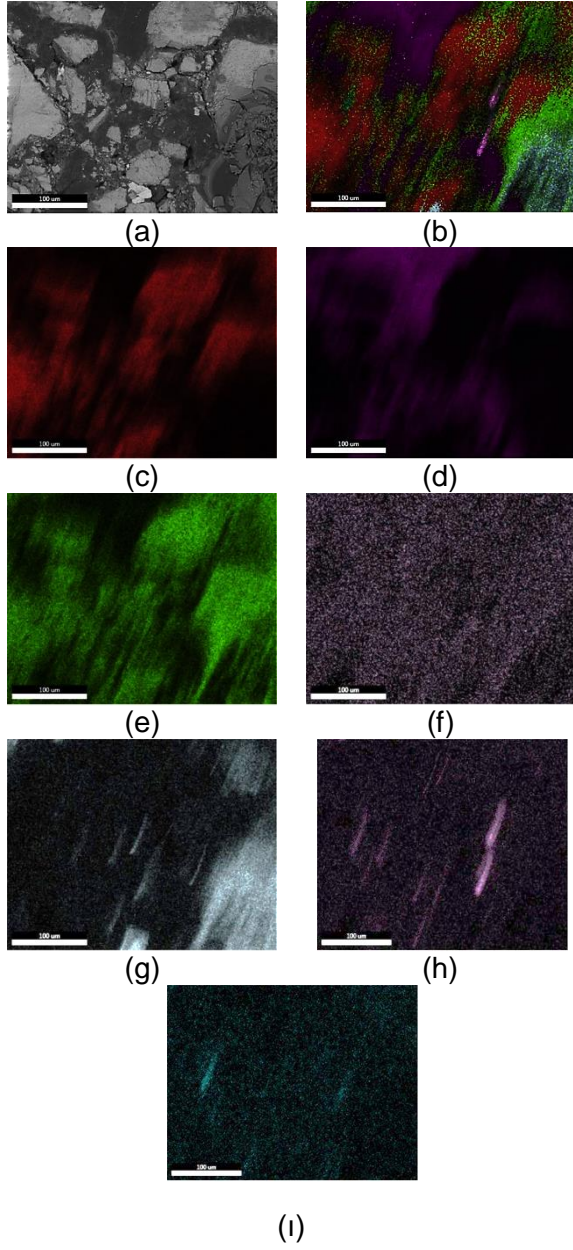


Şekil 7. KG 1 Numunesinin Haritalama Görüntüsü:
a) BSE Mikroyapı b) Renkli BSE Mikroyapı ve Elementel Analiz Dağılımı c) Mg, d) C, e) O, f)Fe, g) Al, h) Si, ı) Ca.

Şekil 8. KG 2 Numunesinin Haritalama Görüntüsü:
a) BSE Mikroyapı b) Renkli BSE Mikroyapı ve Elementel Analiz Dağılımı c) Mg, d) C, e) O, f)Fe, g) Al, h) Si, ı) Ca.

Sadece pirolitik katı kullanılan KG2 numunesinde, MgO tanesi ile pirolitik katı taneleri ara yüzeyinde kılcal çatlaklar ve gözenekler görülmüş; genel yapıda da siyah ile görülen iri gözenekler gözlenmiştir. Yoğunluğunun düşük olma sebebi bu hataların varlığı ile açıklanabilir ki en düşük yoğunluk ve açık gözenek değerlerine sahip olduğu hesaplanmıştır.

KG3 numunesi ise grafit ve pirolitik katı karışımı olduğundan, grafitin etkisinden dolayı KG2 numunesinden daha yoğun bir yapı oluşturmuştur, KG2 numunesindeki gibi derin çatlaklar içermediği görülmektedir. Pirolitik katı yapıyı grafit kadar etkili dolduramamış ve sadece grafitin kullanıldığı KG1 numunesi kadar yoğun bir yapı oluşturamamıştır. Pirolitik katının kullanımını yoğunluk ve açık gözenek değerlerini düşürdüğü gözlemlenmiştir.



Şekil 9. KG 3 Numunesinin Haritalama Görüntüsü: a) BSE Mikroyapı b) Renkli BSE Mikroyapı ve Elementel Analiz Dağılımı c) Mg, d) C, e) O, f) Fe, g) Al, h) Si, i) Ca.

Teşekkür

Bu çalışma 115M371 numaralı Tübitak projesi tarafından desteklenmiştir. Nesibe Sevde Ülvan'a teknik desteğinden dolayı teşekkür ederiz.

Kaynaklar

- [1] http://www.idc-online.com/technical_references/pdfs/chemical_engineering/Magnesia_Carbon_Refractory_Bricks_Granulometry.pdf
- [2] M. Guo, S. Parada, P.T. Jones, J. Van Dyck, E. Boydens, D. Durinck, B. Blanpain, P. Wollants, Degradation mechanisms of magnesia-carbon refractories by high-alumina stainless steel slags under vacuum, *Ceramics International* 33,1007, 2007.
- [3] B. Hashemi, Z.A. Nemati, M.A. Faghihi-Sani, Effects of resin and graphite content on density and oxidation behavior of MgO-C refractory bricks, *Ceramics International*, 1-7, 2005.
- [4] N. Schmitt, Y. Berthaud, J. Poirier, Tensile behaviour of magnesia carbon refractories, *Journal of the European Ceramic Society* 20, 2239-2248, 2000.
- [5] A.S. Gokce, C. Gurcan, S. Ozgen, S. Aydin, The effect of antioxidants on the oxidation behaviour of magnesia-carbon refractory bricks, *Ceramics International* 34, 323-330, 2008.
- [6] S.Zhang, N.J. Morriot, W.E.Lee, Thermochemistry and microstructures of MgO-C refractories containing various antioxidants, *Journal of the European Ceramic Society* 21, 1037-1047, 2001.
- [7] G. Lopez, J. Alvarez, M. Amutio, N.M. Mkhize, B. Danon, P. van der Gryp, J.F. Görgens, J. Bilbao, M. Olazar, Waste truck-tyre processing by flash pyrolysis in a conical spouted bed reactor, *Energy Conversion and Management* 142 523-532, 2017.
- [8] S. Frigo, M. Seggiani, M. Puccini, S.Vitolo, Liquid fuel production from waste tyre pyrolysis and its utilisation in a Diesel engine, *Fuel* 116, 399-408, 2014.
- [9] British Standard Testing of Engineering Ceramics, BS 7134 Section 1.2, 1989.
- [10] Köksal N.S., "Magnezya Esaslı Refrakter Malzemelerde Mekanik özelliklerin YSA ile Belirlenmesi", 5. Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu (IATS'09), Karabük, 2009.

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF BORON ON NiTi / Ni₃Al INTERMETALLIC FUNCTIONALLY GRADED MATERIAL PRODUCED BY SELF-PROGRESSIVE HIGH TEMPERATURE SYNTHESIS

KENDİ İLERLEYEN YÜKSEK SICAKLIK SENTEZLENMESİYLE ÜRETİLEN NiTi/Ni₃Al İNTERMETALİK FONKSİYONEL DERECELENDİRİLMİŞ MALZEMEYE BORUN ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Musa KILIÇ^a, Esra BATIBAY^a, Fatih Demir^a, Serkan BATI^a,
İbrahim Biliz^a

^aBatman Üniversitesi, Batman, Türkiye, E-mail: musa.kilic@batman.edu.tr

^aBatman Üniversitesi, Batman, Türkiye, E-mail: belinay.164@hotmail.com

^aBatman Üniversitesi, Batman, Türkiye, E-mail: fatih.demir@batman.edu.tr

^aBatman Üniversitesi, Batman, Türkiye, E-mail: serkan.bati4040@gmail.com

^aBatman Üniversitesi, Batman, Türkiye, E-mail: ibrahim.biliz@batman.edu.tr

Özet

Bu çalışmada malzeme üretiminde yeni teknolojiler arasında yer alan kendi ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (self-propagating high temperature synthesis = SHS) yöntemi kullanılarak bor katkılı NiTi/Ni₃Al intermetalik fonksiyonel derecelendirilmiş malzeme (FDM) üretilmiştir. FDM üretiminde kullanılacak olan Ni-Ti-Al tozları element olarak temin edildikten sonra % 50 Ni - % 50 Ti ve % 75 Ni - % 25 Al atomik oranlarda karıştırılmış ve bu karışımlara ilave olarak %1,2,3 oranlarında bor tozları eklenmiştir. Daha sonrasında, homojen bir karışım oluşturabilmeleri için tozlar 12 saat karıştırılmış ve 40 MPa basınç altında kompaktlanmıştır. Kompaktlanan tozlar sabit ön ısıtma sıcaklığı kullanılarak ateşlenmiştir. Yapılan deneysel çalışma sonucunda SHS yöntemi kullanılarak bor katkılı NiTi/Ni₃Al toz karışımının tek kalıpta preslenerek sentezlenmesiyle tek parça fonksiyonel bir malzemenin başarıyla üretilebileceği görülmüştür. Mikrosertlik testleri sonucunda, sertlik değerlerinin NiTi kısmında daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Mikroyapı analizlerinde ise NiTi kısmında gözenek formlarının Ni₃Al'a göre daha büyük olduğu görülürken Ni₃Al ise gözeneklerin küçük ancak daha yoğun olduğu görülmüştür.

Anahtar kelimeler: İntermetalik, FDM, SHS, NiTi, Ni₃Al

Abstract

In this study, boron doped NiTi / Ni₃Al intermetallic functional graded material (FGM) was produced by using self-propagating high-temperature synthesis (SHS) method which is one of the new technologies in material production. Ni-Ti-Al powders to be used in the production of FGM, were provided as elements, then 50% Ni - 50% Ti and 75% Ni - 25% Al were mixed at atomic ratio and 1,2,3% boron powders were added into these mixtures. Afterwards, the powders were mixed for 12 hours to form a homogeneous mixture and compacted under the prepressure of 40 MPa. Compacted powders were ignited under constant preheating temperatures. As a result of the experimental study, it was seen that boron doped NiTi / Ni₃Al powder mixture was synthesized by

pressing in one mold and a single functional material could be successfully produced by using the SHS method. As a result of microhardness tests, hardness values were found to be higher in NiTi side. In the microstructure analysis, it was seen that pore forms in NiTi side were larger than Ni₃Al side, whereas pore form of Ni₃Al was small but more dense.

Keywords: Intermetallic, FGM, SHS, NiTi, Ni₃Al

1. Giriş

Fonksiyonel dereceli malzemelerin, karakterizasyonu da dâhil olmak üzere, özellikleri ve üretim yöntemleri malzeme biliminin hızla gelişen yeni bir alanıdır. Bu yeni malzeme kavramı adezyonu artırmak ve yeniden kullanılabilir roket motorları için geliştirilmiş metal seramik kompozitlerdeki termal gerilmeleri en aza indirmek için önerilmiştir. Fonksiyonel dereceli malzemeler fikri Japonya'da 1980'lerin başında önemli ölçüde gelişmiştir. 15 sürecince ulusal bir program kapsamında fonksiyonel dereceli malzeme çalışmaları düzenli bir şekilde devam etmiştir [1-3].

Fonksiyonel derecelendirilmiş malzeme üretiminde birçok yöntem kullanılmasına rağmen en yaygın olarak bildirilen imalat yöntemleri: kimyasal çöktürme, fiziksel çöktürme, toz metalürjisi (T/M)yöntemi, santrifüj döküm, plazma püskürtme, lazer kaplama, buhar çöktürme ve yanma sentezlenmesidir. Bu yöntemler içerisinde yer alan T/M, plazma püskürtme, lazer kaplama ve buhar biriktirme yöntemleri yoğun enerji ve pahalı ekipmanlar gerektirir. T/M süreçlerinde gözlenen başka bir sorun sıcak presleme veya sıcak izostatik presleme aşamasında oluşan katmanlı yapının bozulmasını içerir. FDM'lerin imalatı için belki de ne dikkat çekici yöntem KKIYSS yöntemidir. Yanma sentezlenmesi adı verilen bu yöntem FDM'lerin üretiminde hızlı, ucuz ve güvenilir yöntem sunmaktadır.

Bu yöntemde pahalı cihaz ihtiyacı duymadan gerekli olan enerji bileşenler arasında oluşan ekzotermik reaksiyon tarafından sağlanmaktadır [4-5].

Bu sentezlemede, karıştırılan tozlardan üretilen bir briket (kompakt), bir ucundan bir tungsten bobin yardımı ile ateşlenir ve bu uçta başlayan reaksiyon bir dalga şeklinde ilerleyerek, tozların bir kısmını yakar geri kalanını da sıcaklığın etkisi ile ergitir ve nihai ürünü meydana getirir. Yanma sentezlenmesi NiAl-Al₂O₃ FDM ve TiC-NiAl FDM uygulamaları için kullanıldığı gibi, yoğun TiC-Ni FDM'ler üretmek ve ısı bariyer malzemesi olarak kullanmak Ni₃Al/Al₂O₃ + TiB₂ FDM sistemlerinin araştırılması için de kullanılmıştır [5-7].

Kılıç v.d., Kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezlemesi (KKIYSS) tekniği ile Ni₃Al/NiAl/NiTi bileşiklerinden oluşan üç tabakalı bir FDM üretimini başarılı bir şekilde gerçekleştirmişlerdir [8] Zhang ve diğ. (1995) disk şeklinde üretmiş oldukları TiC-Ni₃Al fonksiyonel derecelendirilmiş malzemesinin termal gerilmeleri, bir aksenel simetrik sonlu elemanlar yöntemi kullanarak hesaplamışlardır. Yapmış oldukları test sonucunda termal genişleme katsayısı için sayısal sonuçların iyi uyum göstermiş olduklarını belirlemişlerdir [10]. Lei ve diğ. 2004'te yapmış oldukları bir çalışmada Ni-Al sistemli fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin SHS ile başarıyla üretilebileceğini, geleneksel sinterleme ile karşılaştırıldığında, lazer sinterlemenin daha iyi özelliklere sahip numuneler elde edilmesini sağlayacağını ifade etmişlerdir [11].

Özdemir ve diğ. 2010'da yapmış oldukları çalışmada ~%99 yoğunluktaki NiAl bileşimini basınç destekli yanma sentez ile başarılı bir şekilde üretilebileceğini, göreceli yoğunluğunun %99.6 ve NiAl malzemelerin oksidasyon aktivasyon enerjisi 156 kJ / mol olduğu sonucuna varmışlardır [12].

2. Malzeme ve Yöntem

2.1. Tozların Temini

FDM 'lerin üretiminde kullanılan Nikel, Titanyum, Alüminyum tozları Elista Kimya Ltd. Şirketi aracılığıyla (% 99,5 saflıkta Ni, % 99,5 saflıkta Al ve %99,5 Ti) yurt dışından temin edildi. Tozların ortalama büyüklüğü -325 mesh halinde ticari olarak temin edilmiştir.

Bor tozu ise tedariki ise fakültemizden sağlanmıştır. Tablo 2.1 çalışmada kullanılan tozların özellikleri verilmiştir.

Tablo 2.1: Deney çalışmasında kullanılan tozların özellikleri

Malzeme	Saflık derecesi (%)	Toz Boyutu	Erime Sıc. (°C)	Özgül Ağırlık (gr/cm ³)
Nikel	99.5	-325	1453	8.908
Alüminyum	99.5	-325	660.4	2.7
Titanyum	99.5	-325	1680	4.507
Bor	96.21	1.5 µm	2076	2.34

2.2. Numunelerinin Hazırlanması

Üretim işleminden önce, ticari olarak temin edilen tozlar atomik oranda Ni - Al, Ni₃ - Al ve Ni - Ti tozları farklı kaplar içerisinde, homojen bir karışım sağlamak için özel olarak tasarlanan dönen bir kap içerisinde % 1,2 ve 3 Bor ilave edildikten sonra karıştırma makinesinde 300 Rpm devir/dakika ile 12 saat süreyle karıştırıldı. Karıştırılan tozlar çelik bir toz kompaktlama kalıbı içerisinde 40 MPa basınç altında soğuk preslendi.

2.3. Deney Çalışmalarında Kullanılan Ateşleme Ünitesi

Preslenen parçaların ön ısıtmalarını ve ateşleme işlemini gerçekleştirmek amacıyla tasarlayıp imal ettiğimiz manuel kontrollü bir ateşleme ünitesi kullanılmıştır (Şekil 2.1). Bu ateşleme ünitesi düzeneği 4 ana bileşenden oluşmaktadır. Bunlar; ön ısıtma odacığı, ateşleme merkezi ve haznesi, sıcaklık ayar düğmesi ve argon gazı giriş ve çıkış bölümlerinden oluşmaktadır.



Şekil 2.1. Ateşleme ünitesi

2.4. Üretim Parametreleri

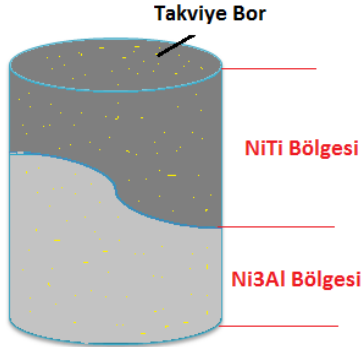
Deneylerde; fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin üretiminde daha önce yapılan çalışmalar ve KIIYSS yönteminin niteliği dikkate alınarak mikroyapı ve mekanik davranışlar borun etkisi incelenmiştir. Kullanılan işlem parametreleri Tablo. 2.2'de verilmiştir.

Tablo 2.2. Deneysel çalışmada değişken olarak kullanılan bor oranları

Numune No	NiTi (% Bor)	Ni ₃ Al (% Bor)
N1	Saf	Saf
N2	1	1
N3	2	2
N4	3	3

2.5. Üretim İşleminin Uygulanması

Preslenmek için karıştırılan tozlar Şekil 2.2'de gösterilen düzende, kalıp içerisine yerleştirilmiş ve hidrolik bir preste, 40 MPa basınç altında preslendikten sonra çıkarılmıştır.



Şekil 2.2 Tozların kompaktlama şematik şekli

Preslenmiş numuneler, Şekil 2.1'de verilmiş olan ateşleme ünitesinde ön tavlandıktan sonra, ateşlenmişlerdir. Numuneler ateşlendikten sonra ekzotermik reaksiyon ısıyla yayılarak tüm numuneye yayılmıştır.

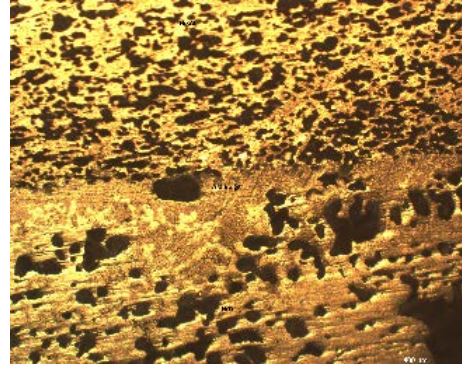
2.6. Metalografik İncelemeler

KKİYSS yöntemi ile üretilen numunelerin yüzey karakteristiklerini belirlemek için, dijital fotoğraf makinası kullanılarak makro yüzey fotoğrafları çekilmiştir. Üretim sonrası, numunelerin birleşme bölgesinde ve ara yüzeyinde meydana gelen yapısal değişimi belirlemek amacıyla; numuneler birleşme hattına dik doğrultuda kesilerek, yüzeyleri 80-1200 mesh'lik zımpara ile zımparalanmıştır. Zımparalamadan sonra 3 µm' lik elmas pasta ile parlatılmıştır. Parlatma işlemi sonrası numunenin makro görüntüsü Şekil 2.3'de gösterilmiştir.



Şekil 2.3. Numunenin makro görüntüsü

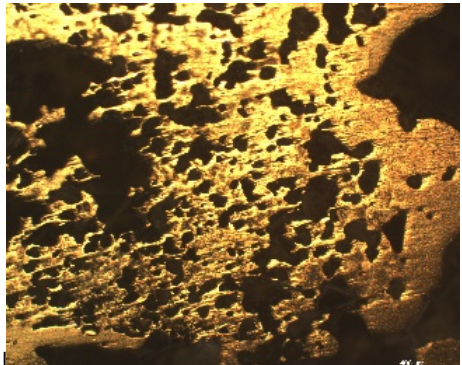
2.7. Mikroyapı



Şekil 2.4a Ara bölge



Şekil 2.4b Ni₃Al bölgesi



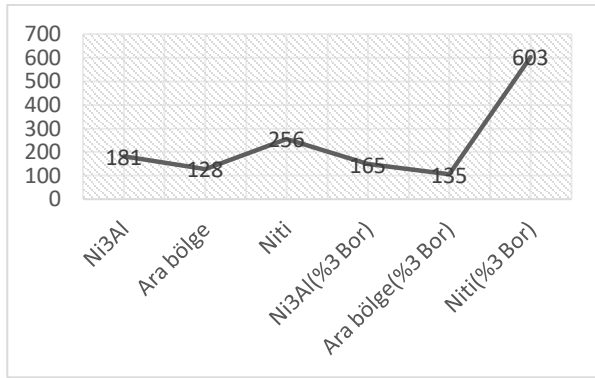
Şekil 2.4c NiTi bölgesi

Ateşleme işlemi sonrası sentezlenen numunenin dağlama işlemi sonrası ana malzeme ve ara yüzeyinden alınan optik mikroyapı fotoğrafları Şekil 2.4 a,b,c'de verilmiştir. Mikroyapı görüntülerinde görüldüğü gibi numunede herhangi bir çatlak görülmediği, NiTi bölgesinde gözenek boyutu büyük iken Ni₃Al bölgesinde ise gözenekliliğin daha yoğun bir yapıda olduğu belirlenmiştir. Ateşleme işlemi NiTi kısmında gerçekleştiği için yanma dalgası NiTi'den Ni₃Al'a doğru gerçekleşmiş olup NiTi Ni₃Al'a doğru bir difüze olduğu görülmüştür.

2.8. Mikrosertlik

40 Mpa presleme basıncı kullanılarak preslenen ve sabit ön ısıtma sıcaklığında sentezlendikten sonra elde edilen numuneden alınan değerler Şekil 2.13'de gösterilmiştir. % 3 bor ilaveli numuneden alınan sertlik değerleri sonucunda en yüksek sertlik değeri 603 Hv bölgesi olurken, Ni₃Al bölgesinde ise 148 Hv olmuştur. Ara bölgeden alınan sertlik değerleri ise 135 HV değeri elde edilmiştir.

Takviyesiz numuneden alınan verilerden en yüksek sertlik değeri 256 Hv ile NiTi bölgesinden elde edilmiştir. Bu değerlerin ardından ortalama 181 Hv değeri ile Ni₃Al tarafı takip etmiştir. Ara bölgeden alınan sertlik değerleri ise 128 Hv değeri elde edilmiştir.



Şekil 2.13 Sertlik sonuçları grafiği

3. Sonuçlar

40 Mpa presleme basıncı, 200 ön ısıtma sıcaklığında parametreleri kullanılarak üretilen % 1,2 ve 3 Bor katkılı NiTi-Ni₃Al ikili yapısının makroyapı, mikroyapı ve mikrosertlik analizleri neticesinde aşağıdaki genel sonuçlara ulaşılmıştır.

Sonuçlardan, %1,2,3 değerlerinde bor ilavesiyle KKİYSS yöntemi fonksiyonel derecelendirilmiş malzemenin üretilebileceği belirlenmiştir.

Sentezlenen numunenin makro fotoğrafından gözenekliliğin Ni₃Al kısmında daha yoğun olduğu görülürken NiTi kısmında daha büyük gözeneklerin ve yanma hollerinin yer aldığı görülmektedir.

KKİYSS yöntemi ile atşelenen numunelerde numune bütünlüğünün bozulduğu makro resimden tespit edilmiştir.

Mikrosertlik analizlerinden elde edilen sonuçlarda en yüksek değerlerin NiTi bölgesinden elde edildiği en düşük değerlerin ise ara bölgeden elde edildiği belirlenmiştir.

Teşekkür

TÜBİTAK-BİDEB 2209/A Üniversite Öğrencileri Araştırma Projeleri Destekleme Programı kapsamında desteklerini sunmuş olan TÜBİTAK'na teşekkür ederiz.

4. Kaynaklar

- [1] Koizumi M., FGM Activities in Japan, Composites Part B: Engineering, 28(1-2), 1-4, 1997.
- [2] Kieback B, Neubrand A, Riedel H., Processing Techniques for Functionally Graded Materials, Materials Science and Engineering: A, 362(1-2), 81-106, 2003.
- [3] Sobczak JJ, Drenchev L., Metallic Functionally Graded Materials: A Specific Class of Advanced Composites, Journal of Materials Science & Technology, 29(4), 297-316, 2013.
- [4] Burkes DE, Moore JJ., Microstructure and Kinetics of a Functionally Graded NiTi-TiC_x Composite Produced by Combustion Synthesis, Journal of Alloys and Compounds, 430(1-2), 274-281, 2007.
- [5] Mahamood RM, Esther TAM, Shukla M, Pityana S., Functionally Graded Material: An overview, Proceedings of the World Congress on Engineering, London, United Kingdom, July, 4-6, 2012.
- [6] Morris GD, Muñoz-Morris, MA., Intermetallics: Past, Present and Future, Revista de Metalurgia, 41(Extr), 498-501, 2005
- [7] Ergin N., Fe-Al İntermetalik Malzemenin Basıncı Destekli Hacim Yanma Sentezi ile Üretimi ve Özelliklerinin İyileştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Sakarya, Türkiye, 2007.
- [8] Kılıç, M., Kırık, İ., Kurt, B., Orhan, N., Ön Isıtma Sıcaklığının Ni₃Al/NiAl/NiTi Bileşiklerinden Oluşan Fonksiyonel Derecelendirilmiş Malzemenin Yapısına Etkisinin İncelenmesi, Pamukkale Univ Muh Bilim Derg, 21(8), 358-364, 2015 (15. Uluslararası Malzeme Sempozyumu Özel Sayısı).
- [9] Zhang ML, Liu J, Yuan ZR, Hirai T., Properties of TiC-Ni₃Al Composites and Structural Optimization of TiC-Ni₃Al Functionally Gradient Materials, Materials Science and Engineering 203(1-2), 272-277, 1995.
- [10] Chen L, Jiandong H, Guo Z, Lou Q, Wang Z., Ni-Al Functionally Graded Materials by Laser Self-Propagating High-Temperature Synthesis, Materials Transactions, Materials Transactions, 45(9), 2791-2793, 2004.
- [11] Özdemir O, Zeytin S, Bindal C., A Study on NiAl Produced by Pressure-Assisted Combustion Synthesis, Vacuum, 84(4), 430-437, 2010.

THE EFFECT OF MAGNESIUM, TEMPERATURE AND NANO-SIZED MAGNESIUM OXIDE ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF METAL MATRIX COMPOSITES

METAL MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE MAGNEZYUM, SICAKLIK VE NANO MAGNEZYUM OKSİTİN ETKİLERİ

Halil İbrahim KURT^{a*}, Musa YILMAZ^b, Necip Fazıl YILMAZ^b ve Murat ODUNCUOĞLU^a

^{a*}Teknik Bilimler MYO, Gaziantep Üniversitesi, Gaziantep, Türkiye, E-mail:hiakurt@gmail.com

^bMakine Mühendisliği Bölümü, Gaziantep Üniversitesi, Gaziantep, Türkiye, E-mail:musayilmaz27@yandex.com

^aMakine Mühendisliği Bölümü, Gaziantep Üniversitesi, Gaziantep, Türkiye, E-mail:nfyilmaz@gantep.edu.tr

^bTeknik Bilimler MYO, Gaziantep Üniversitesi, Gaziantep, Türkiye, E-mail:murat@gantep.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, alüminyum-magnezyum alaşımı matris olarak ve nano MgO partiküller güçlendirici olarak kullanılmıştır. Farklı oranlarda magnezyum içeren matris malzemesine farklı ağırlık oranlarında MgO nano partiküller ilave edilmiş ve 700 ve 800 °C'de karıştırma döküm yöntemi metal matrisli kompozitler üretilmiştir. Karıştırma işlemi 300 rpm hızında 5 dk olarak uygulanmıştır. Üretilen kompozitlerin mikroyapıları optik ve taramalı elektron mikroskobu ile mekanik özellikleri ise sertlik, porozite ve basma testleri yapılarak belirlenmiştir. Sıcaklık, magnezyum ve nano-boyutlu MgO ilavesi parametrelerinin etkileri araştırılmıştır.

Anahtar kelimeler: Nano-boyutlu MgO, metal matris kompozit, alüminyum metal matrisli kompozit.

Abstract

In this work, aluminum-magnesium alloy was used as matrix and nano-sized MgO particles were used as reinforcement agent. In the present study, aluminium metal matrix composites were fabricated by adding different weight fractions of magnesium (Mg) and reinforced with MgO nanoparticles. The metal matrix composites were produced by using conventional stir casting process at different temperatures as 700, 800 and 900 °C. The molten metal is mixed by using mild steel impeller at speed 300 rpm for 5 minutes. The effect of process parameters of temperature, magnesium and nano-sized MgO addition on the distribution of particle in the matrix and the resultant mechanical properties are investigated by microstructure analysis by using optical and scanning electron microscopy, mechanical properties by hardness distribution, porosity and compression tests.

Keywords: Nano-sized MgO, metal matrix composite, aluminium matrix composite.

1. Giriş

Günümüzde metal matris kompozitlerin üretim yöntemlerinden biri olan döküm ticari olarak uygulanabilirliği, basitliği, esnekliği, maliyet avantajı ile büyük miktar üretime uygulanabilirliği nedeniyle endüstride

birçok alanda kullanılan bir metottur [1]. Ürün tasarımı ve üretimi sektörlerinde malzeme seçimi önemli bir adım olup ürünün fonksiyonelliğine göre hafiflik (hareketli sistemlerde), mukavemet (dayanıklılık), maliyet (fiyat) ve seri üretime uygunluk (üretim için çok fazla ön hazırlık gerektirmeme) kriterleri göz önünde bulundurularak yapılmaktadır. Enerji ihtiyacının hızla artması ile birlikte alüminyumun dayanıklılık/hafiflik oranı, yoğunluk ve mukavemeti çelikle kıyaslandığında birçok sektörde kullanım alanı bulmuştur. Alüminyumun birçok metal ile alaşımı yapılabilmektedir. Farklı güçlendirici parçacıklar eklenerek farklı deney parametreleri kullanılarak yeni Al metal matrisler elde etmek için birçok araştırmalar yapılmaktadır. Üretilen metal matrisli kompozit malzemelerin karakteristik özellikleri güçlendirici olarak eklenen parçacıklara bağlı olarak değişmektedir [2]. Magnezyum metali düşük yoğunluğa sahip olup yüksek ses absorpsiyonu sayesinde birçok sektörde kullanılmaktadır. Al-Mg alaşımları, yüksek mukavemet ve sünekliğe bağlı olarak hafif alaşımlar teknolojisinde önemli bir rol oynamaktadır [3]. Magnezyumun metalinin düşük eylemsizliği, hızlı hareket eden parçalar için bir avantajdır. Al eriyikte mevcut olabilecek alüminyum oksitini yanı sıra ara yüzeyde oluşan alüminyum oksidi azaltılmaktadır için kullanılmaktadır [4]. Dislokasyonların hareketini engelleyecek her türlü etken malzemede dayanım artışına yol açacaktır. Mg atomlarının katı çözeltilde Al atomları ile yer değiştirmesi ile mekanik deformasyon esnasındaki dislokasyon hareketi engellenerek yüksek uzama değerlerine ulaşılabilir [5]. Metal matris bileşenleri, seramiğin yüksek sertliğini ve metallerin sünek halini birleştirir [6]. Alaşımlarının dayanımlarının artırılması alaşımlama, pekleşme, tane boyutu küçültülmesi ve çökeltme sertleşmesi ile sağlanır [2]. Al matrisinin oksitler gibi sert parçacıklarla güçlendirilmesi, her iki fazın özelliklerinin uygun bir kombinasyonunu sağlar ve bu da kompozitlerin fiziksel ve mekanik özelliklerini geliştirir. Bu makalede, döküm yöntemi ile üretilen Al-Mg (ağırlıkça % 1,0 3,0 ve 5 Mg) matris içerisine eklenen MgO (ağırlıkça 0,5, 1,0 ve 1,5%) ve 3 farklı döküm sıcaklığının sertlik, yoğunluk, porozite ve özelliklerine ve mikroyapıya etkisi araştırılmıştır.

İkinci bölümde, metal matris kompozitlerinin döküm sürecinde matris metalin eritilmesi, sıcaklık, nano-boyutlu güçlendirici partiküllerin eklenmesi ve karıştırma süresinin ve karıştırma hızının bileşimi gibi karıştırma parametreleri

deney düzeneği, uygulamış olduğumuz sıralama ve kullanılan parametreler anlatıldı ve son bölümünde ise bu parametrelerin üretilen metal matrisli kompozitlerin mikroyapı ve mekanik özelliklerine etkileri tartışılıp, elde edilen sonuçlar eklendi.

2. Materyal Metot

Al metal kompozitlerin döküm yöntemi ile üretimi için seçilen ağırlıkça oranlara ait kullanılması gereken Mg, MgO ve Al miktarları hassas terazi ile ölçülerek kullanıma hazır hale getirildi. Al metal matrisi ile birlikte grafit potaya sırasıyla ağırlıkça 1,0, 3,0 ve 5,0 % Mg oranlarında eklendi ve rezistanslı ısıtma ocağına yerleştirildi. Matris alaşımı olarak saf alüminyum (%99,95) metal plakalar ve saf magnezyum (%99,90) kullanılarak döküm yöntemi ile üretildi. Döküm yöntemi ile üretilebilen bu metal kompozitlerin başlıca problemleri eklenen partiküllerin sıvı metal ile yeterince ısıtılmaması ve partiküllerin homojen dağıtılamamasıdır [7]. Bu problemleri aşmak için partiküller önceden ısıtılmış, karıştırma işlemi uzun tutulmuştur. Pota içerisindeki ergiyen alaşımın gaz çıkışını sağlamak ve kirlilikleri gidermek amacı ile flux toz kullanıldı. Sıvı alüminyum döküm alaşımları dış ortamdan büyük ölçüde etkilenir. Hidrojen gazı ise erimiş alüminyum içerisinde çözünen tek gazdır. [8]. Eriyik argon gazı koruyucu atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Güçlendirici olarak ağırlıkça % 0,5, 1,0 ve 1,5 oranlarında hava ile teması azaltmak için folyaya sarılmış olan ve 300 °C'de bir saat bekletilerek ısıtılmış olan MgO partikülleri eklenerek potanın ağızı kapatıldı. Yüksek saflıkta argon gazı ortamında 300 devir/dakika hızında 5 dakika mekanik karıştırıcı ile karıştırma işlemi yapıldı. Döküm sıcaklığı K-tipi termokupl ile ölçülerek 700 ve 800 °C olarak ayarlandı ve çelik kalıplara döküm yapıldı.

3. Bulgular ve Tartışma

Üretilen numuneler zımparalama ve parlatma makinasında 320, 600 ve 1000 Grade arası SiC su zımparaları kullanılarak parlatılmış, daha sonra dağlama Keller's çözeltisi (2 ml HF + 3 ml HCl + 5 ml HNO3 + 190 ml Distilled water) ile 30 saniye sürede dağlanmıştır.

Kompozitin teorik ve deneysel yoğunluk değerleri ve porozite sonuçları Tablo 1'de verildi. Gaz porozitesi alüminyum alaşımlarını etkileyen önemli kusurlardan birisidir. Döküm sırasında oluşan türbülans, yetersiz besleme, gaz çökmesi porozite oluşumuna neden olmaktadır [9].

Oluşan porozite döküm ürünlerinin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir. Bu nedenle bu kusurların minimuma indirilmesi gerekmektedir [8]. Porozite oranı hesaplarken aşağıda verilen denklemden faydalanılmıştır [9].

Tablo 1. Takviye oranına bağlı yoğunluk değişimi

Sıcaklık (°C)	Mg (wt %)	MgO (wt %)	Yoğunluk (g/cm ³)		Porozite (%)
			Deneysel	Teorik	
700	1,0	0,5	2.6920	2.6961	0.154

	3,0	1,0	2.6261	2.6816	2.113
	5,0	1,5	2.6397	2.6672	1.042
800	1,0	1,0	2.5956	2.7006	4.046
	3,0	1,5	2.6581	2.6861	1.055
	5,0	0,5	2.5831	2.6580	2.898

$$\% \text{ porozite} = 100 \frac{\rho_{\text{teorik}} - \rho_{\text{deneysel}}}{\rho_{\text{teorik}}}$$

Burada ρ_{teorik} ve ρ_{deneysel} numunelere ait yoğunlukları göstermektedir. Numunelerin yoğunlukları ve porozite ölçümü, hacimsel ölçüm (arşimet) incelemeler ile belirlenmiştir. Denklemden faydalanılarak hesaplanan porozite oranı ve tam yoğunluk değerleri de tabloya eklenmiştir.



Şekil 1. Al-Mg/MgO kompozitin a) 700 °C, 1 % Mg, 0,5 % MgO b) 800 °C, 1 % Mg, 1 % MgO 10x büyütmede optik mikroskobu görüntüsü

Döküm metal matrisli kompozitlerde Numunenin mekanik özellikleri homojen dağılım, gözenek yapısına ve gözenekliliğe duyarlıdır. Üretilen numuneler de gözenek oranı nispeten az olmakla birlikte MgO matris içerisinde homojen dağılmıştır.

Numunelerin sertlik tayini için Matsuzawa DXT-3 Universal sertlik cihazında Rockwell 15T sertlik ölçüm metoduyla 10 farklı noktadan alınan sonuçların ortalaması alınarak bulundu.

Numunelere ait sertlik ve basma deęerleri Tablo 2.'de verilmektedir. Tüm basma deneyleri 50 kN yük ve 1 mm/dakika hızı ile yapıldı. Numunelerin mikroyapıları Nikon MA-100 optik mikroskop kullanılarak alındı.



Şekil 2. Basma Deney düzeneęi.

Al-Mg/MgO kompozitlerin sertlik 700°C için 71,6 HV 800°C için 64 HV olarak maksimum elde edilmiştir. Magnezyum ve magnezyum oksit oranlarında artış ile sertlik deęerleri artmaktadır.

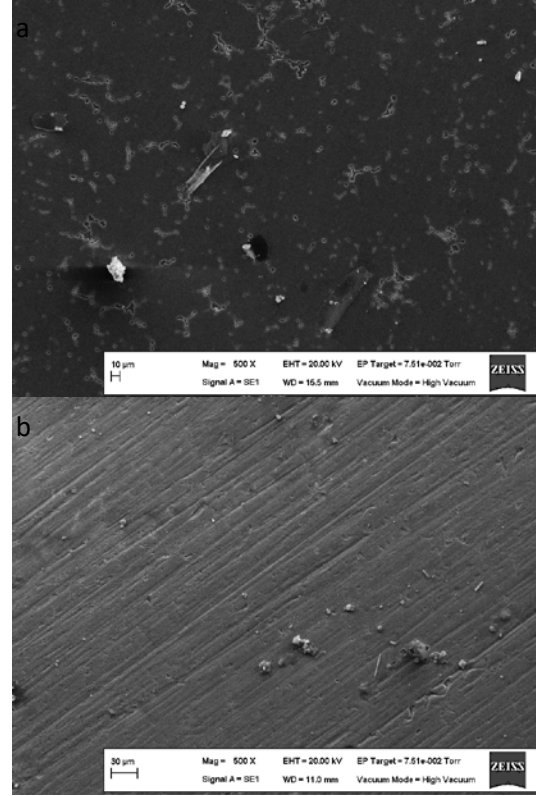
Tablo 2. Sertlik deęiřimi

Sıcaklık (°C)	Mg	MgO	Sertlik	Compression Yield Strength (N/mm ²)	Compression Strength (N/mm ²)
700	1,0	0,5	43,7	133,11	636,63
	3,0	1,0	60,5	110,77	630,36
	5,0	1,5	71,6	129,48	621,31
800	1,0	1,0	45,0	111,76	653,16
	3,0	1,5	64,0	147,61	611,92
	5,0	0,5	43,7	111,55	673,15

MgO partiküllerin Zeiss EVO 50 Taramalı Electron Mikroskop kullanılarak görüntüldü.

Kompozitlere ait SEM görüntülerine göre MgO parçacıklarının dağılımında farklılıklar görülmektedir. Nano-MgO güçlendiricilerin, Al-Mg matris içerisindeki dağılımlarının homojen olduęu ve yer yer toplanma sorununun mevcut olduęu söylenebilir. Matris Al-Mg ile güçlendirici nano-MgO parçacıkları ara yüzeyinde bazı boşlukların oluşmuş fakat sayıları oldukça düşüktür. Partiküllerin Al ile ıslatabilirlięini artırmak için güçlendirici ile matrisin iyi baę oluřturması ve bu nedenle beklenen özelliklerde gelişme elde etmek amacıyla matris alařıma alařımla yapılması (Mg ilavesi gibi) fayda etmektedir [10]. Kısmen güçlendirici parçacıklarda toplanma meydana geldięi görüldü. Bu sonuçlardan da anlaşılacağı üzere Al-Mg matris ve MgO partikülleri homojen dağılmıř, porozite

oranları düşük olması döküm yöntemi ile kompozitin üretilebilirlięi gösterildi.



Şekil 3. Al-Mg/MgO kompozitin a) 700 °C, 5 % Mg, 1,5 % MgO b) 800 °C, 5 % Mg, 0,5 % MgO SEM mikroskobu görüntüsü

4. Sonuçlar

Alüminyum, magnezyum ile dayanımı, süneklik, işlenebilme özellikleri, dökülebilirlięi ve korozyon direncini iyileřtirmek için alařımlandırılır. Magnezyum içeren Al alařımlarda çökeltme sertleşmesi görüldü. Al-Mg matrisli alařımlara nano-boyutlu MgO güçlendirici eklenerek karıřtırma döküm teknięi ile argon altında 700-800 ° C sıcaklık aralıęında üretilen kompozitlerin yoğunluk, porozite, basma, sertlik özellikleri ve mikro yapıları araştırıldı.

Bu çalışmada elde edilen sonuçlar ařağıdaki gibi özetlenebilir. Kompozitler karıřtırma döküm yöntemi ile üretilmiş olup güçlendirici ana matriste homojen olarak dağılmaktadır. Matris içerisine ilave edilen partikül takviye oranı arttıkça matrisin sertlięi artmaktadır. En yüksek sertlik 800 °C döküm sıcaklıęında %5,0 Mg, %1,5 MgO ile güçlendirilen kompozitte 71,6 olarak elde edilmiştir. Maksimum akma basma mukavemeti 800°C %1,5 MgO ve % 3 Mg ilavesi ile elde edilmiştir. Mg ilavesi porozite oranını ve yoğunluk deęerlerini azaltırken güçlendirici ilave porozite ve yoğunluk deęerlerini artırmaktadır.

Bu çalışmada Gaziantep Üniversitesi Bilimsel Arařtırma Projeleri (BAP) Koordinatörlüęü tarafından (Proje No: GTBMYO16.01) desteklenmiştir.

5. Referanslar

1. Kurt, H. and M. Oduncuoglu, 2015. Formulation of the Effect of Different Alloying Elements on the Tensile Strength of the in situ Al-Mg₂Si Composites. *Metals*, 5(1): p. 371-382.
2. Campbell, J., Castings. 2003: Elsevier Science.
3. Furukawa, M., et al., 1996. Microhardness measurements and the Hall-Petch relationship in an Al-Mg alloy with submicrometer grain size. *Acta Materialia*, 44(11): p. 4619-4629.
4. Contreras, A., E. Bedolla, and R. Pérez, 2004. Interfacial phenomena in wettability of TiC by Al-Mg alloys. *Acta Materialia*, 52(4): p. 985-994.
5. Cuma, K., *Sıkıştırma döküm yöntemiyle üretilmiş ve soğuk haddelenmiş AlMg3/SiCp kompozitinin aşınma özelliklerinin incelenmesi*, in *Makina Mühendisliği*. 2008, Trakya Üniversitesi: Edirne.
6. Mahmood, S.Z. Preparation of Al-Mg/MgAl₂O₄ metal matrix composite using stir casting and its comparing its effect on mechanical and morphological behaviour with base Al-Mg alloy and Al-Mg/Al₂O₃ composite.
7. Committee, A.F.s.S.A.o.C.D., Analysis of Casting Defects/Döküm Hataları Atlası. 2014: American Foundrymen's Association / Türkiye Döküm Sanayicileri Derneği.
8. Haghayeghi, R., H. Bahai, and P. Kaprano, 2012. Effect of ultrasonic argon degassing on dissolved hydrogen in aluminium alloy. *Materials Letters*, 82: p. 230-232.
9. Metin, K., 2001. Al₂O₃ Partikül Takviyeli 2024 Alüminyum Metal Matriksli Kompozitlerin Üretimi. *K.S.İ.Ü Fen ve Mühendislik Dergisi*.
10. Yu, Z., et al., 2003. Rare-earth oxide coating for sub-micro particulates reinforced aluminum matrix composites. *Materials Science and Engineering: A*, 357(1): p. 61-66.

INVESTIGATION OF THE EFFECTS OF HIGH PURITY Al POWDERS SYNTHESIZED BY MECHANICAL MILLING METHOD OF NiTi SMA POWDERS

NiTi ŞBA TOZLARINA MEKANİK ÖĞÜTME YÖNTEMİYLE SENTEZLENEN YÜKSEK SAFLIKTAKİ Al TOZLARININ ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Sinan Aksöz^a, Gülizar Altınışık^b, Ekrem Emre Elverişli^c, Bülent Bostan^d

^aGazi Üniversitesi, Teknik Bilimler M.Y.O., Türkiye, Ankara, E-mail : sinanaksoz@hotmail.com

^bGazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Türkiye, Ankara, E-mail: gulizaraltinsk@gmail.com

^cGazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Türkiye, Ankara, E-mail: ekrem.emre@yahoo.com.tr

^dGazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Türkiye, Ankara, E-mail: bostan@gazi.edu.tr

Özet

Çalışmada önalaşımli NiTi tozları ile yüksek saflıkta Al tozları kullanıldı. Önalaşımli NiTi Tozları ile saf Al tozları mekanik öğütme prensibi ile 210 dakika süreyle mekanik olarak sentezleme işlemine tabi tutuldu. Öğütme amaçlı NiTi tozları içersine sırasıyla; % 2, 6 ve 10 oranlarında Al tozları ilave edildi. Ham tozların ve mekanik olarak alaşımlanan tozlarının özelliklerinin tespitinde ve karakterizasyon işleminde sırasıyla; SEM, Optik Mikroskop, XRD ve DSC analizleri uygulandı. Çalışma ile NiTi tozlarına ilave edilen Al tozlarının homojen olarak dağılıp dağılmadığı tespit edilmeye çalışıldı. Böylece sonrasında yapılacak olan sinterleme işlemi sayesinde Al tozlarının insitu şekilde dağılması ve homojen bir yapı elde edilmesi hedeflenmektedir.

Anahtar kelimeler: NiTi ŞBA, NiTi + Al ŞBA, MA

Abstract

Prealloyed NiTi and high purity Al powders were used in the study. Prealloyed NiTi powders and pure Al powders were mechanically synthesized for 210 minutes by mechanical milling. Respectively 2, 6 and 10% ratios of Al powders were added in NiTi powders for the purpose of milling. In determining and characterizing the properties of raw powders and mechanically alloyed powders; SEM, Optical Microscope, XRD and DSC analyzes were applied, respectively. In this study, it was tried to determine whether Al powders added to NiTi powders were homogeneously dispersed. Thus, it was aimed to achieve a homogeneous structure by distributing Al powders in an in-situ structure thanks to the sintering process to be performed later.

Keywords: NiTi SMA, NiTi + Al, MA

1. Giriş

Yaklaşık olarak eşit Ni ve Ti elementlerinin kimyasal olarak bileşimi ile oluşturulan ve Nitinol olarak isimlendirilen Şekil Bellekli Alaşımlardır (ŞBA). Bu alaşımlar iyi sönümlenme etkisi, sağladıkları eşsiz şekil bellek özelliği, mükemmel bir biyouyumluluk ve aşınma dirençleri sayesinde bu

alaşımlar endüstriyel ve tıbbi uygulama alanlarında kullanılabilir [1-3]. ŞBA'lardan NiTi alaşımlarının üretiminde genellikle döküm yönteminin kolaylığı nedeniyle tercih edilmektedir. Ancak ergitme yöntemi ile

üretilecek numunelerde istenilen mekanik özelliklere ulaşılamaması (süneklik, kırılma direnci ve süperelastiklik gibi), bu üretim yönteminin yanında alternatif üretim yöntemlerinin ortaya çıkması ile sonuçlanmaktadır [4]. Özellikle NiTi alaşımları üretimleri esnasında çevre koşullarından doğrudan etkilenmesi nedeniyle, yapısında oluşabilecek hidrojen, mekanik özelliklerini doğrudan etkileyebilmektedir [5]. Bu sebeplerden dolayı üretim koşullarında çevre faktörünün etkisinin en aza indirilebilmesi için Toz Metalurjisi (TM) gibi farklı üretim yöntemlerinin kullanımı giderek yaygınlaşmaktadır [6, 7]. TM yöntemlerinden ise NiTi alaşımlarında kullanımının uygun olduğu; sıcak izostatik presleme, metal enjeksiyon kalıplama ve kıvılcım plazma sinterleme gibi üretim yöntemleri bu alanların başında gelmektedir [8, 9].

TM uygulama alanlarından mekanik alaşımlama (MA), üretimi gerçekleşmiş bir alaşım tozunun içersine farklı bir alaşım tozunun ilavesinde ve/veya alaşım sistemi içersinde yer alan kompozisyonun belirlenmesinde ve değiştirilmesinde kullanılan en yaygın yöntemlerdendir [10]. NiTi ŞBA sisteminde kimyasal olarak yer alan Ni ve Ti oranlarının değiştirilmesinde ve alaşım elementlerinin sentezlenmesinde sağladığı verimlilik nedeniyle kullanılmaktadır [11,12]. Çalışmalarda kullanılan MA yöntemi sayesinde homojen bir yapının elde edilebilmesi ve malzeme özelliklerinin iyileştirilmesi, aynı veya farklı bir malzeme sentezinin kolaylığı ve üretim süreçlerinin sağladığı kolaylıklar bu tekniğin kullanılmasının başlıca nedenlerindedir. MA yöntemi ile nano boyutta partikül üretiminin sağlanabilmesi ile malzemelerde benzersiz fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikler elde edilebilmektedir [13].

Bu çalışmada ise; ŞBA NiTi tozları ve saf Al (% 2, 6, 10) tozları, mekanik öğütme tekniği kullanılarak 210 dakika boyunca öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Elde edilen NiTi-Al toz karışımlarını karakterize etmek için; Optik Mikroskop, SEM, XRD ve DSC analizleri yapılmıştır. Çalışma ile; farklı oranlarda ilave edilen Al içeriğinin NiTi alaşımında oluşturduğu etkiler incelenmiştir.

2. Materyal ve Metot

Çalışmalarda MA işleminde önalaşım NiTi ŞBA tozları ve saf Al tozları kullanılmıştır. NiTi tozları, NANOVAL adlı şirketten önalaşım olarak temin edilmiştir. Tablo 1, çalışmada kullanılan NiTi tozlarının atomik ve ağırlıkça yüzdelerini göstermektedir. Tablo 2, sırasıyla MA çalışmalarında kullanılan NiTi ve Al tozlarının ortalama parçacık boyutlarını göstermektedir. Tablo 2 incelendiğinde, önalaşım NiTi tozlarının boyutu 35 µm iken, Al tozlarının boyutu 5 µm'nin altındaki boyutlarda olduğu görülmektedir.

Tablo 1. Önalaşım NiTi tozlarının Ti ve Ni oranlarının atomik ve ağırlıkça yüzdeleri

Elementler	Ti	Ni
% Ağırlıkça	45,5	54,5
% Atomik	49,4	50,6

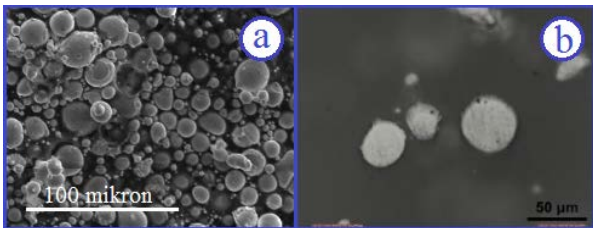
Tablo 2. Önalaşım NiTi ve Al tozlarının ortalama tane boyut dağılımları

Tozlar	Ortalama tane boyut dağılımı (µm)
NiTi	30
Al	>10

Numunelerin karakterize edilebilmesi amaçlı JEOL model JSM-6060LV Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS), X-ışını Kırınımı (XRD) ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizleri gerçekleştirilmiştir. DSC analizleri, her bir numuneden 5-10 mg alınarak ve 5 °C/dak'lık bir tarama oranında gerçekleştirilerek alaşımların faz yapısı, mikroyapı dönüşümleri ve parçacık morfolojilerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. DSC analizlerinde Exstar S11 7300 model cihaz, soğutma maddesi olarak ise sıvı azot kullanılmış olup (numuneleri -50°C'ye soğutmak için), ölçümler için -50°C ile +50°C sıcaklık aralığı kullanılmıştır. XRD analizleri APD 2000 PRO XRD model Xray cihazında, 20-70° ve 2θ tarama aralığında, 0,04 adım ve bakır katot (CuKα) kullanılarak elde edilmiştir. Kullanılan NiTi tozlarının görüntülerini incelemek için Laica marka ters mikroskop kullanılmıştır.

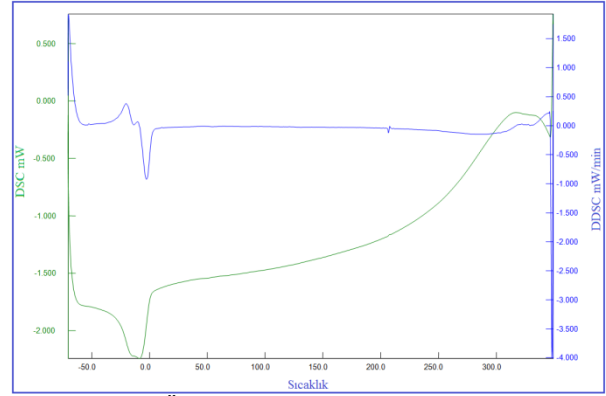
4. Sonuçlar ve Tartışma

Şekil 1.a ve b'de sırasıyla NiTi tozunun SEM ve Optik Mikroskop görüntüleri yer almaktadır. NiTi ve Al tozlarının üretiminde gaz atomizasyon yönteminin kullanılması, tozların küresel yapıya sahip olmasını sağlamıştır. Küresel yapıdaki tozlar presleme ve sinterleme aşamalarında işlem kolaylığı sağlaması açısından önemli rol oynadığı bilinmektedir [14, 15].

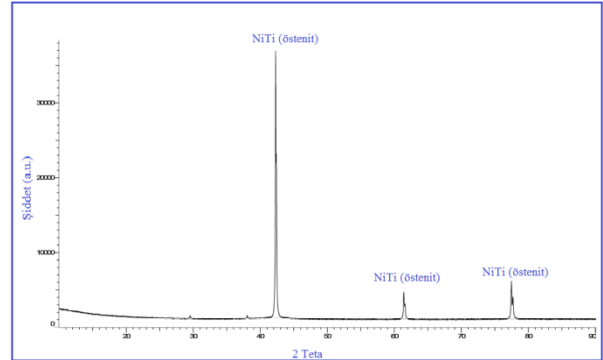


Şekil 1. Önalaşım NiTi ŞBA tozlarının a) SEM, b) Optik Mikroskop görüntüleri

ŞBA'nın kullanım alanları açısından faz dönüşüm sıcaklıkları ve histerisiz eğrileri önemlidir. Çalışmada, önalaşım NiTi tozlarının dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek için DSC analizi uygulanmıştır (Şekil 2). DSC analizi incelendiğinde östenit sıcaklığı yaklaşık -30°C'de başlayıp +10°C'de son bulmaktadır. Bu dönüşüm ise NiTi alaşımlarında standart dönüşümü göstermektedir [16]. DSC eğrisine göre alaşımın ilk fazı oda sıcaklığında (26°C'de) östenit fazı olup, alaşım süper elastikiyet göstermektedir [17]. Şekil 3'te önalaşım NiTi tozlarının XRD analizi yer almakta olup, analiz sonuçlarında yalnızca östenit fazına ait NiTi piklerinin yer aldığı görülebilmektedir. Uygulanan MA işlemi ile pik şiddetleri ve yansımalarında farklılıklar oluşacaktır.

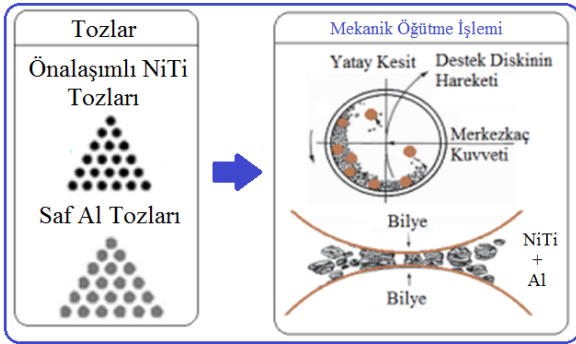


Şekil 2. Önalaşım NiTi tozlarının DSC analizi



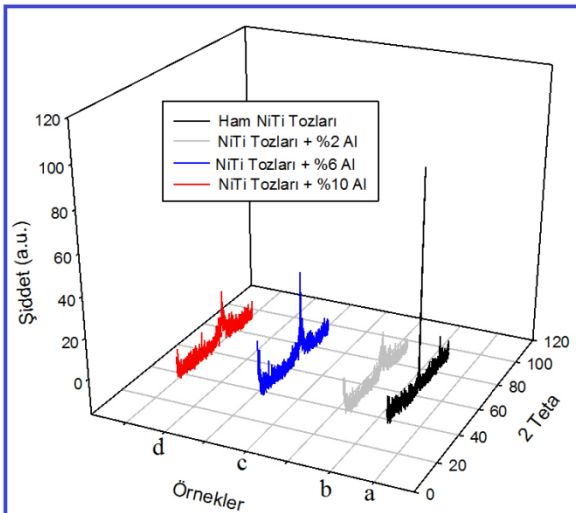
Şekil 3. Önalaşım NiTi tozlarının XRD analizi

Şekil 4'te önalaşım NiTi ŞBA tozlarının Al tozları ile MA için yapılan deneylerin şematik gösterimi yer almaktadır. Önalaşım NiTi tozları içerisine sırasıyla % 2, 6, 10 oranlarında saf Al tozları ilave edilmiş ve klasik öğütme işlemleri [18], spex tipi değirmende 210 dakika süreyle gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4. NiTi – Al tozlarının mekanik öğütme işleminin şematik gösterimi,

Şekil 5'te sırasıyla, önalışimli NiTi tozları ve 210 dakika öğütme işlemine tabi tutulan NiTi + Al (% 2, 6, 10) tozlarının XRD analiz sonuçlarını yer almaktadır. Şekil 5'teki XRD analizleri detaylı olarak incelendiğinde, önalışimli NiTi tozlarının B2 ana fazına ait piklerden oluştuğu görülmektedir ($2\theta = 42.1^\circ$ ve $2\theta = 43.2^\circ$). Ayrıca, NiTi + Al (% 2, 6, 10) toz karışımlarının XRD analiz sonuçları incelendiğinde, $2\theta = 42.1^\circ$ 'de en yüksek pik değerleri tespit edilmiştir. Öğütme sonrasında pik şiddetlerinin azalması ve genişlemesine ise, öğütme koşullarına bağlı olarak yapıda amorf faz yapısının oluşmaya başladığını desteklemektedir [19]. NiTi tozları ilave edilen Al tozları ve mekanik öğütme işlemi ile birlikte şiddetlerinde belirgin düşüş meydana gelmiş, ayrıca 2 teta mesafesinde bir genişleme oluşmuştur. Bu da yapıda amorf fazın oluşmaya başladığını göstermektedir.



Şekil 5.a) Ham NiTi tozları ve 210 dakika mekanik öğütme işlemine tabi tutulmuş b) NiTi+%2Al, c) NiTi +%6Al, d) NiTi+%10Al Tozları

4. Sonuçlar

NiTi + Al alaşımına uygulanan 210 dakikalık mekanik öğütme sonrası elde edilen veriler aşağıdaki gibi özetlenebilir;

- Çalışmada önalışimli NiTi ŞBA tozlarının Al tozları ile MA için yapılan deneylerin şematik gösterimi yer almaktadır. Önalışimli NiTi tozları içerisine sırasıyla %

2, 6, 10 oranlarında saf Al tozları ilave edilmiş ve klasik öğütme işlemleri, spex tipi değirmende 210 dakika süreyle gerçekleştirilmiştir.

- DSC analizi incelendiğinde östenit sıcaklığı yaklaşık -30°C 'de başlayıp $+10^\circ\text{C}$ 'de son bulmaktadır. Bu dönüşüm ise NiTi alaşımlarında standart dönüşümü göstermektedir.
- DSC eğrisine göre alaşımın ilk fazı oda sıcaklığında (26°C 'de) östenit fazı olup, alaşım süper elastikiyet göstermektedir.
- XRD analizleri incelendiğinde, önalışimli NiTi tozlarının B2 ana fazına ait piklerden oluştuğu görülmektedir ($2\theta = 42.1^\circ$ ve $2\theta = 43.2^\circ$).
- NiTi + Al (% 2, 6, 10) toz karışımlarının XRD analiz sonuçları incelendiğinde, $2\theta = 42.1^\circ$ 'de en yüksek pik değerleri tespit edilmiştir. Öğütme sonrasında pik şiddetlerinin azalması ve genişlemesine ise, öğütme koşullarına bağlı olarak yapıda amorf faz yapısının oluşmaya başladığını desteklemektedir.

5. Referanslar

- [1] Cengiz E., Ozkendir O.M., Kaya M., Tirasoglu E., Karahan I.H., Kimura S., Hajiri T., "Alloying effect on K-shell fluorescence parameters of porous NiTi shape memory alloys", *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, 192: 55–60, (2014).
- [2] Ota A., Yazaki Y., Yokoyama K. and Sakai J., "Hydrogen Absorption and Thermal Desorption Behavior of Ni-Ti Superelastic Alloy Immersed in Neutral NaCl and NaF Solutions under Applied Potential", *Materials Transactions*, 50, 7 : 1843 - 1849, (2009).
- [3] Tosun G., Ozler L., Kaya M., Orhan N., "A study on microstructure and porosity of NiTi alloy implants produced by SHS", *Journal of Alloys and Compounds*, 487 : 605–611, (2009).
- [4] Elahinia M.H., Hashemi M., Tabesh M., Bhaduri S.B., "Manufacturing and processing of NiTi Implants; *Prog. Mater Sci.* 57 : 911–946, (2012).
- [5] Ogawa T., Yokoyama K., Asaoka K. and Sakai J., "Hydrogen Embrittlement of Ni–Ti Superelastic Alloy in Ethanol Solution Containing Hydrochloric Acid", : *Mater. Sci. Eng. A*, 393 : 239–246, (2005).
- [6] Aksöz S., "Microstructural and Mechanical Investigation of NiTi Intermetallics Produced by Hot Deformation Technique", *Arab J Sci Eng*, 42: 2573, (2017).
- [7] Aksöz S., Bostan B., "Characteristic Properties of NiTi Shape memory Alloy Powders with Powder Injection Molding" *International Multidisciplinary Microscopy Congress. Springer Proceedings in Physics Switzerland. Springer International Publishing Switzerland*, 18: 129-142, (2014).
- [8] Krone L., Schüller E., Bram M., Hamed O., Buchkremer H.P., Stöver D., "Mechanical Behaviour of NiTi Parts Prepared by Powder Metallurgical Methods", *Materials Science and Engineering A*, 378 : 185–190, (2004).
- [9] Shearwood C., Fu Y.Q., Yu L., Khor K.A., "Spark Plasma Sintering of TiNi Nano Powder", *Scripta Materialia*, 52: 455–460, (2006).
- [10] Aksöz S., Özdemir A.T, Bostan B., "Alloyed AA2014 Aluminium Powders Synthesised With Carbon and

- Determined Properties” **J. Fac. Eng. Arch. Gazi Univ.**, Vol 27., No 1, 109-115, (2012).
- [11] Aksöz S., Demir Ü., Ada H., Gökmeşe H., Bostan B., “NiTi Şekil Bellekli Alaşım Tozlarına Mekanik Alaşımlama Yöntemi Kullanılarak Elementel Ni ve Ti Tozlarının İlavesinin Mikroyapısal İncelenmesi”, **GU J Sci, Part C**, 5 (1): 99-106, (2017).
- [12] Mousavi T., Karimzadeh F., Abbasi M.H., “Synthesis and characterization of nanocrystalline NiTi intermetallic by mechanical alloying”, **Mater. Sci. Eng. A**, 487 : 46 – 51, (2008).
- [13] Karolus M., Panek J., “Nanostructured Ni-Ti alloys obtained by mechanical synthesis and heat treatment”, **Journal of Alloys and Compounds**, 658 : 709 – 715, (2016).
- [14] German R.M: “Sintering Science and Technology”, R.M. German, G.L. Messing and R.G. Cornwall (eds.), **Materials Research Laboratory, The Pennsylvania State University, University Park, PA**, 2000 pp:259-264).
- [15] German R.M: “Sintering Theory and Practice”, ISBN: 978-0-471-05786-4, 1-568, 21st edition, April, **Wiley-Interscience**, (2008).
- [16] F2004–05 “Standard Test Method for Transformation Temperature of Nickel-Titanium Alloys by Thermal Analysis” (2010).
- [17] Kan Q., Yu C., Kang G., Li J., Yan W., “Experimental observations on rate-dependent cyclic deformation of super-elastic NiTi shape memory alloy”, **Mechanics of Materials** 97 : 48–58, (2016).
- [18] Suryanarayana C., “Mechanical alloying and milling”, **Prog. Mater. Sci.**, 46 1–184, (2001).
- [19] Mousavi T., Karimzadeh F., Abbasi M.H., “Synthesis and characterization of nanocrystalline NiTi intermetallic by mechanical alloying”, **Mater. Sci. Eng. A**, 487 : 46 – 51, (2008).

AN EXPERIMENTAL PERFORMANCE ANALYSIS OF TWO PARALLEL CONNECTED COUNTER FLOW RANQUE-HILSCH VORTEX TUBES SYSTEM WITH NOZZLES MADE OF POLYAMIDE AND BRASS USING OXYGEN AS A WORKING FLUID

POLYAMİD VE PİRİNÇ MALZEMEDEN ÜRETİLMİŞ NOZUL İLE AKIŞKAN OLARAK OKSİJEN KULLANILAN PARALEL BAĞLI İKİ ADET KARŞIT AKIŞLI RANQUE-HILSCH VORTEKS TÜP SİSTEMİNİN PERFORMANSININ İNCELENMESİ

Volkan KIRMACI^a, Hüseyin KAYA^b, Fahrettin GÜNVER^c

^aBartın Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü, Bartın, Türkiye, E-posta: volkankirmaci@bartin.edu.tr

^bBartın Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü, Bartın, Türkiye, E-posta: hkaya@bartin.edu.tr

^cBartın Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği A.B.D, Bartın, Türkiye, E-posta: fgunver42@gmail.com

Özet

Bu çalışmada, sıcak akışkan çıkış tarafındaki kontrol vanası hariç hareketli parçası olmayan gövde uzunluğu 100 mm, iç çapı 7 mm olan iki adet karşıt akışlı Ranque-Hilsch Vorteks Tüp kullanılmıştır. İki adet karşıt akışlı Ranque-Hilsch Vorteks Tüpler birbirine paralel birbirine bağlanarak deneyek sistem oluşturulmuştur. Oluşturulan sisteme giriş basıncı 2.0 bar'dan başlayarak 6.0 bar basınç değerine kadar 0.5 bar aralıklarla basınçlı oksijen kullanılmıştır. Karşıt akışlı Ranque-Hilsch Vorteks Tüplerde Polyamid ve Pirinç malzemeden üretilmiş altılı nozul kullanılmıştır Paralel bağlı Karşıt akışlı Ranque-Hilsch Vorteks Tüpün ısıtma-soğutma sıcaklık performansları deneysel olarak incelenmiştir.

Anahtar kelimeler: Ranque-Hilsch vorteks tüp, soğutma, ısıtma.

Abstract

In this study, the vortex tube, having all parts stationary, except the control valve was used in order to arrange volumetric flows, was used in 7 mm inner diameter and 100 mm length counter flow Ranque-Hilsch vortex tube (RHVT). Experimental setup was constituted by connecting two vortex tubes as parallel form. Compressed oxygen was used as a working fluid with inlet pressure range 2.0 to 6.0 bar with 0.5 bar variation. Polyamide and brass nozzles were used in the RHVT with nozzle number six. Performance of heating and cooling temperature of a parallel connected counter flow Ranque-Hilsch Vortex Tube was experimentally investigated.

Keywords: Ranque-Hilsch vortex tube, cooling, heating

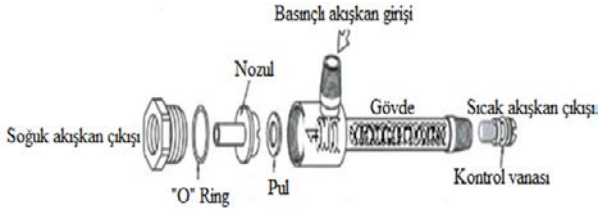
1. Giriş

Vorteks tüplerin ilk kez metalurjist ve fizikçi olan George Joseph Ranque tarafından 1931 yılında keşf edilmiş ve Rudolph Hilsch tarafından 1947 yılında geliştirilmiştir. Keşfi ve geliştirmesini yapan kişilerin isimlerinden dolayı Ranque - Hilsch vorteks tüpü (RHVT) olarak isimlendirilmiştir. RHVT, sıcak akışkan çıkış tarafındaki kontrol vanası hariç hareketli bir parçası bulunmayan ve

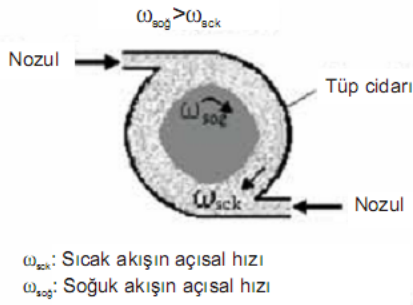
borudan oluşan basınçlı akışkan ile çalışarak aynı anda soğutma ve ısıtma işlemi gerçekleştiren bir sistemdir.

Boyutlarının küçük olması, çabuk rejime gelme süresi, herhangi bir kimyasal soğutucu akışkan gereksinimi olmamasından dolayı çevresel açıdan zararlı olmamaları gibi birçok özellikleri nedeniyle RHVT'ler günümüzde birçok soğutma ve ısıtma proseslerinde çözüm olabilmektedirler]. Ayrıca RHVT'ler elektriksel güç ve bakım gerektirmezler. RHVT'lerin diğer soğutma sistemlerine göre dezavantajları bulunmaktadır. Bunlar; düşük ısı verime sahiptirler. Bu ise uygulama alanlarına önemli sınırlamalar getirmektedir, gürültü seviyeleri yüksektir, hazır basınçlı akışkan kaynağı gerektirirler [1-5].

Şekil 1 de bu çalışmada kullanılan karşıt akışlı RHVT çalışma prensibi verilmiştir. RHVT'ler ile aynı anda sıcak ve soğuk akış elde edilmesi, iki farklı açılarda dönen akış arasında oluşan mekanik enerji transferi gösterilmiştir. RHVT'ne basınçlı akışkan, giriş ağzında bulunan nozuldaki geçerek girer. Tüp girişindeki nozul ile basınçlı olan giriş akışkanının basıncını azaltarak hızın artmasını sağlamaktır. Nozuldaki geçen akışkan, tüpe giren basınçlı akışkana bağımlı olarak tüpün silindirik şekline dolay çok yüksek açılarda hızlarda dönmeye başlar. Bu esnasında, akış merkezkaç kuvvetinin etkisi ile tüp cidarına doğru genişlemeye başlar. Bunun sonucunda da tüp merkezindeki akışkan ile tüp cidarındaki akışkan arasında basınç farkı oluşur. Oluşan basınç farkı sonucu ile akış radyal yönde merkeze doğru genişler. Merkezdeki akışın açıl hızı, açıl momentumunun korunumu ilkesinden dolayı tüp cidarındaki akışının açıl hızından daha yüksek değerdedir. Bunun sonucu tüp içerisinde iki farklı hızlarda dönen iki akışkan oluşur. Merkezdeki akışkan daha yüksek hıza sahip olduğundan dolayı yüzeydeki akışkanı hızlanarak merkezdeki akıştan cidardaki akışkana mekanik enerji transferi oluşur. Mekanik enerjisi azalan merkezdeki akışkan soğuk akışı, tüp cidardaki sürtünme etkisi ve merkezdeki akışkandan aldığı mekanik enerjiden dolayı tüp cidarındaki akış sıcak akıştır. Şekil 1'de gösterildiği gibi, Karşıt akışlı RHVT soğuk akış, sıcak akışın çıktığı uçta bulunan kontrol vanasından dolayı bir durgunluk noktasından sonra akışkan geriye doğru döner. Bunun sonucunda, RHVT'lerde aynı anda bir tarafından soğuk akış, diğer tarafından da sıcak akış elde edilir (Şekil 1-2). [6-11].



Şekil 1. Karşıt akışlı RHVT yapısı.



Şekil 2. Akışın RHVT teğetsel olarak nozuldan gönderilmesi.

Kırmacı ve Uluer (2008), yaptıkları deneysel çalışmada orifis nozul sayısının ve karşıt akışlı RHVT giriş basıncının, karşıt akışlı RHVT ısıtma ve soğutma performanslarına olan etkisini deneysel incelemiştir. Deneylerin sonucunda, sıcak ve soğuk çıkışlar arasındaki sıcaklık farkının; artan giriş basıncıyla arttığı, artan nozul sayısı ile azaldığını tespit etmişlerdir [4]. Kırmacı (2009), yaptığı deneysel çalışmada Ranque-Hilsch vorteks tüpünde akışkan olarak hava ve oksijen kullanılarak farklı giriş basıncı ve farklı nozullarda sistemin ısıtma, soğutma performansını incelemiş ve enerji analizlerini yapmıştır [12]. Markal (2010), yaptığı yüksek lisans tez çalışmasında deneysel olarak vorteks tüpünde kullanılan nozul geometrisi tasarımı, vorteks tüp gövde uzunluğunu, giriş basıncına göre ve tupa uç açısının sistem performansına olan etkisini incelemiştir. Bu inceleme sonucunda nem etkisinin, yalıtımın ve ortam sıcaklığının vorteks tüp performansına etkisini gözlemlemiş ve durma noktasının yerini tespit edebilmek için termal kamera kullanarak; vorteks tüp yüzeyinin sıcaklık dağılımını belirlemiştir [13]. Cebeci (2013), yaptığı yüksek lisans tez çalışmasında, gövde uzunluğu 100 mm, iç çapı 10 mm olan karşıt akışlı bir RHVT de 2, 3, 4, 5, 6 nozul sayılarında, basınçlı akışkan olarak hava ve oksijen kullanarak 50 kPa aralıklarla, 150 kPa' dan 700 kPa basınç değerine kadar soğutma ve ısıtma performanslarını deneysel olarak incelemiştir. Sistemdeki kayıp iş ve verimi ekserji analizi ile hesaplanmıştır [14]. Yüksel (2014), yaptığı yüksek lisans tez çalışmasında, talaşlı imalatta kullanılan soğutma sıvılarının insan sağlığına ve çevreye verdiği zararlı etkiler nedeniyle RHVT nin soğutma işlemi talaşlı imalatta incelenmiştir RHVT nin performansı, buhar sıkıştırırmalı soğutma sistemine göre düşük olmasına rağmen maliyetin düşük olması ve çabuk rejime girmesi diğer uygulamalara göre RHVT'nin kullanımını ön plana çıkarmıştır. RHVT'nin

soğutma sistemi, talaşlı imalatta kullanılarak soğutma performansı incelenmiştir [15].

Bu çalışmada, gövde uzunluğu 100 mm, iç çapı 7 mm ölçülerinde iki adet karşıt akışlı RHVT'ler birbirine seri ve paralel olarak bağlanarak iki adet deney sistemi oluşturularak, giriş basıncı 2.0 bar'dan 6.0 bar'a basınç değerine kadar 0.5 bar aralıklarla basınçlı oksijen kullanılarak soğutma-ısıtma performansları deneysel olarak etkileşimini incelenmiştir. Çalışmamızda RHVT'ler Polyamid Plastik ve Pirinç malzemeden üretilmiş altı orfisi nozul kullanılmıştır.

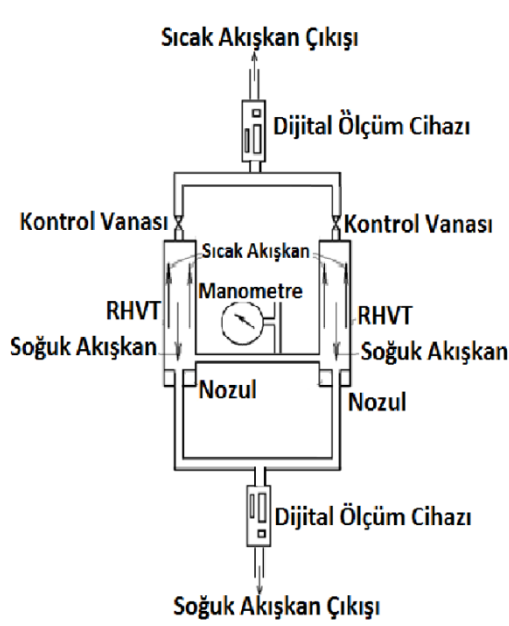
2. Deneysel Çalışma

2.1. Deneysel Sistem

Bu çalışmada, iç çapı 10 mm, gövde uzunluğu 100 mm olan karşıt akışlı RHVT kullanılmıştır. RHVT genişliği 70 cm, boyu 40 cm, kalınlığı 1.5 mm olan bir sac levha üzerine yatay konumda sabitlenerek Şekil 3'deki gibi yerleştirilmiştir. RHVT giren havanın basıncını ölçmek için %5 hassasiyetinde PAKKENS marka gliserinli manometre, hacimsel debilerini ölçmek için %3 hassasiyetinde TSI (Trust. Science, Innovation) marka debimetreler RHVT çıkışlarına bağlanmıştır. Ayrıca kullanılan debimetre ile bağlandığı noktadaki basınç ve hacimsel debi değerleri okunmaktadır.

RHVT çıkan soğuk ve sıcak akışkanların sıcaklıklarını ölçmek için ± 1 °C hassasiyetinde olan dijital termometreler kullanılmıştır. Dijital termometrelerin problemleri RHVT sıcak ve soğuk çıkış taraflarından 5 mm ilerisine 1 mm çapında delinmiş tüpün merkezine gelecek şekilde yerleştirilmiş, etrafı silikonla kapatılarak sızdırmazlık sağlanmıştır. Sistemde basınçlı akışkan kaynağı olarak kompresör kullanılmıştır. Sistem elemanları arasındaki bağlantılar basınca dayanıklı pnömatik hortum vasıtasıyla yapılmıştır.

Şekil 4 de deneysel sistemde kullanılan Polyamid Plastik ve Pirinç malzemelerinden üretilmiş nozullar verilmiştir. Tüm deneyler 21 °C'lik ortam sıcaklığında yapılmıştır. Deneyde elde edilen sonuçların doğruluğu için bir deney 3 kez tekrarlanmış ve elde edilen değerlerin ortalamaları alınmıştır.



Şekil 3. RHVT deneysel sistem



Şekil 4. Deneylerde kullanılan nozullar

2.2 Deneylerin Yapılışı

RHVT girişi ile oksijen tüpü arasında yüksek basınca dayanıklı plastik hortum quick kuplin vasıtasıyla bağlanmıştır. Oksijen tüpü ve RHVT akışkan girişindeki vana yardımıyla deneylerde başlangıç basıncı olan 1.5 bar basınç sağlanmıştır. Yapılan basınç ayarlamasından sonra RHVT'nün sıcak ve soğuk akışkan çıkışına monte edilen ölçüm cihazlarında okunan sıcaklık değerleri sabit oluncaya kadar aynı basınçta oksijen gönderilmiştir. RHVT girişteki basınç, RHVT den çıkan sıcak ve soğuk akışkanın sıcaklık değerleriyle birlikte hacimsel debileri de okunmuştur. Daha sonra 2.0 bar olan basınç değerindeki deneye başlamadan önce RHVT'ün soğuk ve sıcak akışkan sıcaklığını ölçen dijital termometre ile ortam sıcaklığını ölçen dijital termometrelerin eşit sıcaklık değerine gelinceye kadar beklenmiş ve okunan değerler eşitlendikten sonra 2.0 bar olan basınç değerindeki deneyler yapılmaya başlanmıştır. 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0, 5.5 ve 6.0 bar basınç değerleri için yapılan deneysel çalışmalarda, 1.5 bar basınçta yapılan işlemler, imal edilmiş olan bütün nozullarla tekrarlanmıştır. Tüm deneyler 21 °C'lik ortam sıcaklığında yapılmıştır. Deneyde elde edilen sonuçların doğruluğu için bir deney 3 kez tekrarlanmış ve elde edilen değerlerin ortalamaları alınmıştır.

3. Bulgular ve Tartışma

Bir giriş ve bir çıkışlı sürekli akışlı açık sistemler için kütle korunumu RHVT'ne göre Eşitlik 1' deki yazılabilir.

$$\sum m_{gir} = \sum m_{çkş} \quad (1)$$

m_{gir} : RHVT giriş akışkanın hacimsel debisi, l/s

$m_{çkş}$: RHVT çıkış akışkanın hacimsel debisi, l/s

Eşitlik 1 RHVT için Eşitlik 2 şeklinde yazılabilir.

$$m_{çkş} = m_a + m_b \quad (2)$$

RHVT çıkan soğuk akışkanın kütle debisinin, girişteki akışkanın kütle debisine oranı, y_c olarak tanımlanmış ve Eşitlik 3 ile verilmiştir.

$$y_c = \frac{m_b}{m_{gir}} \quad (3)$$

m_a : RHVT çıkan sıcak akışkanın hacimsel debisi, l/s

m_b : RHVT çıkan soğuk akışkanın hacimsel debisi, l/s

RHVT'lerde sıcak çıkış tarafında bulunan vananın açılıp kapanması ile y_c oranı değişmektedir. Yapılmış olan bu deneysel çalışmada, RHVT sıcak akış çıkışındaki vana tam açık konumda tutulmuştur. Girişteki akışkan sıcaklığı (T_{gir}) ile soğuk uçtaki akışkan sıcaklık (T_{sgk}) farkı, soğuk akışkan sıcaklık farkı ΔT_{sgk} olarak tanımlanmış ve Eşitlik 4 ile verilmiştir.

$$\Delta T_{sgk} = T_{sgk} - T_{gir} \quad (4)$$

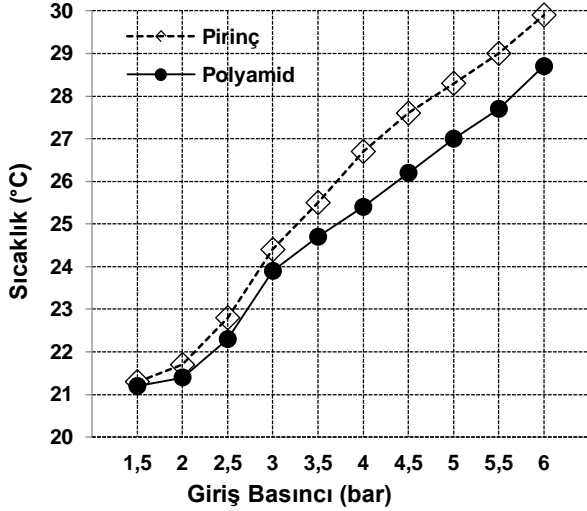
Girişteki akışkan sıcaklığı (T_{gir}) ile sıcak uçtaki akışkan sıcaklık (T_{sck}) farkı, sıcak akışkan sıcaklık farkı ΔT_{sck} olarak tanımlanmış ve Eşitlik 5 ile verilmiştir.

$$\Delta T_{sck} = T_{sck} - T_{gir} \quad (5)$$

Deneysel sistemin performansı, sıcak akışkanın sıcaklığı ile soğuk akışkanın sıcaklığı arasındaki fark olan cinsinden Eşitlik 6 ile ifade edilmiştir [3, 9, 12, 14].

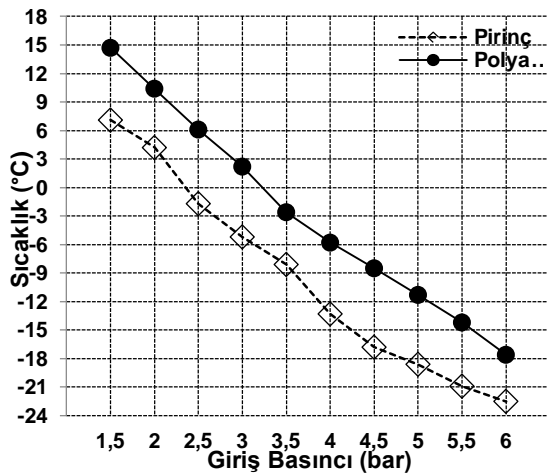
$$\Delta T = T_{sck} - T_{sgk} \quad (6)$$

Oluşturulan deneysel sistemde kullanılan basınçlı akışkan olarak oksijen kullanıldığı Polyamid Plastik ve Piriñç yapılmış 6 nozulda giriş basıncı (P_{gir}) 1.5 bar'dan 6.0 bar basınç değerine kadar 0.5 bar aralıklarla karşıt akışlı RHVT'ün sıcak akışkan çıkış ucunda ölçülen sıcaklıklar (T_{sck}) Şekil 5 verilmiştir.



Şekil 5. Giriş Basıncı ile T_{sck} değişim grafiği

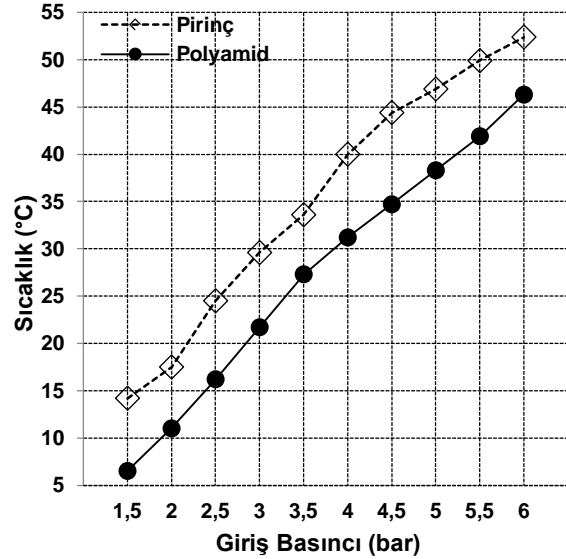
Şekil 5 incelendiğinde en yüksek T_{sck} değeri, Piriñç malzemedен üretilmiş nozulda ve $P_{gir}=6.0$ bar değerinde T_{sck} 29.9 °C olduğu, en düşük T_{sck} değeri ise Polyamid malzemedен üretilmiş nozulda ve $P_{gir}=1.5$ bar değerinde 21.2 °C olarak ölçülmüştür. Piriñç malzemedен üretilmiş nozul incelendiğinde, en düşük T_{sck} değeri $P_{gir}=1.5$ bar değerinde 21.3 °C olduğu; Polyamid malzemedен üretilmiş nozul incelendiğinde en yüksek T_{sck} değeri $P_{gir}=6.0$ bar değerinde 28.7 °C olduğu görülmüştür (Şekil 5). Deneysel sistemde giriş basıncı (P_{gir}) 1.5 bar'dan 0.5 kPa aralıklarla 6.0 bar basınç değerine kadar karşıt akışlı RHVT'ün soğuk akışkan çıkış ucunda ölçülen sıcaklıklar (T_{sgk}) Şekil 6 verilmiştir.



Şekil 6. Giriş Basıncı ile T_{sgk} değişim grafiği

En düşük T_{sgk} değeri, Piriñç malzemedен üretilmiş nozulda ve $P_{gir}=6.0$ bar değerinde T_{sgk} değeri -22.5 °C olduğu, en yüksek T_{sgk} ise Polyamid malzemedен üretilmiş

nozulda ve $P_{gir}=1.5$ bar değerinde 14.7 °C olarak ölçülmüştür. Piriñç malzemedен üretilmiş nozul incelendiğinde en yüksek T_{sgk} değeri $P_{gir}=1.5$ bar değerinde 7.1 °C olduğu; Polyamid malzemedен üretilmiş nozul incelendiğinde en düşük T_{sgk} değeri $P_{gir}=6.0$ bar değerinde -17.6 °C olduğu Şekil 6 de görülmektedir. Deneysel sistemde giriş basıncı (P_{gir}) 1.5 bar' dan 0.5 bar aralıklarla 6.0 bar basınç değerine kadar sıcak akışkanın sıcaklığı ile soğuk akışkanın sıcaklığı arasındaki fark (ΔT) Şekil 7 verilmiştir.



Şekil 7. Giriş Basıncı ile ΔT değişim grafiği

Şekil 7 incelendiğinde en yüksek ΔT , Piriñç malzemedен üretilmiş nozulda ve $P_{gir}=6.0$ bar değerinde ΔT değeri 52.4 °C olduğu, en düşük ΔT değeri ise Polyamid malzemedен üretilmiş nozulda ve $P_{gir}=1.5$ bar değerinde 6.5 °C olarak ölçülmüştür. Piriñç malzemedен üretilmiş nozul incelendiğinde en düşük ΔT değeri $P_{gir}=1.5$ bar değerinde 14.2 °C olduğu; Polyamid malzemedен üretilmiş nozul incelendiğinde en yüksek ΔT değeri $P_{gir}=6.0$ bar değerinde 46.3 °C olduğu görülmüştür (Şekil 7).

4. Sonuç ve Öneriler

Yapılan deney sisteminde nozul sayısı 6 olan Polyamid Plastik ve Piriñç malzemedен üretilmiş, basınçlı akışkan olarak oksijen kullanılan, 1.5 bar'dan başlayarak 6.0 bar basınç değerine kadar 0.5 bar aralıklarla soğutma ve ısıtma performansı incelenmiştir. Deneysel sonuçlar değerlendirildiğinde en iyi performans değerini giriş basıncı 6.0 bar'da piriñç malzemedен üretilmiş nozulda sağlamıştır. Deneysel sonuçlar değerlendirildiğinde oluşturulan deneysel giren oksijenin giriş basıncı arttırıldıkça, soğuk çıkıştaki akışkan sıcaklığı düşerken, sıcak çıkıştaki akışkan sıcaklığı ve sıcak akışkanın sıcaklığı ile soğuk akışkanın sıcaklığı arasındaki fark artmaktadır.

Yapılan bu çalışma farklı nozul malzemeleri, sayıları ve akışkanlar ile yapılacak olan diğer bu tür çalışmalar için temel alınarak uygulanabileceği görüşüne sahip olunmuştur.

Kaynaklar

- [1] Usta, H; Dincer, K; Kırmacı, V, Vorteks Tüpünde Akışkan Olarak Kullanılan Hava İle Oksijenin Soğutma Sıcaklık Performanslarının Deneysel İncelenmesi, Teknoloji, 7 (3), 415-425, 2004.
- [2] Cebeci, İ; Kırmacı, V; Topcuoglu, U, The Effects of Orifice Nozzle Number and Nozzle Made of Polyamide Plastic and Aluminum with Different Inlet Pressures on Heating and Cooling Performance of Counter Flow Ranque–Hilsch Vortex Tubes: An Experimental Investigation, International Journal of Refrigeration, 72, 140-146, 2016.
- [3] Kırmacı, V; Uluer, O; Dincer, K, Exerg Analysis And Performance Of A Counter Flow Vortex Tube: An Experimental Investigation With Various Nozzle Numbers At Different Inlet Pressures Of Air, Oxygen, Nitrogen And Argon, Journal Of Heat Transfer-Transactions Of The Asme, 12, 121701-121701, 2010.
- [4] Kırmacı, V; Uluer, O, The Effects Of Orifice Nozzle Number On Heating And Cooling Performance Of Vortex Tubes: An Experimental Study, Instrumentation Science And Technology, 36 (5), 493-502, 2008.
- [5] Yılmaz, M; Çomaklı, Ö; Kaya, M; Karlı, S, Vorteks Tüpleri: 1 Teknolojik Gelişim, Mühendis ve Makina, 47 (553), 46-54, 2006.
- [6] Saidi, M.H; Yazdi, M.R, Exergy Model Of A Vortex Tube System With Experimental Result, Exergy, 24, 625-632, 1999.
- [7] Fröhlingsdorf, W; Unger, H, Numerical Investigations Of Compressible Flow And The Energy Separation In The Ranque-Hilsch Vortex Tube, International Journal Of Heat And Mass Transfer, 42, 415-422, 1999.
- [8] Dincer, K; Başkaya, Ş, Ekserji Analiz Metoduyla Karşıt Akışlı Ranque Hilsch Vorteks Tüpün Tapa Açısının Ekserji Verimliliğine Etkisinin Değerlendirilmesi, Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, 24 (3), 533-538, 2009.
- [9] Kırmacı, V; Cebeci, İ; Balalı, M.Y, Altı Nozullu Karşıt Akışlı Vorteks Tüpünün Performansının Deneysel Olarak İncelenmesi, Bartın Üniversitesi Mühendislik ve Teknoloji Bilimleri Dergisi, 1 (1), 77-95 2013.
- [10] Saidi, M.H; Valipour, M.S, Experimental Modeling Of Vortex Tube Refrigerator, Applied Thermal Engineering, 23, 1971-1980, 2003.
- [11] Kırmacı, V, Akışkan Olarak Hava Oksijen Karbondioksit Azot Argon ve Karışım Gazı Kullanılan Vorteks Tüpünde Soğutma–Isıtma Sıcaklık Performanslarının Deneysel Olarak İncelenmesi, Fırat Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 20 (2), 345-354, 2008.
- [12] Kırmacı, V, Exergy Analysis And Performance Of A Ranque-Hilsch Counter Flow Vortex Tube Having Various Nozzle Numbers At Different Inlet Pressures Of Oxygen And Air, International Journal Of Refrigeration, 32 (7), 1626-1633, 2009.
- [13] Markal, B, Ranque-Hilsch Vorteks Tüpünde Enerji Ayrışmasının Deneysel ve Termodinamik İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, KTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 2010.
- [14] Cebeci, İ, Karşıt Akışlı Ranque-Hilsch Vorteks Tüpünde Hava Ve Oksijen Akışkanlarının Farklı Nozul Numaralarında Enerji-Ekserji Analizlerinin Deneysel Olarak İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Bartın Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2013.
- [15] Yüksel, S, CNC tornalamada vorteks tüplü soğutma sistemi performansının incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2014.

ADDITION OF SPODÜMENE ON SINTERING BEHAVIOUR OF HARD PORCELAIN BODIES

SPODÜMEN İLAVESİNİN SERT PORSELEN BÜNYELERİNİN SİNERLEME DAVRANIŞI ÜZERİNE ETKİLERİ

Hanife KADIOĞLU^a, Alpagut KARA^{b,c}

^a Kütahya Porselen A.Ş., Kütahya, Türkiye, E-posta: hanifekadioglu@kutahyaporselen.com.tr

^b Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Eskişehir, Türkiye, E-posta: akara@anadolu.edu.tr

^c Seramik Araştırma Merkezi (SAM), Eskişehir, Türkiye

Özet

Bu çalışmada sert porselen sofraya eşyası bünyelerinde spodümenin etkisi incelenmiştir. Spodümen ilavesi ile maksimum Li₂O miktarı % 0,5 olmasına rağmen sıvı faz oluşum sıcaklığının 10 ile 40°C arasında düştüğü, bünyelerin pişmiş mukavemet değerlerinin 100 ile 260kg/cm² kadar arttığı gözlenmiştir. Mukavemet verilerine göre değerlendirme yapıldığında, çalışmada en iyi sonuç %4 spodümen içerikli (S2) bünyesinde elde edilmiştir. S2 bünyesinin sıvı faz oluşum sıcaklığı hiç spodümen içermeyen standart bünyeden 30°C daha düşüktür. Elde edilen sonuçlar çevresel anlamda değerlendirildiğinde ise, pişirim sıcaklığının yaklaşık 30°C düşmesiyle, doğal gaz maliyetinde ve CO₂ emisyonunda azalma olacaktır.

Anahtar kelimeler: Sert porselen, spodümen, lityum, hızlı pişirim

Abstract

In this study, the effect of spodumene in hard paste porcelain tableware bodies was investigated. With spodumene addition, it was found that liquid phase was formed 10 to 40 °C lower than that of the standard, even at 0.5 % Li₂O content. Additionally, 100 to 260 kg/cm² increase in fired breaking strength values of bodies was observed. When evaluated according to the strength values, the best results are obtained with (S2) body containing 4 wt. % spodumene. Liquid phase formation temperature of (S2) body is 30 °C lower than standard body, which no contain spodumene. From environmental point of view, with 300°C decrease in peak firing temperature, natural gas, energy costs and CO₂ emissions will be decreased.

Keywords: Hard-paste porcelain, spodumene, lithium, fast firing.

1. Giriş

Dünyada sürdürülebilir üretimin sağlanması açısından kaynakların verimli kullanılması önemlidir. Üretim prosesleri yüksek miktarda enerji gerektirmektedir [1]. Enerji kaynaklarından olan kömür, fueloil, benzin, doğal gaz gibi fosil yakıtlar, çevreye sera gazı olan karbondioksit verdiklerinden dolayı küresel ısınmaya sebep olmaktadır. Dünyada tüketilen enerji miktarının artışına paralel olarak CO₂ emisyonu da artmaktadır [2]. Dünya enerji krizi ve çevresel kirlenme nedeniyle enerji kullanımını düşürmeye ve sera gazı emisyonunu azaltmaya yönelik çalışmalar oldukça önem kazanmıştır. 194 ülkenin katılımıyla 1992 yılında "Birleşmiş Milletler

İklim Değişikliği Çerçeve Sözleşmesi" (BMİDÇS) imzalanmıştır. 1997 yılında kabul edilen Kyoto Protokolüne göre sanayileşmiş ülkelere karbon salınım kotaları koyulmuştur. Kirlenen öder ilkesi uyarınca oluşturulan karbon borsasında (emisyon ticareti), kendilerine verilen kotayı aşan ülkeler, daha az üreten ülke veya üreticilerden karbon kotası satın alabilmektedirler.

Sürdürülebilir üretimin sağlanması için, proseslerinde yüksek miktarda enerji gerektiren seramik sektöründe de kullanılan enerji miktarını ve emisyonlarını azaltmak yönünde çalışmalar yapılmaktadır. Karbondioksit salınımı diğer enerji kaynaklarından daha az olan doğal gaza geçiş emisyonların azaltılmasında önemli bir adım olmuştur.

Avrupa Seramik Endüstrisi Birliği (CerameUnie)'nin 2015 verilerine göre 28 milyar civarında bir cirosu olan sektörün %32'sini oluşturan karo sektöründe pişirim sıcaklık ve sürelerinin 30 dakikanın altına indirilmesi devrim niteliğindedir. Sert porselen sofraya eşyası üretiminde 24 saatleri geçen pişirim süreleri hızlı pişirim fırın teknolojilerinin gelişmesiyle 5,5–6 saatlere indirilebilmiştir. Şimdiye kadar farklı pişirim teknolojilerinin geliştirilmesinin yanı sıra, bünye gelişme sıcaklığının düşürülmesi ile ilgili olarak çeşitli çalışmalar yapılmaktadır [3-22].

Sert porselen ürünler 1380°C civarısıcaklıklarda pişirilmektedir. Pişirim sıcaklığının azaltılması enerji maliyetlerinde düşüğe sebep olacaktır. Seramik sektöründeki eğilimlerden birisi de enerji maliyetlerinin düşürülmesinde alternatif ve daha etkili ergiticilerin kullanılmasıdır.

1970'li yıllarda seramik bünyelerde lityumun nefelinsiyanit ve feldispat hammaddeleri ile beraber kullanıldığında ergitici olarak çok efektif rol oynayabileceği keşfedilmiştir. Tulyaganov ve ark (2006a) [21], standart porselen bünyesinde (%50 kaolen, % 25 kuvars ve % 25 feldispat) %2 ve %4 oranında Li₂CO₃ kullanarak pişirim sıcaklığını 1350°C'den 1200–1250°C'lere indirmeyi başarmışlardır. Irish ve Haigh (1992) sağlık gereçleri bünyesinde spodümen kullanarak pişirim sıcaklığının 20–30°C düşüğünü ifade etmişlerdir [23].

Yüksek maliyeti ve karbonat içeriği nedeniyle Li₂CO₃ bu çalışmada tercih edilmemiştir (karbonat varlığı hem yüzeyde iğne deliğine sebep olacak, hem de CO₂ emisyonunu arttıracaktır). Bunun yerine, yaklaşık olarak % 8 Li₂O içeren, bir alüminyum silikat minerali olan, ticari olarak daha kolay temin edilebilen spodümen kullanılmıştır.

Sert porselen sofraya eşyası bünyesinde spodümen kullanarak, bünyenin teknolojik özelliklerini bozmadan, pişirim sıcaklığının düşürülmesini sağlamak çalışmanın amacı olarak belirlenmiştir.

2. Materyal ve Metot

2.1. Kullanılan Hammaddeler

Çalışmada kullanılan hammaddelerin Spectro X LabPro XRF cihazında yapılan kimyasal analizleri Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1 Kullanılan hammaddelerin kimyasal analizleri (% ağı.)

Oksit	Kaolen	K-Feldispat	Kuvars	Spodümen	Kil
SiO ₂	47,06	68,26	98,92	65,2	45,01
Al ₂ O ₃	37,21	17,57	0,36	25,12	34,21
Fe ₂ O ₃	0,64	0,11	0,06	0,15	0,93
CaO	0,24	0,25	0,14	0,21	0,28
MgO	0,33	0,08	0,08	0,1	0,26
Na ₂ O	0,14	2,47	0,06	0,34	0,2
K ₂ O	1,93	10,8	0,16	0,57	1,59
TiO ₂	0,07	-	0,05	0,05	0,9
SO ₃	0,2	-	-	-	0,29
A.Z.	12,18	0,43	0,14	0,36	16,33
Li ₂ O	-	-	-	-	7,90

Kullanılan özgül hammaddelerin MalvernHydro 2000 G cihazında bakılan tane boyut dağılımı sonuçları Çizelge 2'de verilmiştir.

Çizelge 2 Kullanılan özgül hammaddelerin tane boyut dağılımı sonuçları (µm)

Hammade Adı	d(10)	d(50)	d(90)
K- Feldispat	2,1	17,6	51,4
Kuvars	2,6	18,8	50,2
Spodümen	1,8	15,8	45,1

2.2. Reçetelerin Hazırlanması

Yüksek sıcaklık denemelerinde rasyonel analize göre % 25 feldispat, % 25 kuvars ve % 50 kaolinit olacak şekilde başlangıç reçetesi oluşturulmuş ve standart reçete olarak adlandırılmıştır. Standart reçetelere ağırlıkça % 2, % 4 ve % 6 oranlarında spodümen ilavesi yapılmış, aynı oranda K-feldispat azaltılmıştır. Oluşturulan reçetelerin kimyasal analizleri Çizelge 3'de verilmiştir.

Çizelge 3 Oluşturulan reçetelerin kimyasal analizleri (% ağı.)

Oksit	Std	S1	S2	S3
SiO ₂	63,8	63,8	63,7	63,7
Al ₂ O ₃	24,6	24,8	24,9	25,1
Fe ₂ O ₃	0,5	0,5	0,5	0,5
CaO	0,2	0,2	0,2	0,2
MgO	0,1	0,1	0,1	0,1
Na ₂ O	0,6	0,6	0,5	0,5
K ₂ O	2,9	2,7	2,5	2,3
TiO ₂	0,1	0,1	0,1	0,1
A.Z.	7,0	7,0	7,0	7,0
Li ₂ O	0,0	0,2	0,3	0,5

Reçeteye göre hammaddeler toplam 4 kg kuru madde olacak şekilde hesaplanmış ve tartılmıştır. 860 ml suyun içine hammaddeler yavaş yavaş çamuru birlikte ilave edilerek bir mikserde döküm çamuru hazırlanmıştır. Yapılan çamuru suyu ilavesi % 0,30 – 0,35 aralığındadır.

Yarım saat karıştırılan çamurların MalvernHydro 2000G tane boyut dağılımı cihazında tane boyutları kontrol edilmiştir. 1 gece bekletildikten sonra litre ağırlığı, Fordcup viskozimetresinde akış değerleri kontrol edilerek çekme, deformasyon, mukavemet çubukları dökülmüştür. Hazırlanan çamurdan bir miktar kurutularak dilatometre cihazı için çubuk hazırlanmıştır. Ayrıca, XRD testleri için de dikdörtgen tabletler hazırlanmıştır.

Hazırlanan tüm numuneler işletme hızlı pişirim ve yavaş pişirim tünel fırınlarda pişirilmiştir. Fırınlarda sıcaklık ve süre değerleri Çizelge 4'de verilmiştir.

Çizelge 4 Kütahya Porselen hızlı ve yavaş pişirim sıcaklık ve süre değerleri

Fırın	Hızlı Pişirim Tünel Fırın	Yavaş Pişirim Tünel Fırın
Tepe Sıcaklığı (°C)	1380	1328
Tepe Sıcaklığı Çıkış Süresi (dk)	205	638
Tepe Sıcaklığında Kalma Süresi (dk)	18	45
Toplam Pişirim Süresi (dk)	374	1320

2.3. Test Cihazları

Hazırlanan çamurun viskozite değerleri Fordcup viskozimetresiyle, sintirlenen numunelerin mukavemetleri Kalite/Türkiye marka mukavemet cihazıyla, kromatik koordinatlar (L*a*b*) değerleri Data Color marka renk ölçüm cihazıyla ölçülmüştür. Faz analizi Rikagu/Japonya Rint 2000 difraktometresiyle (XRD), dilatometre eğrileri Netzsch/Almanya marka DIL 402 EP cihazıyla, SEM görüntüleri ise ZeissSupra 50 VP ile kontrol edilmiştir.

3.Sonuçlar ve Tartışma

3.1. Çamurların Tane Boyut Dağılımları ve Reolojik ve Teknolojik Özellikleri

Hazırlanan çamurların tane boyut dağılımları Çizelge 5'de verilmiştir. Spodümen miktarı arttıkça d(90) değerlerinde azda olsa bir azalma eğilimi olduğu görülmüştür. Bu kullanılan spodümenin d(90) değerinin feldispattan daha düşük olmasından kaynaklanmaktadır. Maksimum 0,5µm değerindeki bu fark ihmal edilebilir seviyededir.

Çizelge 5 Çamurların tane boyut dağılımları (µm)

Reçete Kodu	d(10)	d(50)	d(90)
STD	2,746	10,716	42,293
S1	2,743	10,653	42,214
S2	2,737	10,583	41,887
S3	2,75	10,561	41,901

*Tabloda verilen mukavemet değerleri 3 verinin ortalamasıdır.

Hazırlanan çamurların reolojik ve fiziksel özellikleri Çizelge 6'da verilmiştir. % 2'lik spodümen artışı ile birlikte V değerinde bir azalma olmuştur. Lityum yüksek derecede hidratasyon özelliğine sahip olduğu için itme kuvvetlerini baskın hale getirmiştir. Bu sebeple viskozitede düşme meydana gelmiştir. Benzer sonuç Rastelli ve ark. (2004) porselen karo bünyeleri üzerine yaptıkları bir çalışmada da elde edilmiştir. Çalışmalarında standart bünye reçetesine zirkon ve spodümen ilave ederek çamurun reolojik özelliklerini reometre ile ölçmüşlerdir. Sonuç olarak, lityum ilavesinin zeta potansiyelini düşürdüğünü ve dolayısıyla çamurun viskozitesini de azalttığını ifade etmişlerdir [24]. Cowan ve ark. (1950) ise döküm çamurlarını farklı sürelerde bekleterek, pH değerlerini ölçmüşlerdir. Spodümen içeren süspansiyonların, spodümensiz olanlar kadar kararlı olmadığını ifade etmişlerdir [5].

Çizelge 6 Çamurların reolojik ve fiziksel özellikleri

Reçete	STD	S1	S2	S3
Litre Ağırlığı (gr/lt)	1715	1716	1715	1717
V1 (sn/200ml)	60	48	47	47
V2 (sn/200ml)	65	55	55	56
Kalınlık Alma 10' (mm)	2,9	3,3	2,8	2,9
Kalınlık Alma 20' (mm)	4	4,2	3,7	4,2
Kuru Mukavemet*(kg/cm ²)	25,14	27,38	25,54	27,35

Daha fazla spodümen ilavesiyle viskozite değerlerinde büyük bir değişiklik olmadığı görülmüştür. Akış ölçme yöntemi düşünüldüğünde 2-3 saniyelik fark ihmal edilebilir düzeydedir.

Kalınlık alma değeri üretim için önemli bir kriterdir. Açık döküm prosesinde çamurun kalıpta bekletme süresi hedef mamul ağırlığının tutturulması açısından önemlidir. Spodümen artışı ile kalınlık alma değerleri arasında anlamlı bir ilişki bulunamamıştır. 10 dakikalık kalınlık alma değerleri arasındaki en fazla fark 0,4 mm iken, 20 dakikalıkta en fazla 0,5mm'dir. Ölçüm yöntemi düşünüldüğünde, bu fark ihmal edilebilir düzeydedir.

Kuru mukavemet değeri şekillenen ham mamulün taşıma, rötuşlama gibi işlemlere karşı dayanımının bir göstergesidir. Çalışmada spodümen artışı ve kuru mukavemet değerleri arasında anlamlı bir ilişki görülmemiştir. Mamulün ham mukavemetini sağlayan en önemli etken kullanılan kaolen çeşidi ve miktarıdır. Çalışmada kaolen türü ve miktarı sabit tutulmuştur.

Fırın çıkışı ölçülen toplam çekme, deformasyon ve pişmiş mukavemet değerleri Çizelge 7'de verilmiştir. Çizelge 7 incelendiğinde; spodümen miktarı arttıkça toplam çekme değerleri yaklaşık olarak sabit kalırken, deformasyon değerlerinde az da olsa bir artma eğilimi olduğu görülmüştür.

Çizelge 7 Reçetelerin fiziksel özellikleri

Toplam Çekme (%)				
Reçete Kodu	Hızlı Pişirim		Yavaş Pişirim	
	Ort.	Std Sapma	Ort	Std Sapma
STD	12,37	0,15	12,1	0,1
S1	12,63	0,12	11,97	0,06
S2	12,3	0,1	11,57	0,06
S3	12,47	0,15	11,77	0,06
Deformasyon (mm)				
Reçete Kodu	Hızlı Pişirim		Yavaş Pişirim	
	Ort.	Std Sapma	Ort	Std Sapma
STD	8,97	0,21	8,77	0,91
S1	8,73	0,51	10,37	0,51
S2	10,63	0,55	11,13	0,71
S3	11,83	0,31	12	0,87
Nihai Ürün Mukavemeti (kg/cm ²)				
Reçete Kodu	Hızlı Pişirim		Yavaş Pişirim	
	Ort.	Std Sapma	Ort	Std Sapma
STD	447	32,55	515,8	42,32
S1	557,3	50,78	544,7	26,36
S2	564,7	40,02	775,6	29,52
S3	555,5	31,79	624,6	42,5

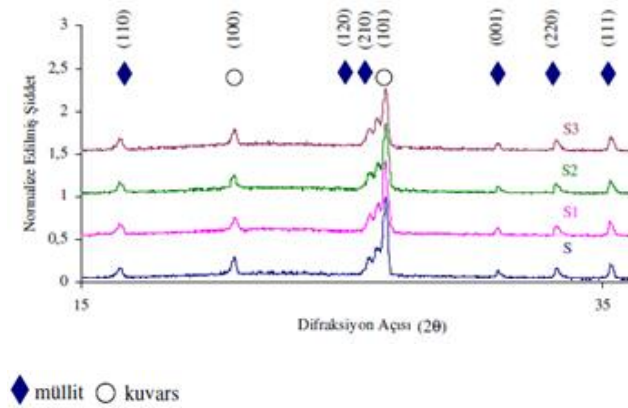
Li₂O en küçük yarıçapa sahip en aktif alkali oksit olduğundan camsı fazın viskozitesini Na₂O ve K₂O'e göre daha fazla düşürmektedir[25]. Sistemin dengeye ulaştığı yüksek sıcaklıklarda düşük viskozite, camsı fazın daha

rahat sürünme davranışı göstermesine sebep olur. Bu da spodümenli bünyelerin daha fazla deformasyon değerine sahip olmasını açıklamaktadır.

Camsı fazın viskozitesinin düşmesiyle daha fazla deformasyon olması beklenebilir. Ancak deformasyon değerlerindeki artış %6 spodümen içerikli S3 bünyesinde bile 2,86 mm'yi geçmemiştir. Lityumun sıvı fazın viskozitesini düşürmesiyle kuvars çözünümü de kolaylaşmıştır. Bu da sıvı fazın viskozitesindedaha fazla düşmesini engellemiştir. Yapılan XRD analizinde de spodümen arttıkça bünyelerin kuvars pik şiddetlerinde de azalma olduğu görülmüştür (Şekil 1). Bu, bünyelerde kuvars çözünümünün gerçekleşmesi anlamına gelmektedir. Aydın ve Kara (2014) yaptıkları bir çalışmada, lityum sayesinde sıvı faz viskozitesi düşen bünyelerde kuvars ve feldispatçözünümünün arttığını belirtmişlerdir. Bu artışa paralel olarak da, spodümenli bünyelerin piyoplastik deformasyon değerlerinde düşme meydana geldiğini ifade etmişlerdir.[26]. Benzer bir sonuç da Hopa ve Özel (2017) tarafından yapılan çalışmada elde edilmiştir. Albit yerine %0,3 – %3 spodümen ilave edilen sağlık gereçleri bünyesinde piyoplastik deformasyon değerlerinin azaldığını tespit etmişlerdir (maksimum albit oranı %23) [27]. Çözünen kuvars, silisyum konsantrasyonunun artmasından dolayı sıvı fazın viskozitesini artırır, böylece bünyenin deformasyona karşı direnci de artmış olur. Lityumlu bünyelerde deformasyon değerinin beklenenden az olmasının sebebi budur.

Yavaş pişirim koşullarında standart bünyede deformasyon değeri hızlı pişirim koşullarındaki ile benzerdir. Ancak spodümen artışı yavaş pişirim koşullarında daha fazla deformasyon olmasına sebep olmuştur. Bunun nedeni pişirim süresinin uzunluğudur.

Şekil 1'de standart bünye ve spodümen ilaveli bünyelerin temsili XRD grafikleri verilmiştir.



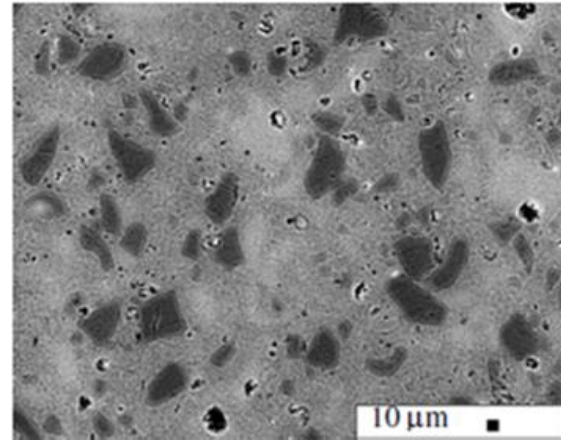
Şekil 1 Standart ve spodümen katkılı bünyelerin XRD analizleri

Nihai mukavemet değerleri incelendiğinde (Çizelge 7) spodümenli reçetelerin tümünün mukavemet değerleri standart bünye mukavemet değerlerinden daha yüksek çıkmıştır. Hızlı pişirim fırınında pişirilen % 2 spodümenli bünyenin mukavemetinde 110 kg/cm²lik bir artış olduğu, daha fazla spodümen ilavesinin ise, mukavemette belirgin bir değişikliğe sebep olmadığı tespit edilmiştir. Tünel fırında pişirilen numunelerde ise, %2'lik ilave değeri çok

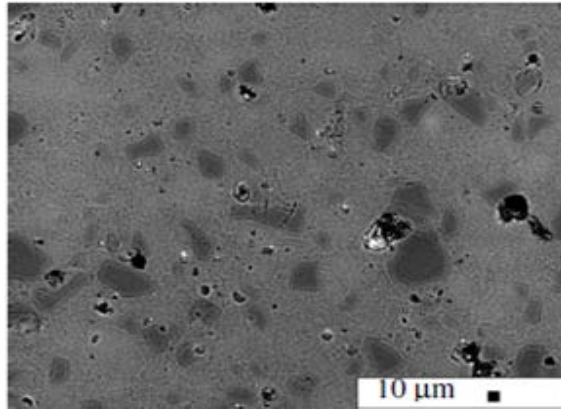
değiştirmeyen %4'lük ilavede, standart bünyeye göre mukavemette 260 kg/cm²lik artış olmuştur. Daha fazla ilave ile yeniden azalma eğilimine geçmiştir ancak değer hala standart bünyeden daha fazladır.

Çalışmada elde edilen sonuçlara paralel olarak, Irish ve Haigh (1992) ve Yamuna ve ark. (2001)'in çalışmalarında da spodümen ilavesi ile mukavemette artış olduğunu tespit etmişlerdir [23,28].

Standart ve maksimum miktarda spodümen içerikli bünyelerin SEM ile elde edilen geri saçınımlı elektron görüntüleri incelendiğinde spodümenli bünyenin daha homojen olduğu ve porozitenin azaldığı ve porlarında daha yuvarlak olduğu görülmüştür (Şekil 2). Daha önce de ifade edildiği gibi, spodümen ilavesi camsı fazın viskozitesini düşürmektedir. Sıvı faz viskozitesinin düşmesi ile porların yok olması kolaylaşır ve küçük porlar kaybolur. Büyük porlar daha kolay yuvarlaklaşarak küçülür ve izole hale gelir [29]. En yüksek oranda spodümen içeren S3 bünyesinde porlar daha az, homojen ve küreseldir. Bu sebeple standart bünyeden daha yüksek mukavemete sahiptir. Ancak çalışmada yalnızca spodümenin pişirim sıcaklığının düşürülmesine odaklanıldığı için en yüksek mukavemet değerine sahip S2 bünyesinin SEM görüntüsü çekilmemiştir.



(a)



(b)

Şekil 2 Bünyelerin SEM görüntüleri (a) Std (b) S3 Daha küçük, izole ve homojen por dağılımı olan bünyelerin mukavemetleri daha yüksektir [30].

Müllit teorisine göre, bünyede müllit seviyesi arttıkça mukavemet artar. Tulyaganov ve ark. (2006a ve b) ve Oberzan ve ark. (2009) spodümen ilavesinin müllit oluşumunu arttırdığını ifade etmişlerdir [21, 31, 32]. Camsı faz içinde dağılmış, birbirine kenetlenmiş müllit tanelerinin bulunması bünyenin mukavemetinin artmasına sebep olmaktadır. Çalışmada yapılan XRD analizlerinde müllit pik şiddetlerinde bir miktar artma olduğu görülmüştür. Mukavemet artışının sebeplerinden birisi bu olabilir.

Matris takviye hipotezine göre ise, bünyede mukavemeti etkileyen en önemli faktör kalıntı kuvars miktarıdır. Soğuma sırasında 573 °C'de $\beta \rightarrow \alpha$ kuvars dönüşümü gerçekleşir. Camsı faz ve kuvars tanesi arasındaki genişleme katsayısı farklılığından dolayı, taneler etrafında çevresel çatlaklar oluşur. Kalıntı kuvarsın miktarının düşük olması bünyede daha az çatlak oluşumu anlamına gelmektedir. Malzeme içinde çatlakların bulunması mukavemeti sınırlandırır [33]. Stathis ve ark. (2004) kalıntı kuvars miktarı ile mukavemet arasında bir ilişki kuramazken [30], Ece ve Nakagawa (2002) ve Stubna ve ark. (2007) bünyedeki kalıntı kuvars miktarının kuvars taneleri etrafındaki mikro çatlaklar nedeniyle mukavemeti olumsuz yönde etkilediğini ifade etmişlerdir [34, 35]. Yukarıda da belirtildiği gibi XRD analizlerinde (Şekil 1), spodümen artışı ile birlikte kuvars pik şiddetlerinde azalma olduğu görülmüştür. Ayrıca, temsili SEM görüntülerinde de (Şekil 2), spodümenli bünyede kalıntı kuvars miktarının azaldığı ve kuvars tane boyutunun sıvı fazın içinde çözünmesinden dolayı küçüldüğü görülmektedir. Spodümenli bünyelerde sıvı fazın viskozitesi daha düşük olduğu için, kuvars daha fazla çözünmüştür. Bünyede kalıntı kuvars miktarının azalması ile de mukavemette artış gözlenmiştir. Li_2O miktarı arttıkça kalıntı kuvarsın azaldığı Oberzan ve ark. (2009) ve Aydın ve Kara (2014) tarafından da tespit edilmiştir [26,32].

Bünyelerin Datacolor marka renk tayin cihazında ölçülen kromatik koordinat ($L^*a^*b^*$) değerleri Çizelge 9'da görülmektedir. Çizelgede L^* beyazlık, a^* yeşillik (tüm değerler negatif) ve b^* sarılık (tüm değerler pozitif) değerini ifade etmektedir. Hesaplanan ΔE değeri grup bazında her bir fırın için ayrı hesaplanmıştır.

Eğer ΔE değeri 1'den küçükse bu iki renk arasında fark yoktur, 2'den büyükse renk arasındaki farkı ayırt edebilir. 1'den büyük ve 2'den küçük değerler gözlemci tarafından % 50 ihtimalle ayırt edilebilir [3, 36,37]. Çizelgedeki tüm ΔE değerleri 2'nin altındadır ve spodümenli reçeteler ile standartlar arasında göz ile ayırt edilebilir bir fark mevcut değildir.

Çizelge 9 Bünyelerin kromatik koordinat ($L^*a^*b^*$) değerleri

Reçete Kodu	Fırın	L^*	a^*	b^*	ΔE
STD		88,6	-0,51	0,87	-
S1	HP	88,29	-0,45	1,12	0,4
S2		88,55	-0,52	1,01	0,15
S3		88,28	-0,42	1,34	0,58
STD	YP	89,1	-0,45	2,29	-
S1		89,82	-0,42	2,36	0,72

S2	89,92	-0,38	2,79	0,96
S3	90,54	-0,38	3,33	1,78

HF: Hızlı pişirim fırını

TF: Yavaş pişirim fırını

Tulyaganov ve ark. (2006a ve b) yaptıkları çalışmalarda spodümen miktarı arttıkça bünye renginde pembeleşme olduğunu tespit etmişler ve bu renk değişimini spodümen-demir ilişkisine bağlamışlardır [21, 31]. Yamuna ve ark. (2001) müllit beta spodümen kompozitleri üzerine yaptıkları çalışmada pembe rengin beta spodümen oluşumu ile alakalı olduğunu belirtmişlerdir. Ancak safsızlık olarak Fe_2O_3 içermeyen bünyelerde beta spodümen bulunmasına rağmen pembe renk oluşmadığı, pembeliğin Fe_2O_3 -beta spodümen ilişkisinden kaynaklandığını ifade etmişlerdir [28]. Oberzan ve ark. (2009) beta spodümen fazı içeren yüksek alüminalı bünyelerinde de pembe noktalar olduğunu açıklamışlardır [32]. Tulyaganov ve ark. (2006 a ve b)'in çalışmalarında pembelik olan bünyeler lityum oranının yüksek olduğu ve yapıda beta spodümen katı çözünmesinin olduğu bünyelerdir. Mevcut çalışmada spodümen en fazla % 6 oranında kullanılmıştır. Bu bünyenin kimyasal bileşimine göre maksimum % 0,5 Li_2O oranına karşılık gelmektedir ve yapıda β -spodümen katı çözünmesi oluşmamıştır (Şekil 1).

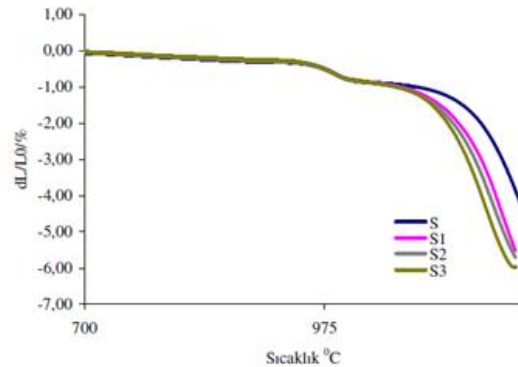
3.2. Sinterleme Davranışları

Çizelge 8'de bünyelerin dilatometre eğrilerinden elde edilen sıvı faz oluşum sıcaklıkları verilmiştir ($10^\circ\text{C}/\text{dk}$).

Çizelge 8 Bünyelerin sıvı faz oluşum sıcaklıkları

Bünye Kodu	Sıvı Faz Oluşum Başlangıç Sıcaklığı ($^\circ\text{C}$)
Std	1199
S1	1184
S2	1169
S3	1158

Çalışmada ağırlıkça en fazla %0,5 Li_2O kullanılmasına rağmen (ağırlıkça % 6 spodümen), sıvı faz oluşumu başlangıç sıcaklığını düşürdüğü görülmüştür (Şekil 3).



Şekil 3 İncelenen bünyelere dilatometre eğrileri

Tulyaganov ve ark. (2006a) %1,5 Li_2O ilavesi ile pişirim sıcaklığını $100-120^\circ\text{C}$ düşürmüşlerdir [21]. Bu çalışmada Li_2O oranı % 0,5 gibi düşük bir oranda olmasına rağmen,

pişirim sıcaklığını düşürmede önemli etkisinin olduğu tespit edilmiştir. Aydın ve Kara (2014) da hızlı pişirim (50°C/dk) porselen stoneware bünyelerde ağırlıkça %4 spodümen ilavesiyle bile pik sıcaklığının 14°C düştüğünü tespit etmişlerdir [26].

Lityum bünyede feldispatmetakaolinit sınırındaki ötektik sıcaklığını düşürür. Bu sayede spodümenli bünyelerde daha düşük sıcaklıklarda sıvı faz oluşumu gözlenir [21]. Daha erken sıvı faz oluşumu, sinterleşmenin daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşebilmesini sağlar [21,38]. Çizelge 8 incelendiğinde, % 6 spodümen içeren bünye (% 0,5 Li₂O), standart bünyeye göre yaklaşık 40°C daha düşük sıcaklıkta pişirilebileceği görülmektedir.

4. Genel Sonuçlar

Spodümen ilavesiyle sıvı faz oluşum sıcaklığının düştüğü tespit edilmiştir. S3 reçetesinde maksimum Li₂O miktarı ağırlıkça % 0,5 olmasına rağmen sıvı faz oluşum sıcaklığı yaklaşık 40°C düşmüştür.

Spodümen ilavesiyle bünyelerin nihai mukavemet değerlerinin 100-250kg/cm² kadar arttığı gözlenmiştir. Nihai mukavemet değeri ürünün çarpma mukavemetinin bir göstergesidir. Mukavemeti yüksek ürünlerin çarpma dayanımları da yüksek olmaktadır. Çarpma dayanımı ile ilgili TS 10850 "Porselen Sofra Eşyası", PAS 54 "Articles intended for contact with foodstuffs, and vases" standartlarında limit değerler verilmiştir. Firmalar bu limit değerler dahilinde üretim yapmak zorundadırlar. Çarpma dayanımı değeri bu limit değerlerin ne kadar üstünde olursa o kadar avantaj sağlar. Özellikle otel grubu ürünleri için bu değerlerin yüksek olması önemlidir. Bu çalışmada en yüksek mukavemet değeri S2 bünyesinde. Üretim için S2 bünyesi seçildiğinde, ürünlerin çarpma dayanımları da artırılmış olacaktır.

S2 bünyesi seçildiğinde, maksimum pişirim sıcaklığı 30°C kadar düşürülebilecektir. Böylece yıllık hızlı pişirim tünel fırın doğal gaz tüketiminde yaklaşık 123.000 m³lük azalma sağlanmış olacaktır. Bu da yaklaşık 126.000 m³lük CO₂ salınımının azalmasına sebep olacaktır.

Kaynakça

[1] Agrafiotis, C., Tsoutsos, T., Energy saving technologies in the European ceramic sector: a systematic review, *Applied Thermal Engineering*, **21**, 1231-1249, 2001

[2] Spence, C., Küresel Sınma, Pegasus Yayınları, İstanbul, 2007

[3] Andreola, F., Barbieri, L., Karamanova, E., Lancellotti, I., Pelino, M., Recycling of CRT panel glass as fluxing agent in the porcelain stoneware tile production, *Ceram. Int.*, **34**, 1289–1295, 2008.

[4] Brangça, S.R., Bergmann, C.P., Traditional and glass powder porcelain: Technical and microstructure analysis, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **24**, 2383 – 2388, 2004.

[5] Cowan, C.A., Bole, G.A., Stone, R.L., Spodümen as a flux component in sanitary chinaware bodies, *Am. Ceram. Soc.*, **33**(6), 193–197, 1950

[6] Crespo, M.S.H., Rincon, J.M., New porcelainized stoneware materials obtained by recycling of MSW incinerator fly ashes and granite sawing residues, *Ceram. Int.*, **27**, 713 – 720, 2001.

[7] Dana, K., Das, S. ve Das, S.K., Effect of substitution of fly ash for quartz in triaxial kaolin-quartz-feldspar system, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **24**, 3169 – 3175, 2004a.

[8] Dana, K., Das, S.K., Partial substitution of feldspar by B.F. slag in triaxial porcelain: phase and microstructural evolution, *Eur. Ceram. Soc.*, **24**, 3833 – 3839, 2004b.

[9] Dana, K., Deyb, J., Das, S.K., Synergistic effect of fly ash and blast furnace slag on the mechanical strength of traditional porcelain tiles, *Ceram. Int.*, **31**, 147–152, 2005.

[10] Esposito, L., Salem, A., Tucci, Gualtieri, A., Jazayeri, S.H., The use of nepheline-syenite in a body mix for porcelain stoneware tiles, *Ceram. Int.*, **31**, 233–240, 2005.

[11] Karamanov, A., Karamanov, E., Ferrari, A.M., Ferrante, F., ve Pelino, M., The effect of fired scrap addition on the sintering behaviour of hard porcelain, *Ceram. Int.*, **32**, 727–732, 2006.

[12] Kurama, S., Kara, A., Kurama, H., Investigation of borax waste behaviour in tile production, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **27**, 1715-1720, 2007.

[13] Luz, A.P., Ribeiro, S., Use of glass waste as a raw material in porcelain stoneware tile mixtures, *Ceram. Int.*, **33**, 761–765, 2007.

[14] Matteucci, F., Dondi, M., Guarini, G., Effect of soda-lime glass on sintering and technological properties of porcelain stoneware tiles, *Ceram. Int.*, **28**, 873–880, 2002.

[15] Mukhopadhyay, T.K., Ghosh, S., Ghatak, S. ve Maiti, H.S., Effect of pyrophyllite on vitrification and on physical properties of triaxial porcelain, *Ceram. Int.*, **32**, 871–876, 2006.

[16] Pontikes, Y., Esposito, L., Tucci, A., Angelopoulos, G.N., Thermal behaviour of clays for traditional ceramics with soda–lime–silica waste glass admixture, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **27**, 1657–1663, 2007.

[17] Raimondo, M., Zanelli, C., Matteucci, F., Guarini, G., Dondi, M., Labrincha, J.A., Effect of waste glass (TV/PC cathodic tube and screen) on technological properties and sintering behaviour of porcelain stoneware tiles, *Ceram. Int.*, **33**, 615–623, 2007

[18] Rambaldi, E., Carty, W.M., Tucci, A., Esposito, L., Using waste glass as a partial flux substitution and pyroplastic deformation of a porcelain stoneware tile body, *Ceram. Int.*, **33**, 727–733, 2007.

[19] Torres, P., Manjate, R.S., Quaresma, S., Fernandes, H.R., Ferreira, J.M.F., Development of ceramic floor tile compositions based on quartzite and granite sludges, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **27**, 4649–4655, 2007.

[20] Tucci, A., Esposito, L., Rastelli, E., Palmonari, C., Rambaldi, E., Use of soda limescrap-glass as a fluxing

- agent in a porcelain stoneware tile mix, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **24**, 83-92, 2004.
- [21] Tulyaganov, D.U., Agathopoulos, S., Fernandes, H.R. ve Ferreira, J.M.F, Influence of lithium oxide as auxiliary flux on the properties of triaxial porcelain bodies, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **26**, 1131 – 1139, 2006a.
- [22] Youssef, N.F., Abadir, M.F., Shater, A.O., Utilization of soda glass (cullet) in the manufacture of wall and floor tiles, *Eur. Ceram. Soc.*, **22**, 1721 – 1727, 1998.
- [23] Irish, S., Haigh, M., An assessment of spodumene in ceramic bodies, *ceramic technology international* (Sterling Publications International Ltd), 1992
- [24] Rastelli, E., Tucci, A., Esposito, L., Malmusi, The effect of spodumene and zirconium based materials on the rheology of slips for porcelain stoneware tile, *Key Engineering Materials*, 264-268, 1531-1534, 2004
- [25] Merivale, C., Lithium in Ceramics, *Am. Ceram. Soc.*, **61**, 82-84, 2003 Mifflin, M., Is it really bone china? - a quick way to verify!, 2008
- [26] Aydın, T., Kara, A., Effect of spodumene addition on pyroplastic deformation of porcelain stoneware, *Ceram.Proc.Res.*, 15 (6), 486-491, 2014.
- [27] Hopa, D.Y., Özel, E., Pyroplastic deformation behavior of vitreous porcelain bodies in presence of spodumene, *Journal of the Australian Ceram. Soc.*, 53 (2), 545-551, 2017
- [28] Yamuna, A., Devanarayanan S., Lalithambika, M., Mullite- β -Spodumene Composites from Aluminosilicates, *Amer.Ceram.Soc.*, **84**(8), 1703 – 1709, 2001.
- [29] Kara, A. ve Stevens, R., Characterisation of biscuit fired bone china body microstructure. Part I: XRD and SEM of crystalline phases, *J. Eur. Ceram Soc.*, **22**, 731–736, 2002.
- [30] Stathis, G., Ekonomakou, A., Stournaras, C.J., Ftikos, C., Effect of firing conditions, filler grain size and quartz content on bending strength and physical properties of sanitaryware porcelain, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **24**, 2357 – 2366, 2004
- [31] Tulyaganov, D.U., Agathopoulos, S., Fernandes, H.R. ve Ferreira, J.M.F., Fabrichnaya, O., Influence of Li₂O doping on non-isothermal evolution of phases in K-Na-containing aluminosilicate matrix, *Am. Ceram. Soc.*, **89**(1), 292-297, 2006b
- [32] Oberzan, B., Holc, J., Buh, M., Kuřcer, D., Lavrač, I., Kosec M., High alumina porcelain with the addition of a Li₂O-bearing fluxing agent, *J. Eur. Ceram. Soc.*, A_P, 2009
- [33] Bona, A.D., Mecholsky, J.J., Anusavice K.J., Fracture behavior of lithiadisilicate- and leucite-based ceramics, *Dental Materials*, **20**, 956 – 962, 2004.
- [34] Ece, O.E., Nakagawa, Z., Bending strength of porcelains, *Ceram. Int.*, **28**, 131- 140, 2002.
- [35] Štubňa, I., Trník, A., Vozár, L., Thermomechanical analysis of quartz porcelain in temperature cycles, *Cer.Int.*, **33**(7), 1287-1291, 2007.
- [36] Öztürk, Ö. Uludag, B., Üşümez, A., Sahin, V., Çelik, G., The effect of ceramic thickness and number of firings on the color of two all-ceramic systems, *Clinical Implications*, **100** (2), 99-106, 2008.
- [37] Uludag, B., Usumez, A., Sahin, V., Eser, K., Ercoban, E., The effect of ceramic thickness and number of firings on the colour of ceramic systems: An in vitro study, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, **97** (1), 25-31, 2007
- [38] Bernardin, A.M., Medeiros, D.S. ve Riella, H.G., Pyroplasticity in porcelain tiles, *Materials Science&Engineering*, **427**, 316-319, 2006

THE EFFECT OF CERAMIC MEDIA ON MILLING AND EXPERIMENTAL TESTING OF MEDIA WEAR

O.Y.Toraman^{a,b}, O.Ersoy^{b,c}, Y.Kaplan^{d,e}, A.Teymen^a H.Kose^f, B.Bitirmis^f

^a Nigde Ömer Halisdemir University, Faculty of Engineering, Mining Engineering Department, 51240 Nigde, Turkey, E-mail: otoraman@ohu.edu.tr

^b Nigde Ömer Halisdemir University, Industrial Raw Materials & Building Materials Application & Research Center, 51240 Nigde, Turkey

^c Nigde Ömer Halisdemir University, Faculty of Engineering, Geological Engineering Department, 51240 Nigde, Turkey

^d Nigde Ömer Halisdemir University, Faculty of Engineering, Mechanical Engineering Department, 51240 Nigde, Turkey

^e Nigde Ömer Halisdemir University, Prof.Dr.T.Nejat Veziroglu Clean Energy Research Center, 51240 Nigde, Turkey

^f Nigtas R&D Center, Nigtas Co., Nigde, Turkey

Abstract

Grinding media selection has a major influence on mill parameters such as energy efficiency, internal wear and operating costs. Ceramic beads are usually classified according to their chemical composition and physical properties such as bulk density, hardness and fracture toughness. In this paper, two different ceramic beads supplied from different companies are compared in terms of grinding performance, self-wear resistance and impact strength of beads.

Keywords: Grinding media, ceramic, milling, strength, self-wear

1. Introduction

Comminution operations are the most expensive and energy consuming processes in the mineral sector. Any action aiming at reducing the costs associated with that step is welcome, and lowering the consumption of grinding media figures among the main concerns related to decreasing comminution expenses [1]. In the mining industry, operating costs are generally driven by energy consumption and wear. Wear of grinding media is by far the most important wear issue tumbling and stirred mills. The mining industry is faced with severe challenges due to media composition and characteristics, selection for their own application. Suppliers are presenting different products with specific properties and price. For grinding media selection, there is a compromise between grinding efficiency, wear resistance and cost [2]. The high intensity stirred mills further extend the energy benefits of this technology by using higher stirrer speeds and smaller grinding media [3]. Media selection has a major influence on mill parameters such as energy efficiency, internal wear and operating costs. An inert grinding environment is beneficial to avoid mineral surface degradation and obtain downstream processing and cost advantages [4]. Ceramic beads have a profound implication to these parameters and the availability of an economic ceramic media could give significant benefits to the users of mills [5]. They are usually classified according to their chemical composition and physical properties such as bulk density, hardness and fracture toughness. The bulk density has a large

influence on the mill power draw. Hardness and fracture toughness give an indication of the bead's wear resistance [4]. On the other hand, to choose the correct bead material and size, the following are general rules to follow [6]:

- i. Bead hardness should be higher than the hardness of the product being milled,
- ii. A higher hardness and fracture toughness bead is needed when higher energy mills are used,
- iii. The media must not react with or contaminate the product,
- iv. Media size must be chosen relative to the final particle size of the product.

Mill media selection, evaluation the media wear and the operation of stirred mills have been discussed in several authors [6-9]. In this paper, two different ceramic beads supplied from different companies are compared in terms of grinding performance, self-wear resistance and impact strength of beads.

2. Media wear and abrasion resistance

Wear is the progressive loss of material from a solid body due to its contact and relative movement against a surface. The term wear is used to refer to both the wear process as to its result [10], and is known to lower the operational efficiency of machinery and its components, leading to a major source of costs in a number of industries [11]. The ideal media type for high intensity stirred mills has consistent, reproducible characteristics as shown below, and is further detailed by Lichter and Davey [12]:

- Definite initial charge PSD and top up size
- Chemical composition
- Hardness (related to chemical composition and grain size)
- High sphericity
- High roundness
- Competency (mechanical integrity)
- SG (as designed for machine operation /ore breakage requirements)

Many comminution tests have been developed to provide indexes about material characteristics. Some of them are dedicated to modelling or qualifying wear resistance and are used in commercial brochures to specify media properties: Abrasion test where Bond developed correlations giving wear rate in lb of metal wear/kWh of energy used in comminution process, crushability index, Brinell-Knoop and Vickers microhardness, Moh's hardness, Dorry hardness test, compression crushability test, point load test and uniaxial compression test [2].

On the other hand, wear mechanisms in stirred mills are complex enough and beads wear resistance cannot be explained by chemical composition and physical properties such as hardness. For instance;

- i. Alumina beads, with same composition from different suppliers, do not give same wear performances,
- ii. Alumina beads, the hardest one, do not give the best wear performance when compared with beads having other compositions,
- iii. Beads breakage that sometimes occurs in stirred mills cannot be explained by physical properties.

Moreover, ceramic beads suppliers know very well that the microstructure plays an important role in getting a sound bead. Two manufacturing processes may be distinguished in the production of ceramic media commonly used in fine grinding for non-contaminating applications:

- i. Sintered ceramic beads obtained by a cold forming of ceramic powder and by firing in high-temperature kilns.
- ii. Fused ceramic formed by electric fusion of oxides [4].

The majority of these beads are named zirconium silicate. Ceramic beads manufactured by sintering process gained a large part of the world market. Electro-fused beads are now used only for very specific applications. The soundness of ceramic beads depends on the fineness of the grains and how will the grains stick well together, the latter being obtained through sintering at high and homogeneous temperature [2].

3. Experimental

3.1. Test Materials

Calcite powder used was supplied by the Nigtas Company, Nigde, Turkey. A chemical analysis of the sample is reported in Table 1. The particle population density of feed sample is given in Fig. 1. The mean particle size of the sample was 23.48 μm , and the specific surface area (SSA) was 0.941 m^2/g . Grinding aids (0.2% MEG, TEA and Glycol complex) which were used in the grinding performance tests, were obtained from Sigma-Aldrich.

Table 1. Chemical composition of the sample (wt%).

CaCO ₃	MgCO ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Total
99.5	0.2	0.01	0.01	0.02	99.74

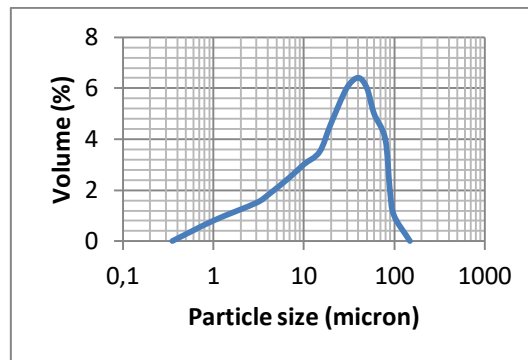


Fig. 1. Particle population density of feed sample.

Chemical properties of two different grinding beads are given in Table 2.

Table 2. Chemical properties of different grinding beads.

	GM01	GM02
Fe ₂ O ₃	0.192	0.227
MgO	0.691	1.663
Al ₂ O ₃	87.978	84.917
SiO ₂	4.796	7.658
SO ₃	0.406	0.557
K ₂ O	0.060	0.075
Na ₂ O	0.199	0.118
TiO ₂	0.080	0.064
CeO ₂	0.000	0.000
Co ₃ O ₄	0.502	0.502
ZnO	0.007	0.009
NiO	0.000	0.033
SrO	0.010	0.000
I	0.468	0.349
BaO	0.357	0.000
WO ₃	2.381	3.037
La ₂ O ₃	0.000	0.672
Ga ₂ O ₃	0.000	0.009
CaO	0.966	1.277

3.3. Test methods

3.3.1. Self-wear in water

600 g grinding media and 200 g water were added into the vertical stirred mill to grind for some time (3-6-10 h). Grinding was conducted at a speed of 600 rpm.

3.3.2. Self-wear without water

600 g grinding media was added into the vertical stirred mill to grind for some time (8-16-24 h). Grinding was conducted at a speed of 600 rpm.

3.3.3. Milling performance with calcite powder

Vertical stirred media mill (Fig.2) was used in order to provide robust grinding and impacting forces. Also some detailed parameters of the mill used are listed in Table 3.



Fig 2. Vertical stirred media mill used

Table 3. Parameters of vertical stirred mill.

Parameters	Vertical stirred mill
Motor power (kw)	0.5
Grinding chamber volume (l)	0.75
Operation speed (rpm)	600

Approximately 900 g grinding media and 45 g calcite powder were added into the vertical stirred mill to grind for 10 min. Summary of experimental conditions is shown in Table 4.

Table 4. Summary of experimental conditions.

Item	Experimental condition
Bead filling ratio	0.70
Sample filling ratio	0.05
Grinding time	10 min
Temperature	Room temperature
Material of grinding media	GM01, GM02
Grinding media size	3-4 mm
Powder sample	
Specific gravity	2.7 g/cm ³
Particle size (average)	23.48 μm
Specific surface area (SSA)	0.941 m ² /g

3.3.4. Strength measurement

Uniaxial compression tests were performed on the studied ceramic beads. A digital point load tester with a loading capacity of 3000 kN was used to sensitively determine the strength of the ceramic beads. Ten samples of each ceramic bead type were broken to determine the strength of the ceramic beads. First, the specimens were centred between the loading plates and then the load was gradually increased manually until fracture occurred. Figure 3 shows the uniaxial compression test performed by adapting the point load tester, and some broken bead samples.

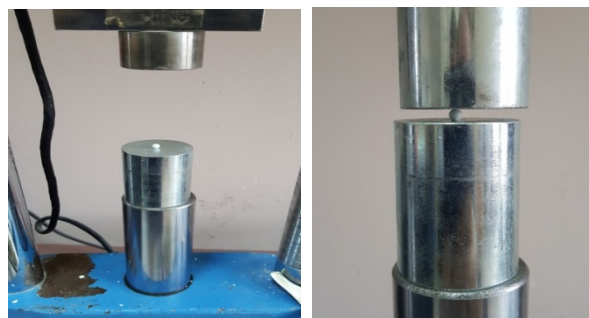


Fig 3. Uniaxial compression test

3.3.5. Calculation on wear-rate

The media wear-rate can be calculated by equation “wear-rate= a/bt ”, where a is the media loss (g), after milling, b is the initial media charge (kg), and t is the milling time (h). The unit of wear-rate is $g.kg^{-1}h^{-1}$ [13].

4. Results and Discussion

4.1 Grinding tests

Table 5 shows the summary of particle size distributions of feed and milled products. It was found that grinding efficiency of both beads (GM01 and GM02) was very similar.

Table 5. Particle size distributions of feed and milled products.

Grinding media type	D ₅₀	D ₉₇	<2 μm % of particles of diameter	SSA, m ² /g
Feed	23,48	89,43	8,38	0,94
GM01	4,57	20,53	29,19	2,44
GM02	4,39	17,88	28,57	2,47

Colour parameters (R_y , L^* , a^* , b^*) of feed sample and products are shown in Table 6. Whiteness is an important specification of micronized mineral filler products, and it is important for marketing purposes that whiteness be high ($\geq 95\%$). Notably, the lightness (L^*) values of the ground calcite products slightly increased from 97,56 to 98,17 and 98,19 with GM01 and GM02, respectively. It can be said that the effect to the product colour properties of both beads (GM01 and GM02) was almost the same.

Table 6. Colour parameters (R_y , L , a , b) of feed material and products.

Grinding media type	R_y	L^*	a^*	b^*
Feed	93,83	97,56	0,17	1,50
GM01	95,34	98,17	0,04	0,09
GM02	95,38	98,19	0,05	1

4.2. Self-wear tests

Self-wear is a simple and easy way, that's why it is commonly used. Fig 4. shows the self-wear curves of different grinding media in water versus time. It can be seen from the Fig.4 that GM01 bead has higher self-wear rate in water.

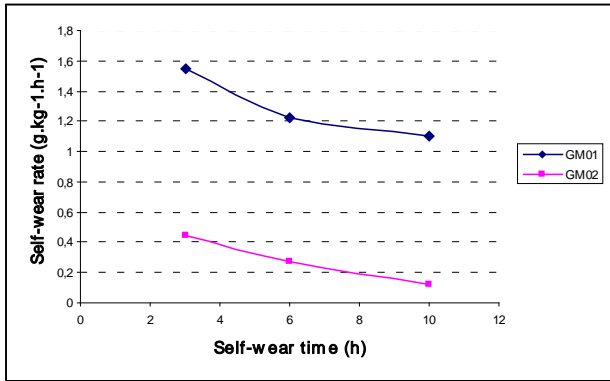


Fig 4. Self-wear curves of beads in vertical stirred mill. Fig 5. also shows the cumulative wear curves of different grinding media without water versus self-wear time. It can be seen from the Fig.5 that GM02 has lower cumulative wear rate less than GM01.



Fig 5. Cumulative wear curves of beads in vertical stirred mill.

Fig 6. shows typical SEM photos of media surfaces before and after 24 h self-wear test. As can be seen from the SEM images, the GM01 ceramic ball was fairly rough at the beginning, but after the abrasion test it became quite smooth surface, and the GM02 ceramic ball surface was not very rough, so the wear after test was also small. As a result, SEM images confirm the results in Fig 4.

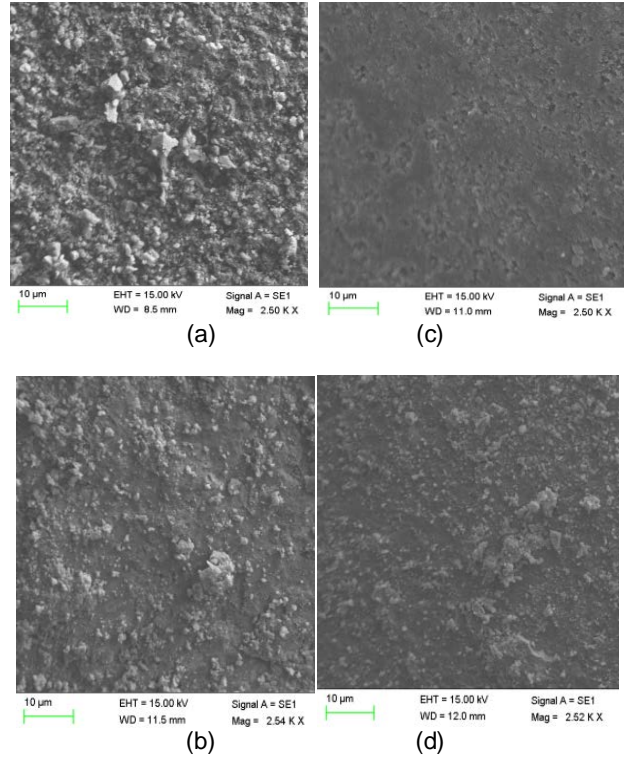


Fig 6. SEM photos of media surfaces before (a) GM01 (b) GM02 and after (c) GM01 (d) GM02 24 h self-wear test.

4.3. Strength test

After the point load test, the strength of the GM01 ceramic bead was 354,8 kg, while the value of GM02 was 347,6 kg (Table 7). The slightly higher strength of the GM01 can be explained by the fact that the alumina content is 3% higher.

Table 7. Point load strength test results

Grinding media type	Strength (kg)	% standard deviation
GM01	354,8±44,0	15,0
GM02	347,6±71,1	31,1

5. Conclusions

The effects to the product colour properties and grinding efficiency of both beads (GM01 and GM02) are almost the same. But, GM01 bead which is fairly rough in original has higher self-wear rate in water. Cumulative wear rate GM02 bead is less than GM01. The strength of the GM01 is slightly higher because of its 3% higher alumina content.

Acknowledgment

The authors would like to thank Nigde Ömer Halisdemir University Industrial Raw Materials & Building Materials Application & Research Center and Nigtas Co., Nigde, Turkey, for their support in this work.

References

- [1]Massola, C.P., Chaves, A.P., Albertin, E., 2016. A discussion on the measurement of grinding media wear, *Journal of Materials Research and Technology*, 5(3), 282-288.
- [2]Clermont, B., Philippe, C., 2012. Do's and Don'ts of measuring ceramic beads wear in the lab and in the industry. <http://www.magotteaux.com/wp-content/uploads/Do%E2%80%99s-and-Don%E2%80%99ts-of-measuring-ceramic-beads-wear-in-the-lab-and-in-the-industry.pdf>
- [3]Gao, M., Young, M., Allum, P., 2002. IsaMill Fine Grinding Technology And Its Industrial Applications At Mount Isa Mines. 34th Annual Meeting of The Canadian Mineral Processors, Ottawa, Canada.
- [4]Rule, C.M., Knopjes, L., Clermont, B., Philippe, C., 2008. Fine grinding-Developments in ceramic media technology and result improved plant performance at Anglo Platinum, Third International Platinum Conference 'Platinum in Transformation', The Southern African Institute of Mining and Metallurgy, s.53-62.
- [5]Curry, D.C., Clermont, B., 2005. Improving the efficiency of fine grinding-developments in ceramic media technology.
- [6]Graves, G.A., Boehm, T., 2007. Mill media considerations for high energy mills, *Minerals Engineering*, 20, 342-347.
- [7]Farber, B., Durant, B., Bedesi, N., Effect of Media Size and Mechanical Properties on Milling efficiency and Media Consumption.
- [8]Kotze, H., 2012. Selecting ceramic media: Part 1-Theory, *Chem. Eng. Technol.*, 35(11), 2051-2057.
- [9]Kotze, H., Bedesi, N., 2015. Selecting ceramic media: Part 2-Evaluating the wear, *International Journal of Mineral Processing*, 136, 45-49.
- [10]Tylczak, J.H., Jeffery, A.H., Wilson R.D., 1999. A comparison of laboratory abrasion and field wear results, *Wear*, 255:1059–69.
- [11]Spero C., Hargreaves D.J., Kirkcaldie R.K., Flit H.J. 1991. Review of test methods for abrasive wear in ore grinding, *Wear*, 146:389–408.
- [12]Lichter, J, Davey, G., 2002. Selection and sizing of ultrafine and stirred grinding mills, SME Mineral Processing Plant Design Symposium, Vancouver, Canada.
- [13]King, J., Li, Q., Wang, A., He, C., Zhou, J., Deng, H., Xu, R., 2015. Evaluation of grinding media wear-rate by a combined grinding method, *Minerals Engineering*, 73, 39–43.

THE EFFECT OF Mn AMOUNT ON THE SHAPE MEMORY PROPERTIES OF CuAlMn RIBBONS PRODUCED BY MELT SPINNING METHOD

MELT SPINNING YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN CuAlMn ESASLI ŞERİTLERDE Mn MİKTARININ ŞEKİL HAFIZA ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

Sultan ÖZTÜRK¹, Murat EROĞLU², Sefa Emre SÜNÜL¹, Kürşat İCİN¹ ve Bülent ÖZTÜRK^{1*}

^{1*}Corresponding author, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Trabzon, E-posta: bozturk@ktu.edu.tr

² Bursa Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, E-posta: eroglu_murat@outlook.com

Özet

Bu çalışmada, melt spinning yöntemi kullanılarak %13 Al (ağ.) ve %1-14 Mn (ağ.) elementleri içeren CuAlMn şeritler hızlı katılaştırılmış olarak üretilmiştir. Üretilen şeritlerin termal analizleri gerçekleştirilerek şekil bellek özellikleri araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlardan, % 4 ve altı Mn miktarına sahip şeritlerde anafazın β_1^1 martenzitten, % 7 ve üzeri Mn miktarına sahip olanlarda ise anafazın γ_1^1 martenzitten oluştuğu gözlenmiştir. Ayrıca, martenzit-östenit ve östenit-martenzit dönüşüm sıcaklıkları da tespit edilmiş ve şekil bellek özellikleri tespit edilmiştir. %4 ve altı Mn içeren şeritlerde iki yönlü, %7 ve üzeri Mn miktarına sahip olanlarda ise tek yönlü şekil bellek özelliği oluştuğu saptanmıştır.

Anahtar kelimeler: CuAlMn esaslı şeritler, Şekil bellek özelliği, Melt spinning yöntemi.

Abstract

In this study, rapidly solidified CuAlMn ribbons which involve 13% Al (wt.%) and 1-14 % Mn (wt.%) have been produced by melt spinning method. The shape memory properties of produced ribbons were investigated by means of thermal analysis. The results revealed that, matrix phase was comprised by β_1^1 martensite for ribbons which involved 4% or less Mn and matrix phase was comprised by γ_1^1 martensite for ribbons which involved 7% or more Mn. Also, the shape memory properties of produced ribbons were investigated by the way of specifying the martensite-austenite and austenite-martensite transformation temperatures. Dual shape memory effect was observed for ribbons which involved 4% or less Mn, and unidirectional shape memory for ribbons which involved 7% or more Mn.

Keywords: CuAlMn based ribbons, Shape memory property, Melt spinning method.

1. Giriş

Uygun bir sıcaklıkta dış etkilere dolaylı bozulan, ilk geometrilerine geri dönebilen malzemeler şekil hafızalı alaşımlar (shape memory alloys) (SMA) olarak bilinmektedir. Bu alaşımlarda, şekil değişimi olabilmesi için martenzit ve östenit faz dönüşümlerinin gerçekleşmesi gerekmektedir. Bu malzemeler düşük

sıcaklıklarda deforme edildikten sonra, daha yüksek sıcaklıklarda orijinal şekillerine dönebilmektedirler [1]. Tek yönlü şekil hafızaya sahip malzemeler yalnızca ısıtma halinde şekil değiştirirken, çift yönlü şekil hafızaya sahip malzemeler ise soğutma halinde de şekil değiştirmektedir [1, 2].

Şekil hafızalı malzemeler sıcaklık ve zorlamaya bağlı olarak farklı fazlarda bu özelliklerini sergileyebilirler. Östenit ve martenzit bu fazlar arasında en önemli iki fazdır. Martenzit fazı (düşük simetri fazı) düşük sıcaklık ya da yüksek zorlama altında kararlıdır. Tam tersi olarak, östenit fazı (yüksek simetri fazı) yüksek sıcaklık ya da düşük zorlama altında kararlıdır. Yüksek simetri fazından düşük simetri fazına atomların difüzyonsuz olarak ortak hareketi martenzit faz dönüşümü olarak bilinmektedir [3, 4].

Tıpta, otomotiv endüstrisinde, uzay araştırmalarında, mikro elektromekanik gibi muhtelif alanlarda oluşan ihtiyaçları karşılamak amacıyla akıllı malzemeler geliştirilmeye başlanmıştır. Akıllı malzemenin ortamla olan uyumluluğunun iyi sonuçlar vermesi bu alaşımların seçiminde en önemli faktörlerden birisidir. Büyük birim şekil değiştirme özellikleri ve geniş iş yoğunluğu kapasiteleri şekil hafızalı alaşımların bu kategoriye girmesine sebep olmuştur [5, 6].

Endüstride ticari değere sahip iki tür şekil hafızalı alaşım bulunmaktadır. Bunlar; bakır esaslı alaşımlar ve NiTi alaşımlarıdır. Bu malzemeler birbirleriyle kıyaslandığında, oldukça farklı özellikler sergilerler. NiTi esaslı malzemelerde % 8 olan şekil hafıza değiştirme özelliği, bakır esaslı alaşımlar için % 4-5 değerinde olmaktadır. Bakır esaslı alaşımlarla karşılaştırıldığında daha fazla ısı kararlılığına sahip olan NiTi alaşımları mükemmel korozyon direncine ve çok daha yüksek sünekliğe sahiptir. Öte yandan, bakır esaslı alaşımlar daha ucuzdur, eritilmeleri kolaydır, daha geniş potansiyel düşük sıcaklık aralığına sahiptirler. Bu durumda, NiTi ve bakır esaslı alaşımların kullanılacağı yerler göz önünde bulundurulduğunda avantaj ve dezavantajlar ortaya çıkmaktadır [1, 6, 7].

Bakır esaslı şekil bellekli alaşımlar içerisinde CuAl esaslı olanlar ise, düşük maliyet, makul şekil bellek kapasitesi ve iyi darbe sönmeme yeteneği gibi özellikler sayesinde birçok pratik uygulama için büyük ilgi çekmiştir. Ayrıca, bu alaşıma üçüncü element olarak Mn ilavesi belirtilen özelliklerin daha da iyileşmesine ve aynı zamanda manyetik özelliklerin de gelişmesine sebep olmuştur. Manyetik özelliklerin iyileşmesi ise artan mangan miktarına bağlı olarak Heuslar

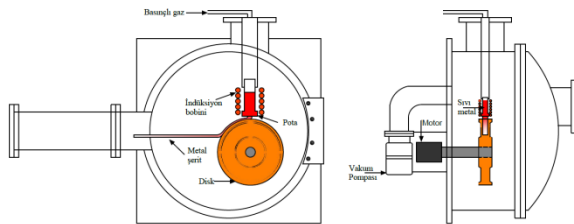
alaşımlarından biri olan Cu_2MnAl bileşiminin yapı içerisinde artışı olarak gösterilmektedir. [8, 9].

Şekil hafızalı alaşımların üretim teknikleri alaşım tipine ve üretim kolaylığına göre farklılık göstermektedir. Başlıca üretim teknikleri şöyle sınıflanabilir: Döküm ve tel çekme, toz metalürjisi ve melt spinning tekniği. Bu teknikler arasında melt spinning tekniği şekil bellekli malzeme üretiminde sahip olduğu avantajlar açısından en çok tercih edilen yöntem olmuştur. Hızlı katılaştırma işlemleri arasında da melt spinning tekniği, yüksek soğutma hızı ve kullanım kolaylığı nedeniyle en popüler tekniktir. Bu üretim tekniği ile bütün Ti, Fe ve Cu esaslı şekil hafızalı alaşımlar başarıyla üretilebilmektedir. Bu yöntemin en önemli avantajları arasında termomekanik işlem, mekanik alaşımlama, toz metalürjisi gibi ilave bir işleme gerek kalmaksızın tane inceltme işleminin yapılabilmesidir [10-12].

Bu çalışmada, melt spinning yöntemiyle %1 ile %14 (ağ.) arası Mn elementi ve %13 (ağ.) Al elementi kullanarak $CuAlMn$ alaşımları şerit formunda üretilmiştir ve üretilen şeritlerin termal analizleri gerçekleştirilmiştir. $CuAlMn$ alaşımı şeritlerinin martenzitik ve östenitik faz dönüşüm sıcaklıkları diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazı vasıtasıyla tespit edilmiştir.

2. Deneysel Çalışmalar

Bu çalışma kapsamında, melt spinning yöntemi kullanılarak $CuAlMn$ esaslı şeritlerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda, Alfa Aesar firmasından %99.95 saflığında ve -325 mesh toz boyutunda temin edilen Cu, Al ve Mn element tozları kullanılmıştır. Farklı bileşimlerde alaşım elde etmek amacıyla elementlerin oranları değiştirilmiştir. Hazırlanan toz karışım numuneleri melt spinning işlemi için soğuk preslenerek ham parça haline getirilmiştir. $CuAlMn$ esaslı şeritlerin üretimi işlemi Karadeniz Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde bulunan melt spinning cihazı ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 1).



Şekil 1. Deneysel çalışmalarda kullanılan melt spinning cihazının şematik resmi.

Element miktarlarını belirlemek için gerçekleştirilen EDS analizleri yine bu SEM cihazına bağlantılı Bruker (123 eV) aparatı ile yapılmıştır. En az üç farklı bölgeden alınan EDS sonuçları kullanılarak ergitme sonrası alaşım oranları belirlenmiştir.

Üretilen şeritlerin faz dönüşüm sıcaklıklarının belirlenmesi amacıyla DSC (diferansiyel taramalı kalorimetre) analizleri yapılmıştır. Bu analizler, KTÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü laboratuvarında bulunan oto LN_2 gaz soğutma sistemine sahip Hitachi 7020 model DSC cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen şeritlerin

martenzit-östenit dönüşüm sıcaklıklarını belirlemek amacıyla bu analizler tüm numuneler için $25\text{ }^\circ\text{C/dk}$ ısıtma ve soğutma hızında, $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ile $400\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıklar arasında gerçekleştirilmiştir.

3. Bulgular ve İrdeleme

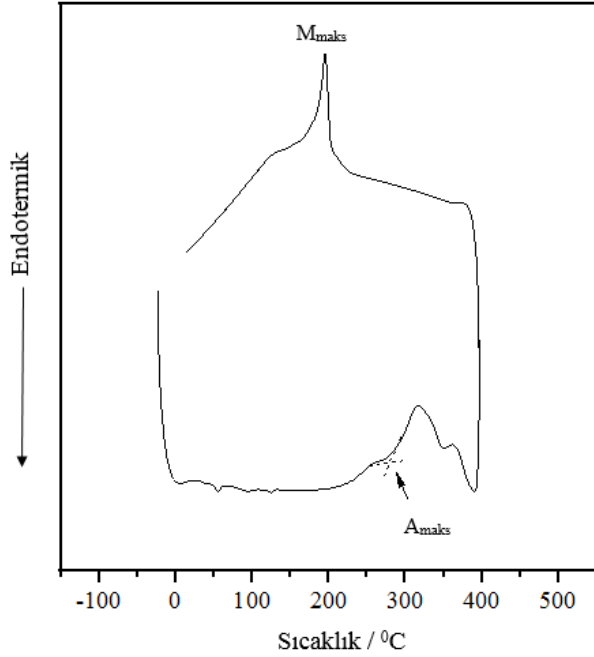
En az üç farklı nokta seçilerek elde edilen EDS spektrumları Çizelge 1'de sunulmuştur. Yine aynı çizelgede $CuAlMn$ alaşımının ergitme öncesi element oranları verilmiştir.

Çizelge 1. Üretilen şeritlerin EDS analiz sonuçları (*Parantez içindeki değerler ergitme öncesi element oranlarını göstermektedir).

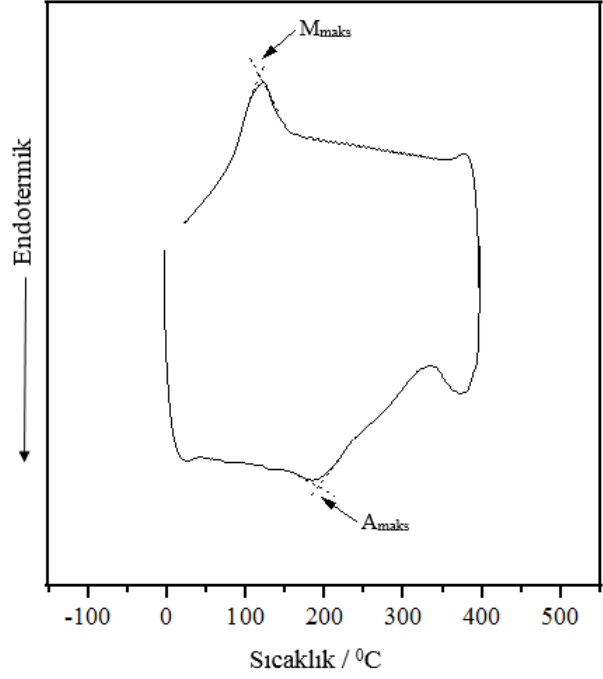
Alaşım Kodu	Element oranları (%ağ.)		
	Cu	Al	Mn
CAM 1	87.47 (86)*	10.25 (13)	2.29 (1)
CAM 2	86.17 (85)	10.78 (13)	3.29 (2)
CAM 3	85.93 (84)	11 (13)	4.62 (3)
CAM 4	85.13 (83)	10.26 (13)	5.80 (4)
CAM 7	81.45 (80)	11.27 (13)	7.32 (7)
CAM 8	80.42 (79)	9.53 (13)	8.39 (8)
CAM 9	81.08 (78)	10.92 (13)	8.65 (9)
CAM 11	77.76 (76)	10.72 (13)	14.40 (11)
CAM 14	71.07 (73)	11.06 (13)	17.86 (14)

Kalorimetrik ölçümler, melt spinning yöntemiyle hızlı katılaştırılmış $CuAlMn$ esaslı şeritlerde östenitik-martenzitik ya da martenzitik-östenitik dönüşüm olup olmadığını ortaya koymak için gerçekleştirilmiştir. Dönüşüm sıcaklıkları -20 ile $400\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklık aralığında tespit edilen hızlı katılaştırılmış şeritlerin DSC grafikleri Şekil 2-10'da gösterilmiştir. Bu grafiklerden, CAM 1, CAM 2, CAM 3 ve CAM 4 numuneleri için martenzitik-östenitik dönüşümün yanısıra östenitik-martenzitik dönüşümün de gerçekleştiği açıkça görülmektedir. Bu durum üretilen şeritlerin iki yönlü şekil bellek özelliğine sahip olduğunu göstermektedir. Aktüatörlerde iki yönlü şekil bellek alaşımların tercih ediliyor olması üretilen bu şeritlerin önemini ortaya koymaktadır. CAM 7-14

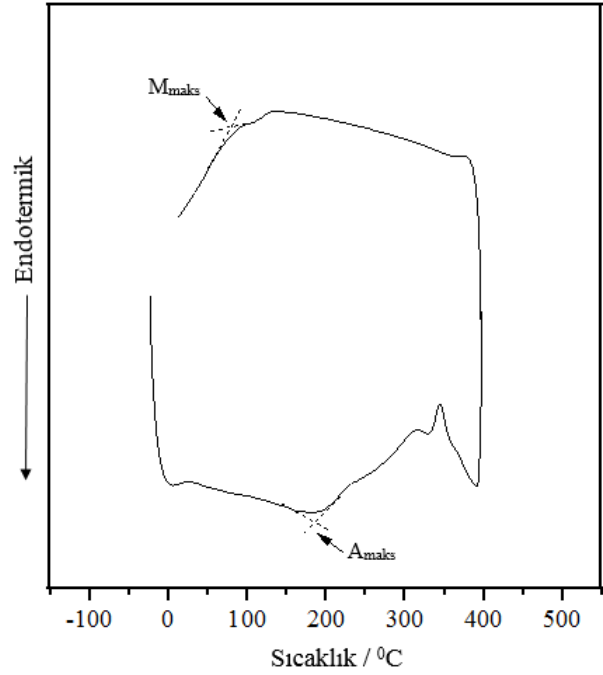
alaşımlarında ise martenzitik-östenitik dönüşüm görülmesine rağmen, östenitik-martenzitik ters dönüşümü görülmemiştir. Üretilen şeritler arasında bu yönde bir farklılığın görülmesinin temel sebebinin yapı içerisinde oluşan farklı morfolojiye sahip martenzitik fazların olduğu düşünülmektedir. Yapılan XRD analizlerinden de görüldüğü üzere, CAM 1-4 alaşımları için β_1' martenzit ana faz iken, CAM 7-14 alaşımları için ise γ_1' martenzit ana faz olarak tespit edilmiştir. Cu-Al ikili alaşımlarında HMK yapıdaki β fazı hızlı soğutmayla martenzitik bir dönüşüm sergilemektedir. Mn elementinin bu sisteme eklenmesiyle HMK fazı stabilize olur ve β faz bölgesi genişler. Al ve Mn miktarına bağlı olarak β_1' tipi ya da γ_1' tipi martenzit oluşur. β_1' martenzitte kristal düzlemleri uzun periyotlu AB CB CA CA BA BC BC AC AB dizilimine sahip iken, γ_1' martenzit kısa periyotlu AB AB AB dizilimine sahiptir [13]. Düşük mangan miktarlarında β_1' martenzit dominant iken, yüksek miktarlarda ise γ_1' martenzit gözlenir. Literatürde, β_1' martenzitin miktarı arttıkça şekil hafıza özelliğinin o derece iyileştiği ve iki yönlü olduğu bildirilmiştir. β_1' fazında görülen süperelastisitenin iki yönlü şekil bellek özelliğinin oluşmasında etkili olduğu belirtilmiştir [14].



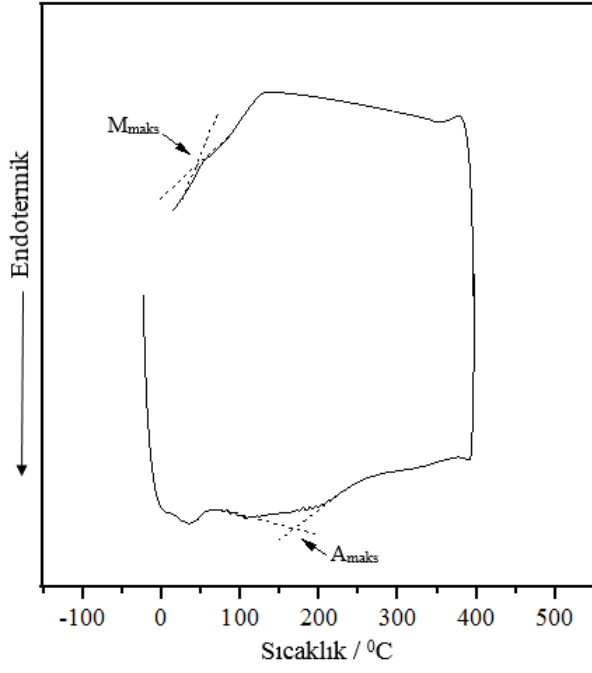
Şekil 2. CAM 1 alaşımının DSC eğrisi.



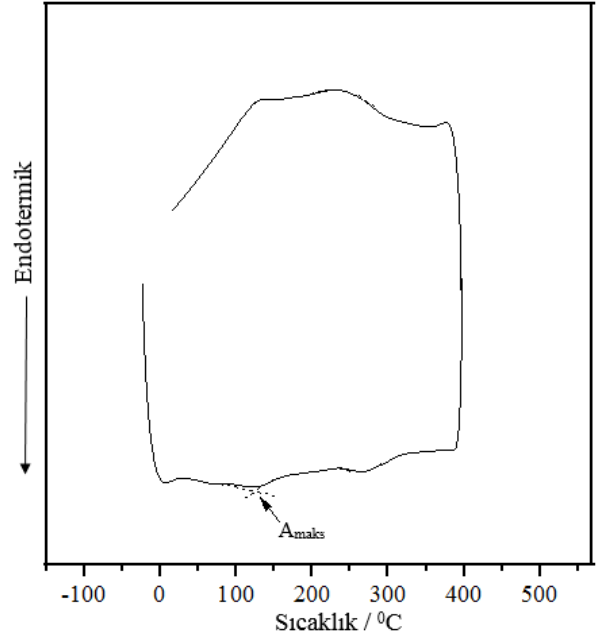
Şekil 3. CAM 2 alaşımının DSC eğrisi.



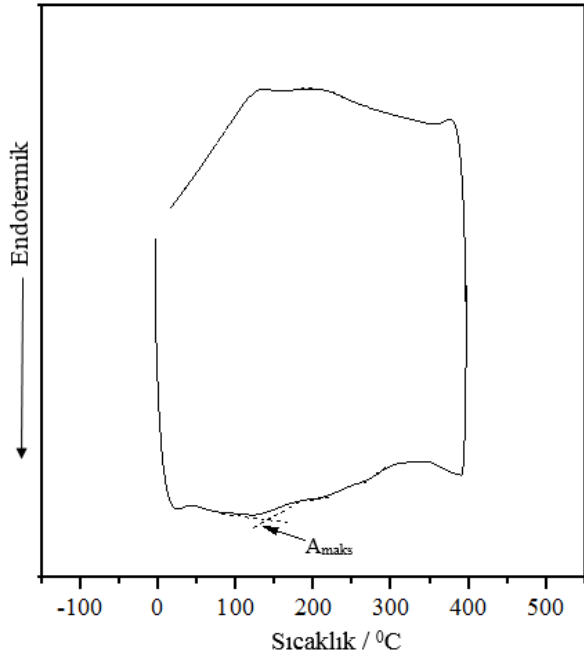
Şekil 4. CAM 3 alaşımının DSC eğrisi.



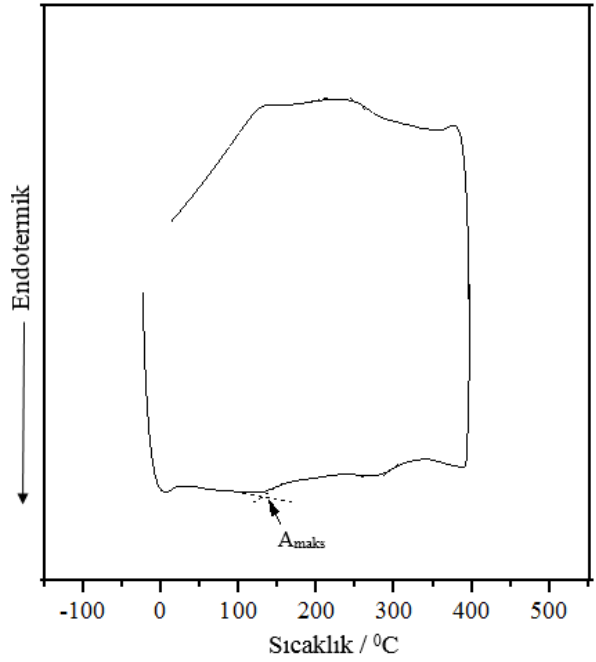
Şekil 5. CAM 4 alaşımının DSC eğrisi.



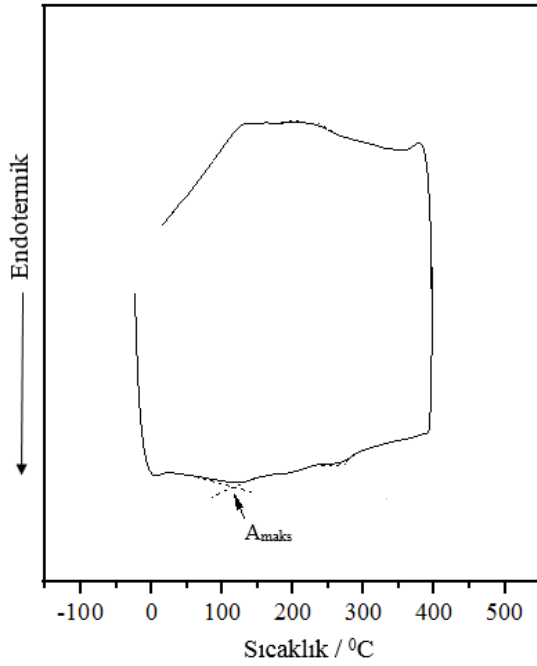
Şekil 7. CAM 8 alaşımının DSC eğrisi.



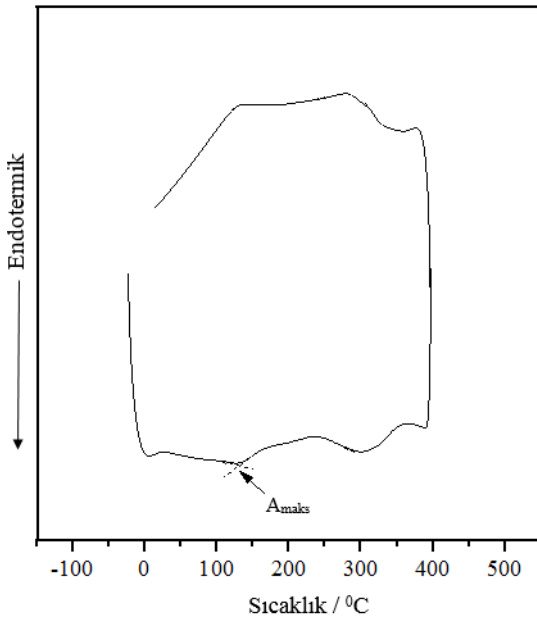
Şekil 6. CAM 7 alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 8. CAM 9 alaşımının DSC eğrisi.



Şekil 9. CAM 11 alaşımlarının DSC eğrisi.



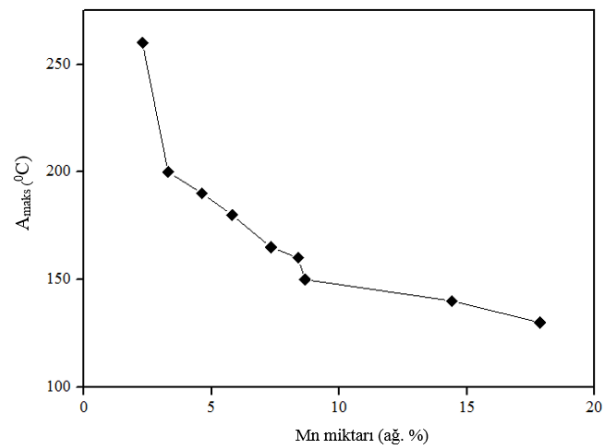
Şekil 10. CAM 14 alaşımlarının DSC eğrisi.

Üretilen şeritlerin martenzit-östenit dönüşüm (A_{maks}) ve östenit-martenzit ters dönüşüm (M_{maks}) piklerinin tepe noktaları elde edilen DSC analizleri üzerinden tespit edilip, yaklaşık olarak belirlenen değerler için Çizelge 2'de verilmiştir. Bu sıcaklıklar arasında belirgin farklılıklar gözlenmiştir. Alaşım elementi miktarlarının bu duruma sebep olduğu düşünülmektedir. Bu çalışmada alüminyum miktarının sabit tutulduğu gözönünde bulundurulduğunda, bakır elementindeki azalış ve buna bağlı olarak mangan miktarındaki artışla dönüşüm sıcaklıklarında düşüş tespit edilmiştir. Dönüşüm sıcaklıklarının Mn miktarıyla değişimi Şekil 11 ve Şekil 12'de verilmiştir. Benzer davranış diğer araştırmacılar tarafından da bildirilmiştir [15, 16].

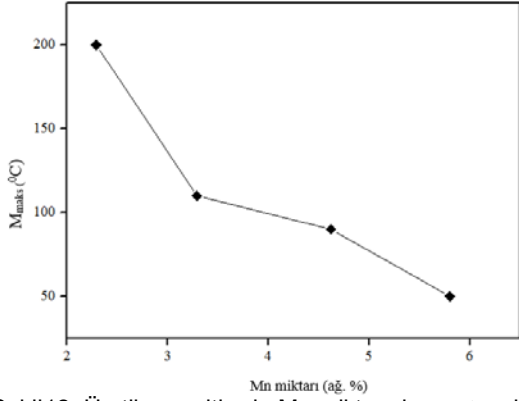
Çizelge 2. CuAlMn alaşımlarının martenzit-östenit (A_{maks}) ve östenit-martenzit (M_{maks}) sıcaklıkları.

Alaşım	A_{maks} (°C)	M_{maks} (°C)
CAM 1	260	200
CAM 2	200	110
CAM 3	190	90
CAM 4	180	50
CAM 7	165	-
CAM 8	160	-
CAM 9	150	-
CAM 11	140	-
CAM 14	130	-

Öte yandan, bu çalışmada melt spinning yöntemi kullanılarak üretilen şeritlerin DSC analizleri sonrası elde edilen faz dönüşümü piklerinin literatürde döküm yöntemiyle üretilip ısıtılarak yapılarak elde edilen benzer kompozisyona sahip alaşımlara kıyasla nispeten daha geniş bir aralığa sahip olduğu tespit edilmiştir. Benzer durum Dutkiewicz, J. Vd.'nin CuAlNi ve CuAlMn alaşımı şeritlerini melt spinning yöntemiyle üretilen martenzit dönüşüm sıcaklıklarını inceledikleri çalışmada da gözlenmiştir. Aradaki bu farkı hızlı katılaştırma sonucu tane boyutunun küçülmesine ve kusur konsantrasyonunun artmasına bağlamışlardır [17].



Şekil 11. Üretilen şeritlerde Mn miktarıyla martenzit-östenit dönüşüm (A_{maks}) sıcaklığının değişimi.



Şekil12. Üretilen şeritlerde Mn miktarıyla martenzit-östenit dönüşüm (Mmaks) sıcaklığının değişimi.

4. Sonuçlar

- 1.DSC analizi sonuçlarından, %4 ve altı Mn oranına sahip hızlı katılaştırılmış şeritlerin iki yönlü, %7 ve üstü Mn oranına sahip olanların ise tek yönlü şekil bellek özelliği gösterdikleri belirlenmiştir.
- 2.Yapılan DSC analizleriyle, üretilen şeritlerde mangan miktarının artmasıyla martenzit-östenit ve östenit-martenzit ters dönüşüm sıcaklıklarının düştüğü tespit edilmiştir.

Kaynaklar

- [1] A. Akdoğan and K. Nurveren, "Akıllı Malzemeler ve Uygulamaları," Machinery MakinaTek, 2002.
- [2] T. Durlu, "Strain-induced martensite formation during the intersection of plate martensites in Fe-17.1 wt% Ni-0.81 wt% C alloy," Journal of materials science letters, vol. 15, pp. 1412-1415, 1996.
- [3] A. A. Goledtaneh, "Shape-memory phenomena," Physics Today, vol. 37, pp. 62-78, 1984.
- [4] P. Thamburaja and N. Nikabdullah, "A macroscopic constitutive model for shape-memory alloys: theory and finite-element simulations," Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, vol. 198, pp. 1074-1086, 2009.
- [5] P. Tautzenberger, "Properties and Applications of Shape Memory Actuators," in European Symposium on Martensitic Transformations, 1989, pp. 213-222.
- [6] E. Toptaş and N. Akkuş, "Şekil hafızalı alaşımlar ve endüstriyel uygulamaları," Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, vol. 4, pp. 15-22, 2007.
- [7] R. Kainuma, M. Matsumoto, and T. Honma, "The mechanism of the all-round shape memory effect in a Ni-rich TiNi alloy," in Proceedings of the International Conference on Martensitic Transformations. ICOMAT-86, 1986, pp. 717-722.
- [8] S. Ergen, O. Uzun, F. Yılmaz, and M. F. Kiliçaslan, "Shape memory properties and microstructural evolution of rapidly solidified CuAlBe alloys," Materials Characterization, vol. 80, pp. 92-97, 2013.
- [9] M. Prado, F. Lovey, and L. Civale, "Magnetic properties of Cu-Mn-Al alloys with shape memory effect," Acta materialia, vol. 46, pp. 137-147, 1998.
- [10] A. Aygahoğlu, "Şekil Bellekli Alaşımlar ve Uygulama Alanları," Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi, 1996.
- [11] S. Dilibal, "Nikel-titanyum şekil bellekli alaşım üretimi ve şekil bellek eğitimi," YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 2005.
- [12] H. O. Erdoğan, "Niti Şekil Bellekli Alaşımların Süperelastik Özelliklerinin Termo-Mekanik İşlemlerle İyileştirilmesi," Hacettepe Üniversitesi, 2015.
- [13] M. Şaşmaz, A. Bayrı, and Y. Aydoğdu, "The magnetic behavior and physical characterization of Cu-Mn-Al ferromagnetic shape memory alloy," Journal of superconductivity and novel magnetism, vol. 24, pp. 757-762, 2011.
- [14] C. Aksu Canbay, "Bakır Bazlı Şekil Hatırlamalı Alaşım Üretimi ve Alaşımların Yapısal, Termal ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi, Fırat Üniversitesi," Fen Bilimleri Enstitüsü, 2010.
- [15] U. Mallik and V. Sampath, "Effect of alloying on microstructure and shape memory characteristics of Cu-Al-Mn shape memory alloys," Materials Science and Engineering: A, vol. 481, pp. 680-683, 2008.
- [16] U. Mallik and V. Sampath, "Influence of aluminum and manganese concentration on the shape memory characteristics of Cu-Al-Mn shape memory alloys," Journal of Alloys and Compounds, vol. 459, pp. 142-147, 2008.
- [17] J. Dutkiewicz, J. Morgiel, T. Czeppe, and E. Cesari, "Martensitic transformation in CuAlMn and CuAlNi melt spun ribbons," Le Journal de Physique IV, vol. 7, pp. C5-167-C5-172, 1997.

PRODUCTION OPEN CELL METAL FOAM BY CASTING METHOD DÖKÜM YÖNTEMİ İLE AÇIK GÖZENEKLİ METAL KÖPÜK ÜRETİMİ

Orhan ŞAHİN^a, Melik ÇETİN^b

University of Karabuk, Faculty of Technology, Manufacturing Engineering Department, Karabük, Turkey,

^aE-posta: orhn_28@hotmail.com, ^bE-posta: mcerin@karabuk.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, geleneksel döküm yöntemi ile açık gözenekli alüminyum köpük üretimini kapsamaktadır. Bahsedilen yöntem, boşluk tutucu materyallerin eklenmesini ve metalin katılaşmasından sonra onları çıkarmak için bir çözünme tekniğini içerir. Numuneler, ETİAL- 177 (A357) (AlSi10Mg) Al malzeme ergitilerek, kalıp içerisine yerleştirilmiş boşluk tutucu küresel kum topları etrafına döküm yapılmış ve açık hücreli köpük metal üretimi gerçekleştirilmiştir. Statik yük altında alüminyum köpüklerin sıkıştırma davranışlarını değerlendirmek için sıkıştırma testleri gerçekleştirilmiştir.

Anahtar kelimeler: Açık gözenekli alüminyum köpük, boşluk tutucu, yoğunluk-dayanım ilişkisi

Abstract

In this study, traditional casting method was used to produce open cell aluminium foam. The mentioned method involves addition of space holder materials and a dissolution technique to remove them after solidification of the metal. As space holder materials sandball particles were selected to produce ETİAL- 177 (A357) (AlSi10Mg) open cell aluminum foam. Compression tests were carried out to evaluate the compression behaviour of the aluminum foam under static loading.

Keywords: Open cell foam metal, Traditional casting method, Space holder technique, Density-strength relation.

1. Giriş

Teknoloji ve bilimin sürekli bir değişim ve gelişime bağlı olduğu düşünüldüğünde düşük yoğunluklu ve kendisine uygulanan kuvvetlere karşı direnci yüksek olan malzemelere olan ihtiyacımız dünyamızda her geçen gün artış göstermektedir. Bu ihtiyaçlara önemli derecede cevap verebilecek malzemelerden biri de metalik köpüklerdir.

Metal köpükleri rijit, yüksek bir oranda gözenekli olan saf metal ya da alaşım halindeki malzemelerden meydana gelmektedirler. Metalik köpükler bir çok mekanik özelliklere sahiptirler. Bu özelliklerin başında yapısındaki gözeneklilikleri sayesinde özgül ağırlıklarının düşük olması, yüksek ağırlık oranlarına karşı direnç gösterebilme ve çok iyi enerji emilimi gerçekleştirilebilir kabiliyeti gelmektedir ve bu özellikleri sayesinde son zamanlarda gün geçtikçe kendisine önem verilen malzemeler haline gelmiştir [1].

Özellikle alüminyum alaşımlarından üretilmiş olan metalik köpükler, son yıllarda üstün özelliklerinden dolayı çeşitli mühendislik uygulama çalışmalarında kendisinin tercih edilmesini sağlayan malzemelerin başında gelmektedir. Ayrıca alüminyum metalik köpükler, darbe sonucu oluşan enerjisini plastik enerjiye çevirebilirler ve kendi türünden olan metallerden daha fazla enerji absorbe edebilme avantajına sahiptirler.

Metalik köpüklerin üretimi teknolojik gelişmeler ile bağlantılı olarak dünya üzerinde özellikle gelişmiş ülkeler tarafından gerçekleştirilen yoğun araştırmalar sonucunda farklı üretim yöntemleri kullanılarak üretimleri başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Köpüklerin mekanik ve termal özellikleri belirlenerek endüstriyel alanda kendisine kısmen yer verilmiş malzemelerdir. Günümüz teknolojisinde ergimiş metal içerisine gaz enjekte ederek, ergimiş metal içerisine köpürtücü ajan ilave edilmesi ve toz metalürjisi tekniği, köpük üretim yöntemlerinin başında gelmektedir. Bunların yanında çeşitli metalik köpük üretim yöntemleri de mevcuttur [2-8].

2. Deneysel Çalışmalar

Bu çalışmada Etial-177 (A357) külçe alüminyum malzemesi kullanılarak döküm işlemleri gerçekleştirilmiştir. İlk olarak üretim yapmak istediğimiz alüminyum malzemesi istenilen ölçülerde kesildi ve önceden ısıtılmış olan ergitme ocağına şarj edilerek 730 °C'de ergitildi. Ergitme işlemi tamamlandıktan sonra üretim için kullanılacak kalıp içerisine önceden hazırlanmış olan kum topları dizildi ve kalıbın üst derecesi kapatılarak ergimiş olan alüminyum, kalıp içerisine kalıbın yolluk kısmından döküldü, sonrasında ise döküm soğumaya bırakıldı. Soğuma işlemi tamamlandıktan sonra kalıp açılarak içerisindeki döküm çıkartıldı. Bu aşamadan sonra döküm içerisinde boşluk tutucu olarak kullanılmış olan kum toplarının basınçlı su yardımı ile birlikte döküm içerisinden uzaklaştırılarak alüminyum köpük malzemenin üretimi sağlanmıştır. Deneysel çalışmada kullanılan Etial-177 (A357) külçe alüminyum malzemenin kimyasal analizi Çizelge 1'de belirtilmiştir. Döküm halindeki deneysel malzemenin köpük yapısı bozulmadan düzgün yüzeyli numuneler elde edebilmek için 1.5mm kalınlığında SiC kesici diske sahip metkon marka hassas kesme cihazı kullanılarak 20x55mm (boy x çap) kesitli numuneler elde edilmiştir.

Kesme işlemi tamamlanan numuneler daha sonra 1000, 1200 ve 2000 Meshlik SiC zımparalardan geçirildikten sonra 3 µm'lık Al₂O₃ ve elmas pasta ile parlatılmıştır. Daha sonra alkol ile temizlenen numuneler modified keller dağılayıcı (NaOH, NH₃, HF) ile dağıtarak hazırlanmıştır ve tekrar alkol ile yıkanıp ılık hava akımıyla kurutulduktan

sonra mikro yapı incelemelerine hazır hale getirilmiştir. Mikroyapı incelemelerinde bilgisayar donanımına bağlantılı MEIJI marka optik mikroskop kullanılmıştır. Vickers sertlik ölçüm tekniğinde Numunelere HV 1 test yükü, 9,806 N test kuvveti ve 15 saniye süre ile uygulanmıştır. Her bir numuneden 6 noktadan ölçüm alınmıştır ve bu ölçümlerin ortalamaları alınarak bu ortalamalar üzerinden yorumlamalar yapılmıştır. Döküm yöntemiyle üretilen alüminyum köpük numunelerdeki yoğunluk oranlarını belirlemek amacıyla ölçülen ağırlık değerlerinin boyut ölçümlerinden hesaplanan hacim değerlerine bölünmesiyle hesaplanmıştır. Alüminyum köpük numunelerin gözeneklilik ölçümleri ise deneysel çalışmada kullanılan ETİAL 177 alüminyum alaşımının teorik yoğunluğunun, üretilen köpük numune yoğunluğuna olan farkının 100 ile çarpılıp, alaşımın teorik yoğunluğuna bölünmesi ile elde edilmiştir. [% gözeneklilik = (teorik yoğunluk-köpük yoğunluğu)x100 / teorik yoğunluk] [9]. ETİAL-177 Alüminyum alaşımının teorik yoğunluğu için 2,68 gr/cm³ değeri alınmıştır.

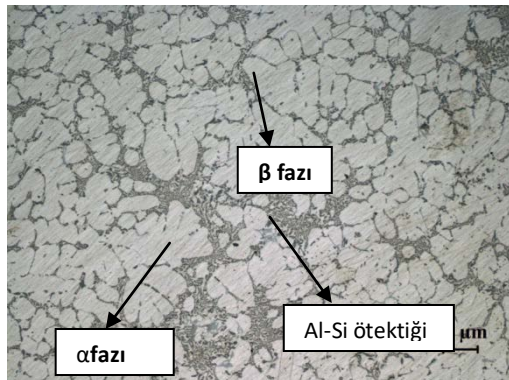
Çizelge 1. Çalışmada kullanılan Etial-177 malzemesinin kimyasal bileşimi, % ağı.

Al	Si	Mn	Mg	Ti
91,7	7,38	0,016	0,40	0,10
Cu	Zn	Fe	B	Diğer
0,18	0,0087	0,14	-	0,075

Metalik köpüklerin basma yönündeki statik yüklemeye gösterdiği davranış önemlidir. Bu nedenle numunelere basma deneyi'nde uygulanmıştır. Döküm yöntemi ile üretilmiş alüminyum esaslı köpüklere uygulanan basma deneyi için numuneler 90x55 mm şeklinde (boy x çap) standart boyutlara getirilmiştir. Deneyde 60 ton kapasiteli Zwick/Roell marka universal çekme-basma cihazı kullanılmıştır. Basma deneyinde numunelere, 1 mm/dk hız ile yaklaşık %50 deformasyon uygulanmıştır.

3. Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

Döküm durumu ETİAL 177 (A357) alüminyum esaslı köpük numunenin ait mikroyapılar Şekil 1'de verilmiştir. Şekil 1'den görüldüğü gibi döküm durumu köpük numune ı görüntüsü incelendiğinde döküm sonrasındaki katılaşma sırasında alüminyum (α -Al) dendritler arasında oluşan alüminyum silisyum ötektiti görülmektedir.



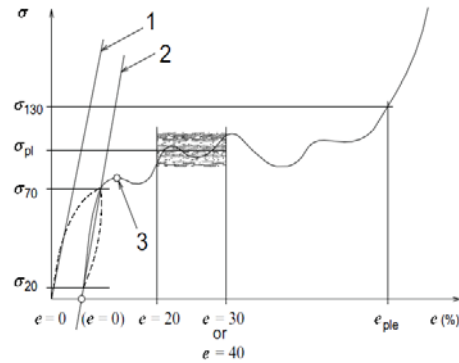
Şekil 1. Döküm durumu köpük numune malzemesine ait mikroyapı.

Sertlik ölçümü yapılan döküm durumu köpük numunenin ortalama değer sonuçlarından sertlik değeri 68 (HV) olduğu ölçülmüştür.

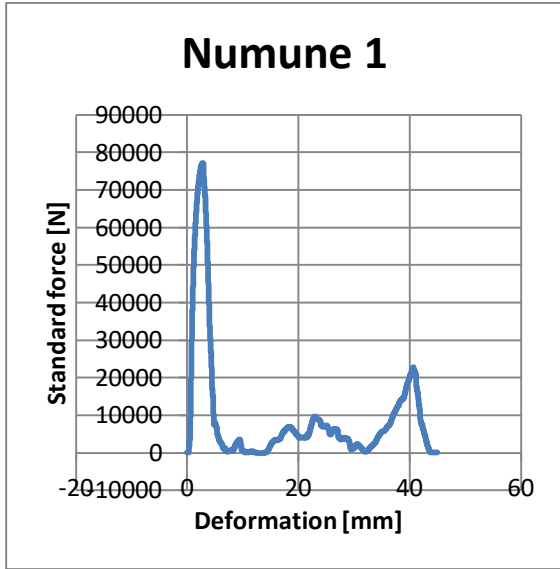
Çizelge 5. 1. Deney numuneleri yoğunluk gözeneklilik ve oranları.

Deney Numuneleri	Yoğunluk (gr/cm ³)	Gözeneklilik (%)
İşlemsiz 1	1,16	56,71
İşlemsiz 2	0,96	64,05
İşlemsiz 3	1,06	60,44

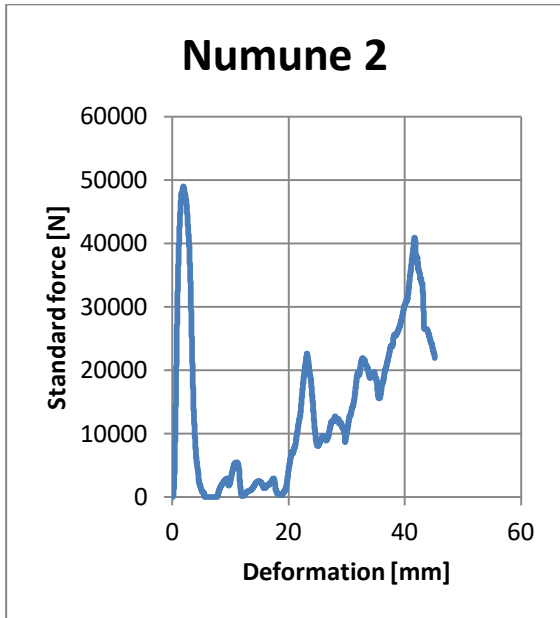
Metalik köpüklerin statik basma yükleri altında gösterdiği davranışı Şekil 2'de gösterilmiştir [10,11]. Metal köpüklerin basma yükleri altında karakteristik gerilme-birim şekil değiştirme eğrileri vardır. Bu eğriler üzerinde elastik deformasyon, plato bölgesi ve yoğunlaşma bölgeleri olmak üzere üç farklı bölgenin varlığı gözlenmiştir. Üretilen köpük numunelere uygulanan basma dayanımı sonuçları Şekil 2-Şekil 4'de verilmiştir. Ayrıca basma deneyi yapılan numunelerin ortalama sonuç grafiği Şekil 5'de verilmiştir. Numunelere uygulanan basma deneyi sonrasında elde edilen basma grafikleri Şekil 2'de tanımlanan geleneksel metalik köpüklerin basma grafiği ile karşılaştırıldıklarında benzerlikler gösterdiği görülmüştür.



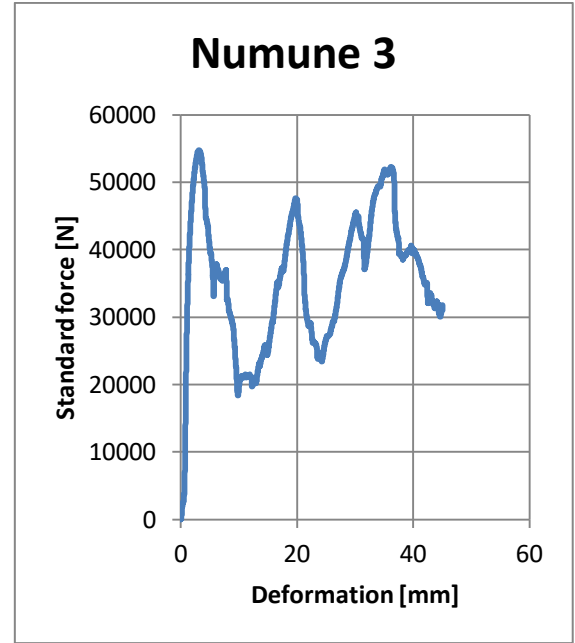
Şekil 2. Metalik köpüklerin basınç gerilmesi altındaki davranışı.



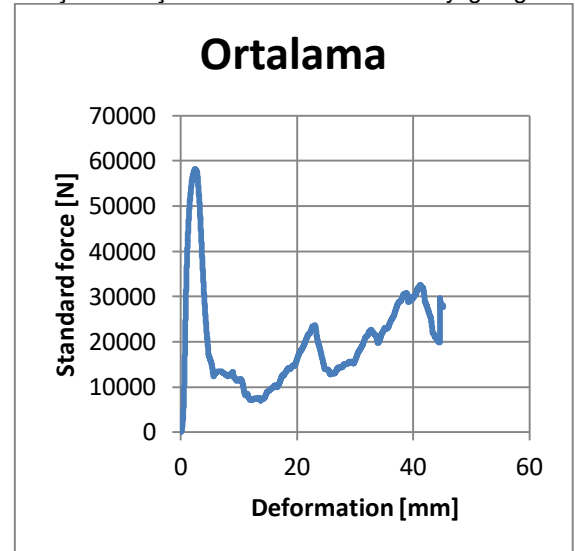
Şekil 3. Birinci numune basma deneyi grafiği



Şekil 4. İkinci numune basma deneyi grafiği



Şekil 5. Üçüncü numune basma deneyi grafiği



Şekil 6. Köpük numunelerin ortalama basma deneyi grafiği

Basma dayanım grafikleri, geleneksel köpük davranışına benzer sonuçlar vermiş olsada, plastik yıkım geriliminden sonraki plato bölgelerinin genellikle yatayda seyretmediği görülmüştür (Şekil 3-Şekil 6). Bunun nedeninin basma deneyi süresince hücre duvarlarının kırılarak çökmesi ve bu

çökme sonucunda plato eğrisinin yataya yaklaşmaya başladığı sırada köpük numunenin hücre yapısından dolayı kendisinde pekleşmemeydana gelerek bu pekleşmenin gerilmeleri tekrardan arttırdığından kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.SONUÇLAR

1. Geleneksel döküm yöntemi tekniği kullanılarak boşluk tutucu kum topları ile açık hücreli alüminyum köpük üretimi gerçekleştirilmiştir.
2. Döküm durumu köpük numune mikroyapısı incelendiğinde döküm sonrasındaki katılaşma sırasında alüminyum (α -al) dendritler arasında oluşan alüminyum silisyum ötekiğinden meydana geldiği görülmektedir
3. Sertlik ölçümü yapılan döküm durumu köpük numunelerin ortalama değer sonuçlarından sertlik değeri 68 (HV) olduğu ölçülmüştür
4. Üretilen alüminyum köpük numunelerin gözeneklilik hesaplamaları sonucunda yaklaşık olarak %57 ile %65 arasında değişen oranlarda gözeneklilik sağlanmıştır.
5. Basma dayanımı test sonucun da numunelerin geleneksel metalik köpüklerin basma grafiği ile benzerlikler göstermiştir. Ancak plastik yıkım geriliminden sonraki plato bölgelerinin yatayda seyretmediği görülmüştür. Bunun basma deneyi süresince hücre duvarlarının kırılarak çökmesi ve bu çökme sonucunda plato eğrisinin yataya yaklaşmaya başladığı sırada köpük numunenin hücre yapısından dolayı kendisinde pekleşme meydana getirerek bu pekleşmenin gerilmeleri tekrardan arttırdığı tespit edilmiştir.

Teşekkür

Bu çalışma, Karabük Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından desteklenen KBÜBAP-2015/2 YL-041 nolu projesi kapsamında gerçekleştirilmiştir.

Kaynaklar

- [1]Ozan S., Çay V.V., SÇP ile Alüminyum Köpük Üretimi, Proceedings of 11th International Materials Symposium, Denizli/Türkiye., 714-717, 2006.
- [2]Türker, M., "Toz Metalürjisi Yöntemi ile Alüminyum Köpük Üretimi" 5. Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu (IATS'09),2009.
- [3]Olurin, O.B.,Fleck, N.A., Ashby, M.F., Mat.Sci.andEng. A 291, p.132– 146,2000.
- [4]Gibson, L.J.,Simone, A.E., " ActaMetarialis, p. 3109– 3123,1998.
- [5].U. Gökmen, H. Çinici, Y. Özçatalbaş, M.Türker, Al₂O₃ Takviyeli Metalik Köpüğe Köpürtme Sıcaklığı ve Köpürtücü Madde Miktarı Etkisinin Araştırılması, 5. Uluslararası TM konferansı, Ankara, 822-828,2008.
- [6]Banhart, J. "Manufacture, characterisation and application of cellular metal sand metal foams", Progress in Materials Science 46, 559- 632,2001.
- [7]YangC.C., Nakae H., "Foaming characteristics control during production of aluminum alloy foam" Journal of Alloys and Compounds,313:188–191,2000.

[8]Baumgartaer, F.,Duarte, I, Banhart, J., "Industrialization of Powder Compact FoamingProcess", Advanced Eng. Mat., 2 (4): 168-174.2000.

[9] Kuznetsov, A. VafaıV. K., "Development and investigation of three- phase model of themushyzone for analysis of porosity formation in solidifying castings", Int. J. HeatMass Transfer.Vol. 38, No. 14, pp. 2557 -2567,1995.

[10]Mechanical Testing Of Metals, Ductility Testing,Compression Test For Porous And Cellular Metals", (ISO 13314,2011.

[11]Gibson, L.J., Ashby, M.F., Cellular Solids: Structure and Properties, 2nd ed., Cambridge University Press, Cambridge, UK,1997.

EFFECTS OF SAMARIUM DOPANT ON REFINEMENT OF THE RE123 SUPERCONDUCTORS

İbrahim Karaca^a, Nihat Şimşek^b, Şahin Ünlüer^c, and Selahattin Çelebi^d

^a Department of Physics, Niğde Ömer Halisdemir University, 51240 Niğde, Turkey, E-mail: i.karaca@ohu.edu.tr

^b Yıldırım Beyazıt Anatolian High School, Kırıkkale, Turkey, E-mail: n.simsekr@gmail.com

^c Bor Vocational School, Niğde Ömer Halisdemir University, 51240 Niğde, Turkey, E-mail: sunluer@ohu.edu.tr

^d Department of Physics, Faculty of Science, Karadeniz Technical University, Trabzon, Turkey, E-mail: celebi@ktu.edu.tr

Abstract

The effects of the Sm_2O_3 powders added to the precursor powders as a dopant into the $\text{Yb}_{1.46}\text{Ba}_{1.54}\text{Cu}_{3.20}\text{O}_y$ (Yb123) samples have been investigated for samples prepared by melt growth method (MG). Annealing process of oxygen atmosphere has been done to fabricate the high-quality superconducting Sm123 superconductors. X-ray powder diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and AC susceptibility were used to characterize the Sm dopant effects on the refinement of the Yb123 phase. It can be concluded that this process has improved the phase refinement of Yb123.

Keywords: RE123 Superconductor, Phase Refinement, Sm dopant, AC susceptibility

1. Introduction

Since the discovery of superconductivity above 90 K with the copper oxide superconductors in 1986, several dopants have been used on the crystal structure YBCO and BSCCO superconductors in different sites as Cu, Ca, Ba, Bi, Y, and others [1]. The dopants have been substituted to improve the superconducting properties such as transition temperature, T_c [2]. Many researchers have investigated dopant effect on physical properties of superconductors [3-9]. Yan et al. [10] investigated the effects of 17 different oxide dopants on the $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. Kanai et al. [11] studied the influence of 34 different dopants on the $\text{BiSrCaCu}_2\text{O}_y$ system. The classification according to substitution sites, in terms of dopants, was reported as follows: (i) the first group into copper site with the Li, Mg, Fe, Co, Ni, Zn, Al, Ti, Nb, and Si dopants, (ii) the second group into Ca site with the rare-earth elements dopants, (iii) the third group into yttrium sites with the Ca, Sc, La, and Zr dopants, and (iv) the fourth group into barium sites with the K, Sr, and Pb dopants. In the last group, because the dopants have a restricted solubility within the superconducting phases, they are inert phases which are unwanted effects to grow into the matrix [10]. Because the transition temperature has been always affected by the carrier concentration, within the groups, substitution into Cooper sites has an important role. It is well-known that holes in the Cu-O planes created by electron doping constitute an important parameter to achieve superconductivity. However, the barium and yttrium sites affect negatively the crystal structure improvement as well as grain growth, grain links, and others. [12]. But, seldom it may lead to a weak-link grain connectivity and lowering of the grain size [13-19].

In this study, we investigated the effect of the Sm substitution on the physical properties of the Yb-123 phase, such as grain refinement properties, by using XRD, SEM, and AC Susceptibility analysis.

2. Experimental Details

2.1 Sample Preparation

$\text{Yb}_{1.46}\text{Sm}_x\text{Ba}_{1.54}\text{Cu}_{3.20}\text{O}_y$ ($x=0.3, 0.4, 0.5, \text{ and } 0.6$ g) were prepared by melt growth method (MG) with starting materials Sm_2O_3 , Yb_2O_3 , BaCO_3 , and CuO (>99.99%) powders. Sm_2O_3 powders which are 0.3, 0.4, 0.5 and 0.6 g were added before the calcination process as a dopant. The precursor powders were manually grounded twice for 5 h and calcined at 880°C for 10 h in the presence of air atmosphere. Then, the different amount of powders was pressed into pellets under the 300 MPa pressure. All cylindrically shaped pellets, which has a 10 mm height and 8 mm radius, were sintered at 1050°C for 12 h. The annealing procedure was applied in the oxygen atmosphere at 650°C for 5 h. The X ray diffraction patterns of Sm doped Yb123 annealed samples are shown in figure 1 (a-d). The four samples doped Sm_2O_3 with 0.3, 0.4, 0.5 and 0.6 g are named for brevity as Yb3, Yb4, Yb5, and Yb6, respectively, in the whole manuscript.

Polycrystalline X-ray diffraction (XRD) patterns of bulk samples were taken on an X-ray diffraction (GNR APD Pro-2000 x Ray Diffraction) with $\text{Cu-K}\alpha$ radiation ($\lambda = 0.1542$ nm). The scanning electron microscopy (SEM) was obtained with Hitachi SU1510 Scanning Electron Microscopy. The AC susceptibility was measured by the Magnetic Susceptibility and Resistivity Measurement Device, KKÜ Scientific and Technology Research Laboratories with the AC magnetic field range of 0-4 Oe, frequency range of 0-1 kHz, and temperature range of 70-110 K.

3. Result and Discussion

The X-ray diffraction patterns of the annealed samples are shown in Fig. 1(a-d). The major phase can be indexed into an orthagonal Sm123 structure with a limited tetragonal phase. After annealing in an oxygen atmosphere, the major phase is still Yb123 in all these bulks.

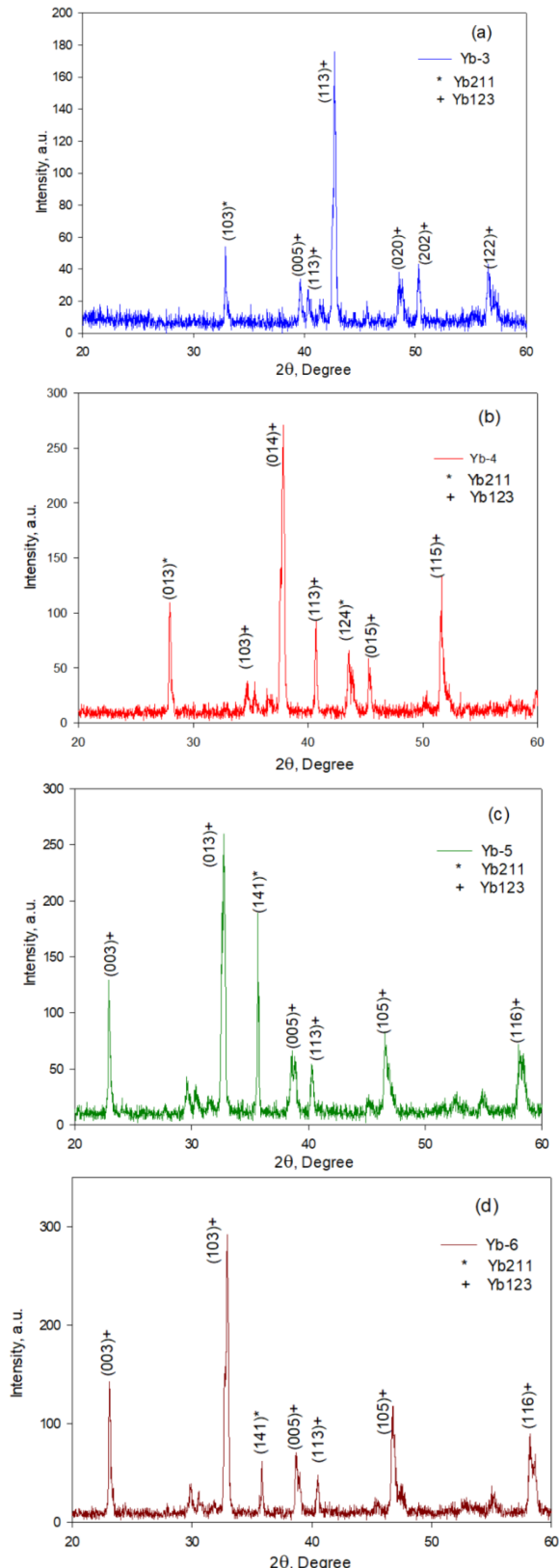


Fig. 1 X ray diffraction patterns of Sm-doped Yb123(a) Yb3, (b) Yb4, (c) Yb5 and (d) Yb6 annealed samples.

The diffraction peak of the orthorhombic phase has higher peak intensity with increasing amount of the Sm dopant in the annealed bulks. The diffraction peak of Yb211 of (103) and (013) in the tetragonal phase can be observed

only on the Yb3 and Yb4 samples, respectively. Besides, textural structures can also be noticed with the obvious increasing orthogonal Yb123 structure intensity of peaks and newly phase peaks, comparing with Fig. 1(a-d).

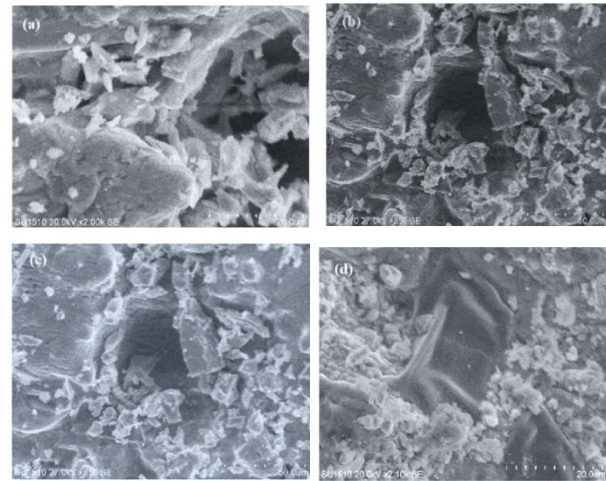


Fig. 2. Typical SEM images of surfaces of Yb3, Yb4, Yb5 and Yb6 samples.

The surface morphology of Yb3, Yb4, Yb5 and Yb6 samples were studied by SEM. Figure 2 represents surface micrographs for the Yb3, Yb4, Yb5 and Yb6 samples. It can be clearly seen that the grain size of samples becomes smaller as the Sm doping level increases in the Yb123 system, although there is no advanced quantitative analysis result. A broad grain size distribution and the best crystallinity in comparison with the others can be seen for the Yb3 and the images show sign of partial melting with an increase of Sm dopant mass. Therefore, these results point out that the surface morphology of the samples could get worse with increasing Sm dopant.

It is well-known that AC susceptibility is the standard tool to study various physical properties of superconductors, such as transition temperature (T_c), critical current density, flux creep, activation energy. In the normal state (above the T_c), superconductors typically have a small susceptibility value. If the materials cooled to the superconducting state, the sample is a perfect diamagnetic material ($\chi' = -1$). Characteristically, the onset of a significant nonzero χ' is taken as the superconducting transition temperature ($T_{c-onset}$) [20]. It was used for the determination and characterization of the inter-grain current in the polycrystalline high-temperature superconductors. In particular, the imaginary component of the AC susceptibility has been widely used to probe the nature of weak links in polycrystalline superconductors [21-24].

Fig. 4 show temperature dependence of the AC susceptibility for the samples Yb3, Yb4, Yb5, and Yb6 at the frequency 500Hz, and AC field amplitude, $H_{ac} = 4$ Oe.

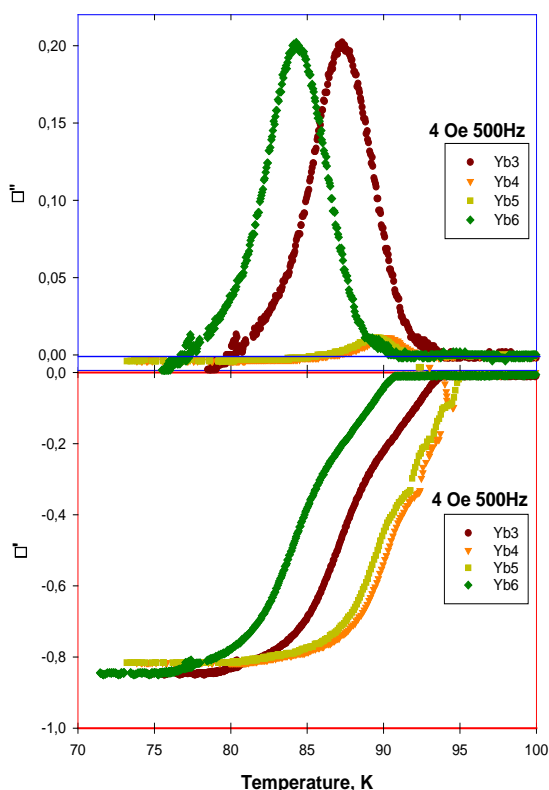


Fig. 4. Temperature dependence of the AC susceptibility for Sm doped Yb3, Yb4, Yb5 and Yb6 samples at the frequency of 500Hz, where AC field amplitude, $H_{ac}=4$ Oe.

The real part of AC susceptibility, χ' , shows two-step process which reflects flux shielding from and between the grains as the temperature decreases. When the temperature of the samples are just below T_c , the grains first shields the external field, having negative values of χ' . At low enough temperature intergranular component of χ' appears. At extremely low temperature (about 77K), the entire volume of the sample is shielded by the intergranular critical current and hence χ' -T curve saturates. When we examine the onset temperature, steepness of χ' -T curve, the position of the peak temperature for all samples, the sample Yb4 is the best among the other samples. The imaginary part of AC susceptibility, χ'' , is a measure of the dissipation energy in the sample. The maximum of the peak in a cylindrical sample is observed at the peak temperature T_p , when the first penetration field $H_p(T_p)$ is equal to AC field amplitude H_{ac} [25]. Furthermore, the penetration field depends on the radius of the sample, R and the critical current density j_c by the following equation:

$$j_c = H_p / R \quad (1)$$

Therefore, we can conclude that the critical current density for sample Yb4 is highest since the peak temperature for Yb4 at the same field amplitude and frequency is highest for sample Yb4 among the others.

We note that among the four samples, T_p is the lowest for the sample Yb6. Therefore, Samarium dopant affects the flux pinning mechanism in $Yb_{1.46}Ba_{1.54}Cu_{3.20}O_y$ (Yb123) samples.

5. Conclusions

Yb123 superconducting bulks [26,27] were prepared with different amount of Sm doping. The substitution of Sm enhanced the crystallization properties of Yb123. Therefore, Yb123 bulks with larger grain size, and higher oriented microstructures were obtained with a proper amount of Sm doping. Sm doping also caused the change of flux pinning mechanism. The results of this study provide us a new opportunity for further enhancement of the textured crystal grains of Yb123 ceramics for practical applications. From XRD patterns, it has been found that the Yb123 phase is the major one in all samples.

As the temperature was decreased, the real part of AC susceptibility, χ' , shows different behavior for the samples. The first drop at T_c is the transition originates from the within grains. When we examine the onset temperature, steepness of χ' -T curve, the position of the peak temperature T_p , the sample Yb4 is the best among the other samples.

References

- [1] Saad, F. O; Muatafa, Q; M., Al-Habeeb, Dielectric And Transport Properties Of Ag Nanoparticles Added Superconductor Compound, Asian Academic Research Journal Of Multidisciplinary, V3, 2319 – 2801, March 2016.
- [2] Karaca, I; Çelebi, S; Varilci, A; Malik, A I, Effect of Ag_2O addition on the intergranular properties of the superconducting Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O system, Supercond. Sci. Technol. 16, 100-104, 2003.
- [3] Öztürk, A., Doğan, M., Düzgün İ., Çelebi, S., The Effect of Dy Doping on the Magnetic Behavior of YBCO Superconductors, J Supercond Nov Magn 29:1787–1791, 2016.
- [4] Volochova, D., Piovarci, S., Radušovska, M., Antal, V., Kovac, J., Jurek, K., “YBCO bulk superconductors doped with gadolinium and samarium” Physica C 494, 36–40, 2013.
- [5] Kateryna, F; Roser, V; Hirschfeld, P. J, Effect of dopant atoms on local superexchange in cuprate superconductors: A perturbative treatment, Phys. Rev. B 79, 144424, 20 April 2009.
- [6] Ali Yusuf, A; Yahya, A.K; Khan Nawazish, A; Salleh, F. Md; Marsom, E; Huda, N, Effect of Ge^{4+} and Mg^{2+} doping on superconductivity, fluctuation induced conductivity and interplanar coupling of $TlSr_2CaCu_2O_{7-x}$ superconductors, Physica C, 471, 363–372, 2011.
- [7] Ojha, N; Varma, G. D; Singh, H. K; Awana, V., P., S, Effect of rare-earth doping on the superconducting properties of MgB_2 , Journal Of Applied Physics 105, 07E315, 2009.
- [8] Chen, Q; Shen, C, Y; Yang, X, H; Yang, X, J; Li, Y P; Feng, C, M; Xu, Z, A, Effect of ruthenium doping on superconductivity in Nb_2PdS_5 , Journal of Physics: Conf. Series 807, 052002, 2017.

- [9] Imai, Y; Nabeshima, F; Maeda A, Comparative Review on Thin Film Growth of Iron-Based Superconductors, *Condens. Matter*, 2, 25, 2017.
- [10] Yan M, F; Rhodes, W, W; Gallagher P., K., Dopant effects on the superconductivity of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ceramics, *Journal of Applied Physics* 63, 821, 1988.
- [11] Tsuneyuki K; Tomoichi K; Shin-pei M; Dopant Effects on the Superconductivity in the Bi-Sr-Ca-Cu-O System, *Japanese Journal of Applied Physics*, Volume 28, Part 2, Number 4, 1989.
- [12] Yan, M., F; Cannon, R., M; Bowen, H., K, Dopant effects on the superconductivity of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ceramics, *J. Appl. Phys.* 63 (3), 1 February 1988.
- [13] Yildirim, G; Bal S; Yucel, E; Dogruer M; Akdogan M; Varilci, A; Terzioglu, C; Effect of Mn addition on structural and superconducting properties of (Bi, Pb) $_{2223}$ superconducting ceramics, *J. Supercond. Nov. Magn.* 25, 381–390, 2012.
- [14] Fujiwara, M; Nagae, M; Kusano, Y; Fujii, T; Takada, J, Li doping to the 2212 phase in the Bi–Sr–Ca–Cu–O system, *Phys. C* 274, 317–322, 1997.
- [15] Özkurt, B; A Significant enhancement in J_c values through excessive Na doping in $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{2x}\text{Na}_x\text{O}_y$ superconductors, *J. Supercond. Nov. Magn.* 28, 1501–1506, 2015.
- [16] Chen, S., K.; Lau, K., T.; Abd-Shukor, R., *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 13, 345. 2002.
- [17] Ogawa, N; Yoshida, M; Hirabayashi, I; Tanaka S., Preparation of YBCO bulk superconductor by platinum doped melt growth method, *Supercond. Sci. Technol.*, 89-92, 1992.
- [18] Yanmaz, E; Balci, S; Kucukomeroglu, T, Magnetic properties of melt-textured $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ with TiO_2 dopant, *Materials Letters* 54, 191-199, 2002.
- [19] Karaca I; Uzun, O; Kölemen, U; Yılmaz, F; Şahin, O, Effects of ZnO addition on mechanical properties of $\text{Bi}_{1.84}\text{Pb}_{0.34}\text{Sr}_{1.91}\text{Ca}_{2.03}\text{Cu}_{3.06}\text{O}_{10}$ prepared by a wet technique, *Journal of Alloys and Compounds* 476, 486–491, 2009.
- [20] König, R; Schindler, A; Herrmannsdörfer, T, *Phys. Rev. Lett.* 82, 528, 1999.
- [21] Malik, A.I; Çelebi, S; Halim S.A., AC Susceptibility Study in $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2(\text{Ca}_{1-x}\text{Nd}_x)_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ ceramic superconductors, *Physica C*, 377, 421-430, 2002.
- [22] Gul, I.H; Amin, F; Abbasi, A., Z; Anis-ur-Rehman, M; Maqsood, A, *Physica C*, 449, pp. 139-147, 2006.
- [23] Mihalache, V; Deac, I., G; Pop, A., V; Miu, L; *Curr. Appl. Phys.*, 11 pp. 1010-1014, 2011.
- [24] Kameli, P; Salamati, H; Eslami, M; *Solid State Commun.*, 137, pp. 30-35, 2006.
- [25] Clem, J.R, *Physica C*, 153, 50, 1988.
- [26] Emmanuel, O; Phillip G. W; Dean E. P.; Yates C; Eric J. P., Phase diagram for $1/2 \text{Yb}_2\text{O}_3\text{-BaO-CuO}$, *Physica C* 288, 151-157, 1997.
- [27] Teng-Ming C; Lee S. Y; Ho J. S; High-Pressure Synthesis and Characterization of Rare-Earth Substituted $(\text{Y,R})_2\text{Ba}_4\text{Cu}_7\text{O}_{15-x}$ (R = La, Tb, Yb, Lu) Cuprates, *Chinese Journal of Physics*, Vol. 36, no. 2-11 April 1998.

MICROSTRUCTURE AND GENERAL CHARACTERISTIC PROPERTIES OF CARBON STEELS USED FOR CONNECTING RODS

BİYEL KOLU ÜRETİMİNDE KULLANILAN KARBON ÇELİKLERİNDE MİKROYAPI VE MALZEMENİN GENEL KARAKTERİSTİK ÖZELLİKLERİ

Murat ESKİL^a, Kemal ALDAŞ^b

^a Aksaray Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Aksaray, Türkiye, E-posta: eskil@aksaray.edu.tr

^b Aksaray Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Aksaray, Türkiye, E-posta: kaldas@aksaray.edu.tr

Özet

Doğrusal hareketi dönme hareketine çevirebilen biyel kolu, bu durumun tersi şekilde de işleyebilen bir parça olarak içten yanmalı motorlarda en önemli kısımlardandır. Çalışma esnasında, sürtünme kuvvetleri başta olmak üzere gaz kuvvetleri ve atalet kuvvetleri gibi kuvvetler biyel kolunun mekaniksel özelliklerini ve mikroyapısını zamanla değiştirebilir. Bu yüzden özellikle otomobil teknolojisi; biyel kolu için kullanılan malzemelerin mikroyapısının ve mekaniksel özelliklerinin geliştirilmesine her zaman ihtiyaç duymaktadır.

Bu çalışmada; V, Ti, N gibi elementler kullanılarak mikroalaşımlanmış karbon çeliğinin farklı haddemele işlemlerinin etkilerini, darbe testi aracılığı ile yarılma özelliklerini, mekaniksel özelliklerini ve mikro yapı özellikleri literatürdeki verilerle incelenmiştir. Bu nedenle, biyel kolu üretiminde gerekli olan prosedürlerin kısaltılması, üretim araçlarının minimize edilmesi ve biyel kolunun üretim maliyetinin düşürülmesi amacıyla yapılmış çalışmaların bir bölümü bir araya getirilmiştir.

Anahtar kelimeler: Biyel kolu, Mikroyapı, Mekaniksel Özellikler

Abstract

The connecting rod, which can translate linear motion into rotational motion, is the most important part of the internal combustion engine as a part that can operate in the opposite way. During operation, forces such as gas forces and inertial forces, especially friction forces, can change the mechanical properties and microstructure of the connecting rod over time. This is why automobile technology in particular; needs improvement on the microstructure and mechanical properties of materials used for connecting rod.

In this study; The effects of different rolling processes of microalloyed carbon steel using elements such as V, Ti, N, fracture toughness, mechanical properties and microstructural properties have been concluded in the literature.

For this reason, some of the investigations has been put together to shorten the procedures required for the production of connecting rod, to minimize the production tools and to reduce the production cost of

the connecting rod.

Keywords: Connecting Rod, Microstructure, Mechanical Properties

1. Giriş

1990'lı yıllardan beri otomobil sektöründe yapılan araştırma çalışmalarının önemli bir bölümünde, biyel kollarında meydana gelen deformasyon sorununu çözmek ve biyel kollarındaki istenen özelliklerin geliştirilmesi çalışmaları önemli bir yer tutmuştur [1]. Motor biyel kolu, pistonun ile krank arasında bulunan ve aksenal dönme kuvvetini ileten motorun dinamik bir parçasıdır [2]. Biyel kollarında meydana gelen sorunların giderilmesi için mikro alaşımlama çalışmaları ilk önce Avrupa ve Kuzey Amerika'da etraflıca uygulama alanı bulmuştur. SPLITASCO70 ve SPLITASCO50 (Fransa), S53CVFS ve S50CVS (Japon) ve C70S6BY (Alman) ve bunlar gibi mikro alaşımlı karbon çelikleri biyel kollarında görülen problemleri gidermek üzere üretilmiştir. Buna rağmen SPLITASCO70, SPLITASCO50 (Fransa), S53CVFS, S50CVS (Japon) ve C70S6BY (Alman) düşük mukavemet değerlerine sahip olduklarından veya C70S6BY (Alman) nın işlenebilirliğinin zor olması nedeniyle geniş bir kullanım alanı oluşturamamışlardır. Genellikle otomobil motoru biyel kollarında mikroalaşımlanmış karbon çelikleri, hem çekme hem de basma mukavemetlerinin yüksek olması, kırılma yada parçalanma sorunlarına karşı, parçanın düşük distorsiyon değerine sahip olmasına ve kırılma hızının azaltılmasına sebebiyet verir. İstenen mukavemet, kimyasal kompozisyonu, deformasyon sıcaklığını (haddemele sıcaklığını) ve üretim esnasında soğutma hızını değiştirerek elde edilebilir. Deformasyon sıcaklığını düşük tutmak, tüm işlemler bittiğinde elde edilen mikro yapıyı istenen şekle getiren östenit tanelerinin en uygun büyüklüğe ulaşmasını sağlar. Haddemele işleminden sonra yapılacak soğutma işleminde mikro alaşımlanmış çeliğin, çökelti fazlarının oluşumunda ve mikro yapının oluşumu üzerinde etkisi vardır. Hızlandırılmış ve ivmelendirilmiş soğutmada östenitten ferrit fazına geçiş sıcaklığı düşük çıkar. Bu durum ise; östenit fazına ait tane içleri ve tane sınırlarında ferrit çekirdeklenmesine yol açar. Çekirdeklenme hızının daha da artırılması, tane büyüklüğünü artırır. Bu durum ise; ferritin tane oluşumunu geliştirir, tane içi ve tane sınırı ferritlerinin yerleşik hale gelmelerini sağlar. Aynı zamanda daha da hızlandırılmış (haddeden sonra) soğutma hızı, bol miktarda çökelti oluşumuna sebep olur ve

mikroalaşımlandırılmış çeliğin morfolojisini ve mekanik özelliklerini etkiler [1].

2. Alaşım Elementleri ve Mikroyapıya Etkileri

Tablo 1 de verilmiş olan 3 numaralı referans ile verilen kompozisyon C70S6 çeliğine aittir. C70S6 (Almanya) Jetta-Volkswagen (Çin'de) arabalarının biyel kolu imalatında kullanılmaktadır. Mikroalaşımlandırılmış karbon çeliklerine sülfür eklendiğinde bu malzemelerin işlenebilirlik kabiliyetleri artar. Bu çelikte Mn oranı azken, V sünekliliğin azaltılması için eklenmiştir. Sertlik 263-310 HB, çekme mukavemeti 900+150 MPa, akma mukavemeti 520 MPa ve en yüksek uzama oranı ise 10% dur [3, 4].

Vanadyum, Titanyum ve Azot eklenmesi, tane büyüklüğünü stabilize ederek ve çökelti sertleştirme sağlayarak karbon çeliklerinin mukavemetini artırır. Belli şartlarda, V-Ti-N mikro alaşımlandırılmış karbon çeliğinde, VC, V(C, N), TiN ve Ti(C, N) karbonhidritleri deformasyon sırasında çökebilir. Genellikle, karbonhidritin stabilizasyonu ve kompozisyonu çeliğin genel kompozisyonuna ve sıcak deformasyon işleminin

Tablo 1: Biyel kollarında kullanılan ve mikro alaşımlandırılmış bazı çeliklerin kimyasal kompozisyonları (wt%)

Ref.	C	Si	Mn	P	S	Cr	V	Ti	N
[1]	0,360	0,66	1,000	0,010	0,045	0,270	0,260	0,013	0,011
[5]	0,35-0,40	0,50-0,70	0,80-1,20	≤0,035	0,030-0,060	-	0,20-0,30	-	0,010-0,015
[6]	0,72	0,22	0,50	0,009	0,06-0,07	0,061	0,04	-	-

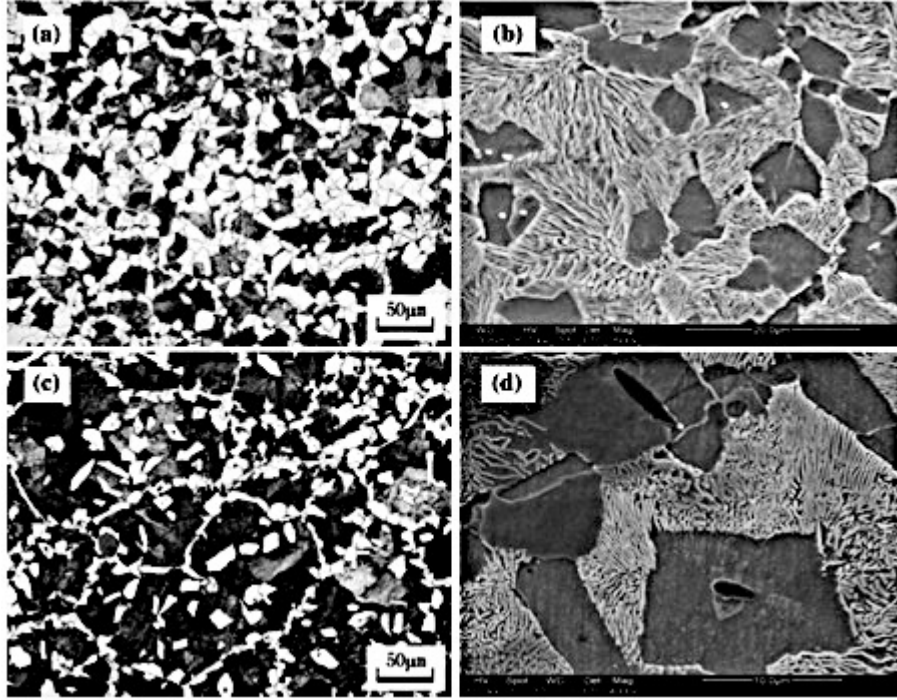
Tablo 2: Haddemeleme işlemi [1]

İşlem	Tekrar Isıtma Sıcaklığı (°C)	Haddeye Giriş Sıcaklığı (°C)	Haddeden Çıkış Sıcaklığı (°C)	Soğutma Hızı (°C/s)
1	1200	980	950	1,5
2	1200	980	930	15

Ferrite ait tane büyüklükleri:

$$L_{\alpha} = \frac{V_{\alpha} \times L}{N_{\alpha}} \quad (1)$$

formülü kullanılarak V_{α} ferritin hacim oranını, N_{α} test çizgilerinin kestiği ferrit tanelerinin sayısı ve L ise test çizgisinin uzunluğunu temsil etmektedir.



Şekil 1: V-Ti-Ni mikroalaşımlandırılmış karbon çeliğinin mikroyapısı a Proses 1 e ait optik fotoğraf b Proses 1 e ait SEM fotoğrafı c Proses 2 ye ait optik fotoğraf d Proses 2 ye ait SEM fotoğrafı [1].

Perlit fazına ait mikro yapı ve lamel boşluğunu incelemek için, numuneler %4 Nital ile parlatılıp, dağlanmış ve SEM aracılığı ile incelenmiştir. Geçirimli elektron mikroskopu için ise numuneler 2 mikrometrik elmas pasta, %3 lük Nital dağlama solüsyonu ve daha sonra %10 luk Nital Solüsyon içinde bekletilme işlemlerinden geçirilerek hazırlanmıştır. Faz çökeltilerinin incelenmesi için JEM-2100 – FX 11 TEM cihazı kullanılmıştır. 10 mm çaplı, çekme numuneleri sıcak haddelenmiş kütüklerden kesilmiştir. Çekme numuneleri, hadde yönelimine dik kesilmiştir. Çekme testi; 1mm/dk. hızdaki instron test cihazı ile yapılmıştır. Darbe numuneleri 10x10x55mm ebatlarındaki kütüklerden kesilmiştir. Darbe testi, JB 30-B test yardımıyla 28 °C de yapılmıştır. Darbe sonucu oluşan morfoloji SEM ile incelenmiştir.

Direkt dökümden alınmış V-Ti-N mikroalaşımlandırılmış çeliğe ait mikroyapı Şekil 1 de verilmiştir [1]. Birinci ve ikinci proses sonucu elde edilen mikroyapının ferrit ve perlitte oluştuğu anlaşılmıştır. Bu durum Şekil 2 a (Sıcak haddeleme işlemi) ve Şekil 2 b (Sıcak dövme işlemi) içinde geçerlidir. Fakat sıcak haddeleme işleminden geçmiş numune için perlitin hacim oranı, sıcak dövme işlemi ile kıyaslandığında daha azdır. Ayrıca, sıcak dövme işleminden geçmiş numunedeki ferritin tane boyutu sıcak haddeleme işleminden geçmiş numuneye göre daha iyi bir mikroyapıya sahiptir (2). Perlitin yüksek hacim oranına sahip oluşu ve daha iyi tane boyutuna sahip olması ikinci proses için geçerli olmuştur. Bunun dışında austenit tanelerinin sınırlarında ötektoid, ferrit gözlemleri yine ikinci işleme tabi tutulmuş numunede elde edilmiştir. Birinci prosesle karşılaştırıldığında, Şekil 1b ve 1d de perlitte ait lamel

boşluklar, 2 nolu prosesde incelendiğinde ferrit matriks içerisinde birçok çökelti mevcuttur [1].

Tablo 3 de perlitte ait hacim oranı, ferritin lineer tane büyüklüklerinin ortalaması ve perlitin lamel boşlukları direkt dökümden alınmış çelik içinde verilmiştir. Şu çok açıktır ki, proses 2 için perlitte ait hacim oranı yaklaşık %15 artmıştır. Perlitte ait lineer tane büyüklükleri yaklaşık olarak %20 azalmıştır. Bu durum sıcak haddeleme sıcaklığının düşmesi ve soğutma hızının artışı ile mümkündür. Bunun ötesinde proses 2 de perlitin lamel boşlukları %14 azalmıştır [1].

Proses 1 ve 2 arasındaki en önemli fark haddeleme işlemi sırasındaki deformasyon sıcaklığı ve haddeleme sonrasında yapılmış olan soğutmanın hızıdır. Deformasyon sıcaklığındaki azalma, östenit tane büyüklüğünün küçülmesine ve ferritin dönüşümünden önceki tanelerin yuvarlaklaşmasının derecesinde bir artışa neden olur. Bu durumlarda östenitten ferrite veya perlitte dönüşüm, tane sınırlarında meydana gelen çekirdeklenme bölgelerinin artışına bağlıdır. Ferrit tane büyüklüklerinin idealleşmesi ve büyümesi ve perlitte ait lamel boşluklarının kısalması Şekil 1 de gösterilmiştir [1].

SEM incelemeleri; ferrit içerisinde büyük parçacıkların çökelmiş olduğunu göstermektedir (Şekil 1/b-d); bu çökeltilerin V(C, N) veya (V, Ti) (C, N) olduğu tespit edilmiştir. Bunların homojenizasyon sıcaklığı yaklaşık 1260°C dir. Burada bahsedilen 1260°C, protoktoit ferrit oluşum sıcaklığının (Ar3 710°C) ve ayrıca perlit oluşum sıcaklığının (Ar1 650°C) üzerindedir. Ayrıca haddeleme sıcaklığı (930-980°C) da; Ar3 ün üzerindedir. Böylece (V, Cn) veya (V, Ti), (C, N) Protoktoit perlitte önce

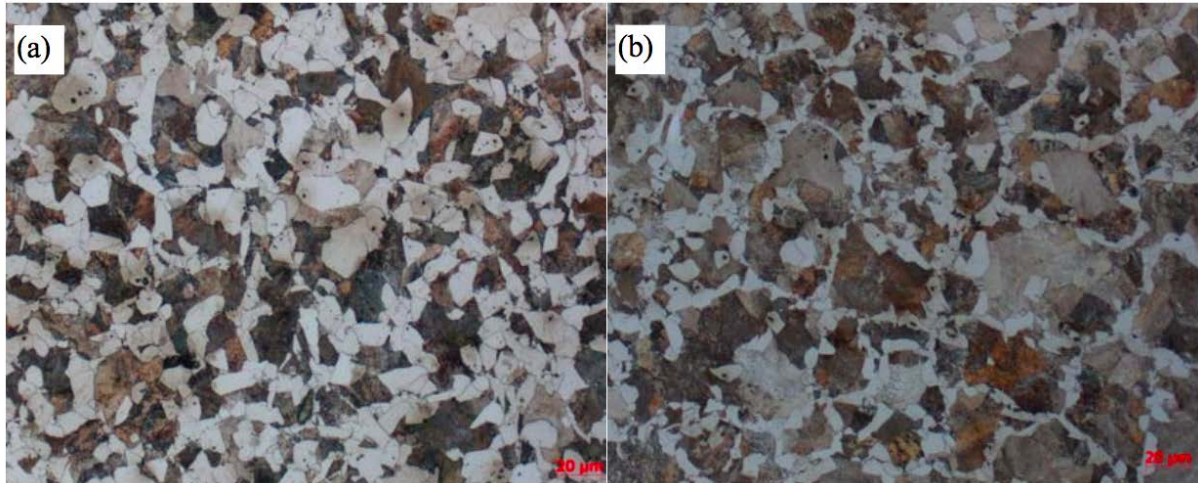
çökeltir. V(C, N) veya (V, Ti), (C, N) östenit içerisinde çözünebilir kabiliyeti çok yüksektir. Bu yüzden östenit içerisinde; V(C, N) veya (V, Ti), (C, N) çöktürücüleri hacmi küçük tanelidir. V(C, N) veya (V, Ti), (C, N) parçacıkları östenit tane büyüklüğünün küçük olmasını sağlar ve sınırlarının büyüklüğündeki artış, proötektoid ferrit çekirdeklenmesini tetikler [1].

Tablo 3: Farklı haddeleme prosesleri altında mikroyapı ve tane büyüklükleri [1]

Proses	Mikroyapı	Perlit	Perlitin	Ferritin
		Oranı (%)	Lamel Boşluğu (μ m)	Tane Büyüklüğü (μ m)
1	Perlit+Ferrit	64	0,22	7,5
2	Perlit+Ferrit	74	0,19	6

Ferrit ve perlit oluşumu 2 a (Sıcak haddeleme işlemi) ve Şekil 2 b (Sıcak dövme işlemi) de görüldüğü gibi Zhang Xianzhong ve arkadaşlarının (2016) yapmış olduğu çalışmada da yoğun bir şekilde dikkat çekmektedir. Fakat sıcak haddeleme işleminden geçmiş numune için perlitin hacim oranı, sıcak dövme işlemi ile kıyaslandığında daha azdır. Ayrıca, sıcak dövme işleminden geçmiş numunede ferritin tane boyutu sıcak hadde işleminden geçmiş numuneye göre daha iyi bir

mikroyapıya sahiptir. Daha yavaş olan bir soğutma hızı gerçekleştiğinde ise γ fazından α fazına geçişlerden önce tane büyümesi olayı meydana gelir. Austenit tane sınırlarında ötektoid ferrit çekirdeklenmeleri ön oluşumlarını gerçekleştirir ve oda sıcaklığında mikroyapı büyük ferrit ve perlit fazlarından oluşur. Yavaş soğutma sonucu birbirinden çok farklı büyüklükte tane yapılarına sahip mikroyapı elde edilir. Bu durum Şekil 2 de net bir şekilde görülmektedir [5].



Şekil 2: Haddeleme ve dövme işlemlerinden geçirilmiş V-N mikroalaşımli çeliğin mikroyapısı a) sıcak haddeleme işlemi b) sıcak dövme işlemi [1].

V-Ti-N mikro alaşımlanmış standart karbon çeliğin, farklı haddeleme prosesleri sonucunda mekaniksel özellikleri Tablo 4 de verilmiştir. Tablo 4 de listelenmiş olduğu gibi; ikinci prosesdeki 35 mm çaplı silindirler daha yüksek boyun verme çekme mukavemeti gerilme değerine ve bel verme mukavemeti veya bel uzama oranına sahiptir. Ayrıca; darbe tokluğunda zamanla azalma görülmüştür [1].

Çökelti Morfolojisi, tipi ve büyüklüğünün etkisini çalışabilmek için TEM kullanılmıştır. Tabi ki buradaki meydana gelmiş olan çöktürücüler, hadde işleminden sonra farklı soğutma prosesleri sonucu oluşmuştur. Şekil 3 de birçok nitrit ve karbon nitritlerin ferrit matrisi üzerinde dağılmış olduğu görülmüştür. Yapılmış olan

bu morfoloji incelemesinde, bu küçük parçacıkların büyüklüğünün yaklaşık 100 nanometre ve (V, N) çöktürücülerinin ise yaklaşık 30 nanometre çapında olduğunu göstermiştir. Büyüklükleri 30 ile 100 nanometre arasındaki parçacıklar ise; (V, Ti), (C, N) çöktürücüleri (Şekil 3). Bununla birlikte proses 2 işlemine tabi tutulmuş çeliğin çökelti parçacıklarının hacim oranı, Proses 1 deki hacim oranından farklıdır. Proses 2 deki tane büyüklükleri, Proses 1 e göre daha büyüktür. Soğutma hızı olduğu için taneler kabalaşır ve büyüme meydana gelir. Birim alana düşen tane sayısında azalma oluşur.

Standart karbon mikro alaşımlama çeliği için yüksek mukavemet aşağıdaki ayrıntılara bağlıdır.

- 1-Katı çözültü sertleşmesi.
- 2- Ferrit tanelerinin kayda değer bir şekilde büyütülebilmesi
- 3-Perlit lamel boşluklarının daraltılması.
- 4-Daha etkili çökelti oluşumu.
- 5-Parçacık içerisindeki dislokasyon yoğunlukları.

Malzemenin mukavemeti; kimyasal kompozisyon, haddeleme sırasındaki deformasyon derecesi ve haddeleme işlemi sonrası soğutma hızına bağlıdır.

V(C, N) veya (V, Ti) (C, N) nin son hadde esnasında östenit içerisinde hala çözünüyor olması dolayısıyla (Tablo 2 de gösterildiği gibi, haddeleme işlemi 930°C ve 980°C de gerçekleştirilmiştir), östenit fazından V(C, N) veya (V, Ti) (C, N) nin çökmesi, protektoit ferritin oluşumu ve perlitin oluşumu üzerinde son haddeden sonraki soğutma hızının büyük etkisi vardır. Genellikle V(C, N) veya (V, Ti) (C, N) çökmesi iki farklı şekilde meydana gelir. Bunlardan bir tanesi, östenit-ferrit faz sınırında çekirdeklenen ara faz çökeltisidir ki, bu ara faz çökeltisi sınırdan duran bir bölgede parçacık bakımından zengin bir çizgi oluşturur. Karbonit parçacıkları, diğer bir ferrit oluşumu üzerlerinden geçinceye kadar büyümeye devam ederler. Bu çökme modu, TEM incelemesinde görülen ve bahsi geçen parçacıkların bir çizgi halinde sıralanmış olmaları yalnızca yüksek dönüşüm sıcaklıklarında mümkündür. Tipik bir özellik olarak, parçacıkların sıralanması aynı bölgede ve aynı yönelimle oluşur. Bu durum, ferrit matrisinin içerisinde bulunan karbonitlerin, Baker-Nutting (B-N) yönelim ilişkisinin tipik bir varyantı olduğunu gösterir. Diğer ise karbonitlerin homojen çekirdeklenmesi ve

büyümesidir. Karbonitlerin oluşumu; yeni meydana gelmiş ferrit içerisinde daha düşük dönüşüm sıcaklıkları ile olur. Bu durumda; parçacıklar belli bir çizgi üzerinde gelişigüzel sıralanmazlar. Aynı zamanda bu parçacıklar (B-N) Varyantlarının farklı bir oluşumu olarak karbonhidritten elde edilirler. Tablo 2 de verilmiş her iki proses içinde ferrit yapısı içerisindeki dislokasyonlar üzerinde veya matris içerisinde homojen bir çekirdeklenme ve gelişigüzel bir çökelti dağılımı vardır. Ferritin tane büyüklüğü, perlitin lamel boşluğu ve çökelti; çentik tokluğunu etkiler. Tablo 4 de gösterildiği gibi Proses 2 nin çentik tokluğunda Proses 1 den daha fazla düşüş vardır. Bunun sebebi; Proses 2 de çökeltilerin hacim oranının yüksek olması olabilir [1].

Darbe kırığının yüzey analizi için SEM kullanılmıştır. Sonuçlar; Şekil 4 de gösterilmiştir. Darbe kırığının yüzeyi; çukursuz halde ve merkezde bir boyun vermeden meydana gelmiştir. Bu durum kırılma çatlaklarının genel bir özelliğidir (Şekil 4 a-b). Şekil 4c de verilen morfolojide ve bu morfolojiye ait enerji spektrumunda dekolte bölgesinde bir miktar MnS çizgi inkluzyonları ve parçacıklar olduğu tespit edilmiştir. Bunun dışındaki morfoloji ise, Şekil 3d ve e de verildiği gibi, bazı oksit parçacıkları ve az miktarda karbonitrite aittir. Biyel kolunun montajı, biyel kollarındaki yırtılma ayrılması göz önüne alındığında ayrı bir hassasiyet taşır. Sonuçlar gösterdi ki çalışılmış olan bu çelik, ferrit ve perlit fazlarından meydana gelmiştir. Son çalışılabilir hadde sıcaklığına düşürerek ve hadde işleminden sonra soğutma hızını artırarak ideal tane yapısına sahip ferritin mikro yapısı ve dar lamel boşlukları ve perlitin mikro yapısı, ortalama karbon içeriğine sahip V-Ti-N mikro alaşımlanmış çeliğinde elde edilebilir. Tüm bunların sonucunda 1000 MPa değerinin üzerinde bir çekme mukavemeti ve 750 MPa değerinin üzerinde akma mukavemeti elde edilebilir [1].

Tablo 4: Farklı Haddeleme işlemleri altındaki mekanik özellikler

Ref Sıcaklığında	İşlem veya Alaşım	Akma Gerilimi (MPa)	Max. Çekme Gerilimi (MPa)	Akma Oranı (%)	Alanın Daralma Oranı (%)	Uzama (%)	Oda Darbe Enerjisi (J)
[1]	1	700	930	75,3	19,0	41,5	42
[1]	2	770	1010	76,3	18,0	36,0	37
[5]	Geliştirilmiş Çelik	765	1100	70	18,0	35,0	42
[5]	C70S6	565	950	60	10,0	20,0	10

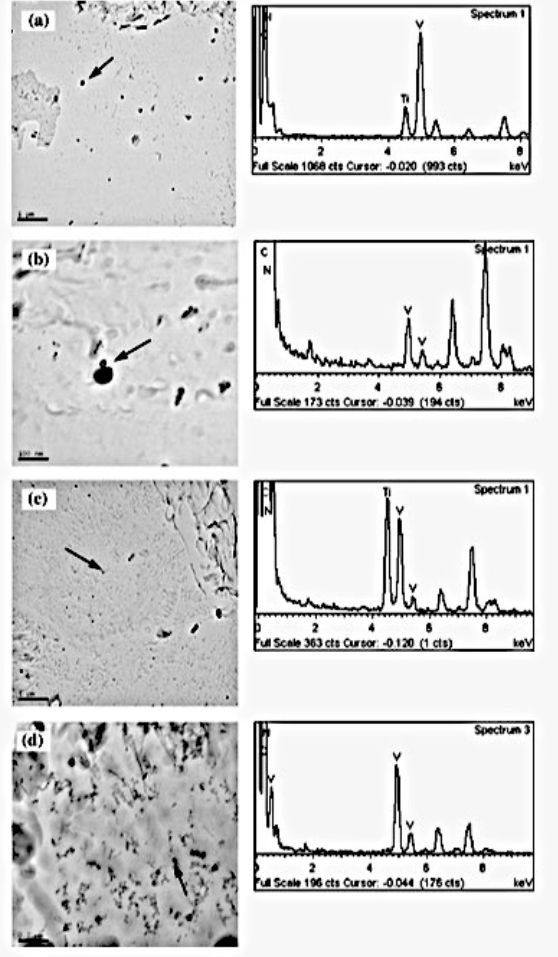
Kırılarak ayrılan biyel kolları için istenen özelliklerden birisi şekil ve ebadının montajdan sonra değişmesidir. Bununla birlikte; montaj esnasında kelepçe ile biyel kolu montaj yüzeyinin mikron büyüklüğündeki mesafelerle ifade edilecek şekilde, düzgün tasarlanması ve montajlanması gerekmektedir. Aksi durumda bu yüzey kırılmalı bir hal alır. V-Ti-N takviyeli mikro alaşımlama çeliğinin çentik darbe mukavemeti az miktarda karbonit parçacıkları, oksit parçacıkları ve belirli miktarda MnS ile parçalanma başlangıcı olabilecek kırılmalığa karşı kolayca güçlendirilebilir.

SONUÇLAR

1-Perlite ait lamel boşluklu yapı ve perlit grubu, ferrit tane büyüklüğü, V-Ti-N mikro alaşımlanmış karbon çeliği için soğutma hızını artırarak ve haddeleme sıcaklığını azaltarak iyileştirilebilir. Buna ek olarak; perlitin hacim oranı da artırılabilir. Soğutma hızının 15°C/sn olduğunda perlitin tane büyüklüğü 6 µm dir. Perlitin hacim oranı %74, ve perlitin lamel boşluğu 0.15 µm dir.

2- Nitrit ve karbonit için daha büyük hacim oranı ve daha iyi tane büyüklükleri 15 °C/s den daha yüksek soğutma hızında elde edilir. Bu soğutma hızı biyel kolları için bir gereksinim olan 1000 MPa dan daha yüksek çekme mukavemeti ve 750 MPa dan daha yüksek akma mukavemeti sağlar.

3- Sürtünme yüzeyleri tipik olarak kırılmalık gösterir. Sülfidler, karbonitler ve oksit parçacıkları çatlama olayının başlangıç noktaları haline gelebilirler.



Şekil 3: Farklı Haddelme işlemlerinde çökelti fazlarının TEM ve EDS analizleri a) (V, Ti) (C, N) çökeltileri, birinci Proses; b) V(C, N) çökeltileri, birinci Proses; c) (V, Ti) (C, N) çökeltileri, ikinci Proses; d) V(C, N) çökeltileri, ikinci Proses

REFERANSLAR

[1] Zhang Xianzhong, Cai Qizhou, Zhou Guifeng, Chen Qingfeng, Xiong Yuzhang, Microstructure and Mechanical Properties of V-Ti-N Microalloyed Steel used for Fracture Splitting Connecting Rod, J Mater Sci (2011) 46: 1789-1795.

[2] Hikmet Acar, Biyel Kolu Analizi, Optimizasyonu ve Yorulma Davranışının İncelenmesi, Bursa Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, 2016.

[3] Yu.R., The fracture splitting process of connecting rods, Process Mater Autoob 9:9 – 11, (1998)

[4] Ziya Aksoy, Zafer Özdemir, Tekin Özdemir, Kırılarak İki Parçaya Ayrılabilen Biyel Kollarının Ayrılma Parametreleri Üzerine Bir İnceleme, SAÜ. Fen Bilimleri Dergisi, 16. Cilt, 2. Sayı, s.113-122,2012

[5] Zhang Xianzhong, Xiong Yuzhang, Zhou Guifeng, Development on V-N Microalloyed Forging Steel used in Fracture Splitting Connecting Rods, International Conference on Innovative Material Science and Technology (IMST 2016), 340-3

[6] Gu, Z., Yang, S., Ku, S., Zhao, Y., Dai, X., "Fracture Splitting Technology of Automobile Engine Connecting Rod", International Journal of Adv. Manufacture Technology 25: 883-887, (2005)

DIFFERENCES OF LATEST VERSIONS OF ISO 6892-1 AND ASTM E8 TENSILE TESTING STANDARDS

Haldun DİZDAR^a, Bülent AYDEMİR^a and Cemal VATAN^a

^a TÜBİTAK UME, Gebze-Kocaeli, Turkey,
E-Mail: haldun.dizdar@tubitak.gov.tr, bulent.aydemir@tubitak.gov.tr, cemal.vatan@tubitak.gov.tr

Abstract

This paper contains some information for differences of latest versions of metallic materials tensile testing standards ISO 6892-1:2016 and ASTM E8:2016. In this context, it is aimed to increase the awareness by presenting current differences between two international standards to those who use tension testing of metallic materials in their work areas.

Keywords: ISO 6892-1, ASTM E8, tensile testing, metallic materials, international standards

1. Introduction

International standards mean that consumers can have confidence that their products are safe, reliable and of good quality. Manufacturers of metals, including producers of raw material or finished metal products, need to pass compliance international standards before shipping their product. Tensile testing is imperative for ensuring a safe, high quality material. Both international standards (International Standards Organization - ISO 6892-1:2016 "Metallic materials - Tensile testing, Part 1: Method of test at room temperature" and American Society for Testing and Materials - ASTM E8:2016 "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials") cover tension testing of metallic materials in any form at room temperature and the methods of determination of yield strength, yield point elongation, tensile strength, elongation, and reduction of area. In this paper, it is aimed to increase the awareness by presenting current differences between ISO 6892-1:2016 and ASTM E8:2016 international standards to those who use tension testing in their work areas.

2. Differences between Standards

2.1. Difference in Definition of Room Temperature Range at Which Tensile Test is to be Carried Out

This part of ISO 6892-1:2016 standard specifies method for tensile testing of metallic materials and defines mechanical properties which can be determined at room temperature. The test shall be carried out at room temperature between 10 °C and 35 °C, however, corresponding to ASTM E8:2016 standard; room temperature shall be considered to be 10 °C and 38 °C unless otherwise specified.

2.2. Difference in Definition of Device and Apparatus

ISO 6892-1:2016 standard specifies limited knowledge about device and apparatus used in tensile testing of metallic materials while ASTM E8: 2016 standard gives detailed information particularly gripping apparatus

because various types of gripping devices may be used to transmit the measured force applied by testing machine to test specimens. ASTM E8: 2016 standard specifies grips for wedge, grips for threaded and shouldered specimens and brittle materials, grips for sheet materials, and grips for wire, in order to ensure axial tensile stress within gauge length, the axis of the test specimen should coincide with the center line of the heads of testing machine. Any departure from this requirement may introduce bending stresses. A schematic diagram of a gripping device for threaded-end specimens is shown in Figure 1.

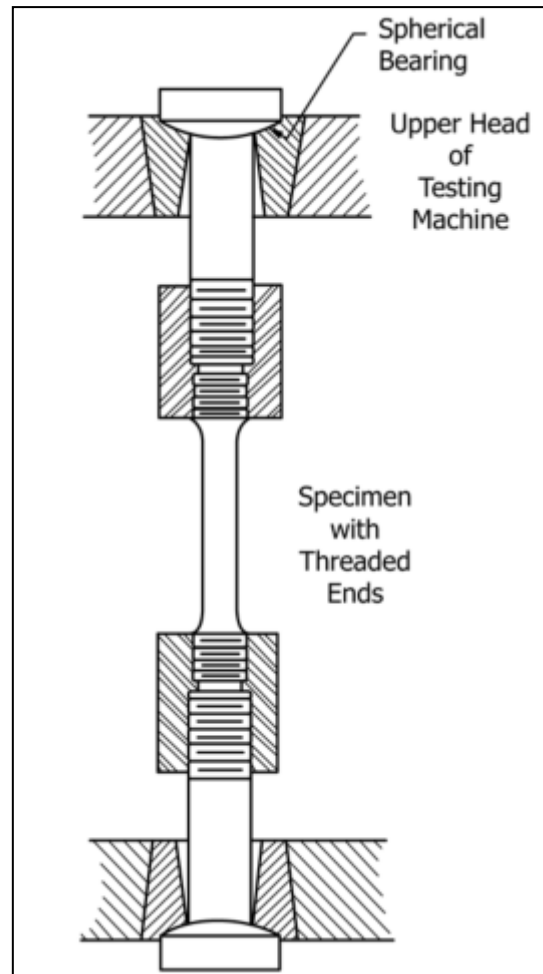


Figure 1. Gripping apparatus for threaded-end specimens concerning to ASTM E8: 2016 standard.

2.3. Differences in Test Specimen Dimensions

ISO 6892-1:2016 standard declares that general information about test specimen corresponding to shape and dimensions of test specimens, machine and unmachined test specimens, types of specimens also preparation of test specimens. However ASTM E8: 2016 standard gives deep knowledge about test specimens and their dimensions. These can be express as “plate type specimens, sheet type specimens, round specimens, specimens for sheet, strip, flat wire, plate, specimens for wire, rod, bar, specimens for rectangular bar, specimens for pipe and tube, specimens for forgings, specimens for castings, specimen for malleable iron, specimen for die castings, specimen for powder metallurgy materials” respectively.

2.3.1. Differences of test specimen

In this paper, a rectangular plate type test specimen dimensional differences is given as an example between standards. There are also differences in dimensions of other types of tensile test specimens so details can be viewed from both ISO 6892-1:2016 and ASTM E8:2016 standards.

Rectangular tension test specimen in ISO 6892-1:2016 standard is shown in Figure 2. This test specimen to be used for thin products: sheets, strips, and flats between 0,1 mm and 3 mm thick. Also dimensional values of specimen are given in Table 1 below.

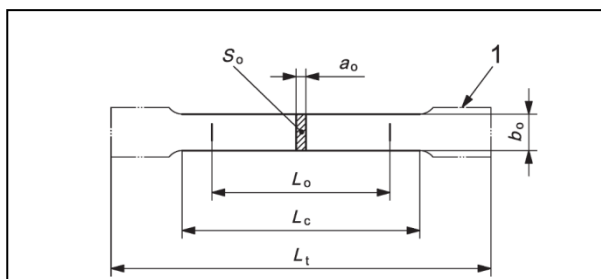


Figure 2. Rectangular tension test specimen in ISO 6892-1:2016

Table 1. Plate type specimen for ISO 6892-1

Dimension of Test Specimen	(mm)
L ₀ – Gauge length	80,0
b ₀ – Width	20,0 ± 1,0
L _c – Length of reduced parallel section, minimum	90
L _c – Length of reduced parallel section, recommended	120

ASTM E8:2016 standard specifies standard plate-type test specimen is shown in Figure 3. This specimen is used for testing metallic materials in the form of plate, shapes, and flat material having a nominal thickness of 5 mm or over. Additionally, dimensional values of plate type specimen for ASTM E8:2016 are given in Table 2. below.

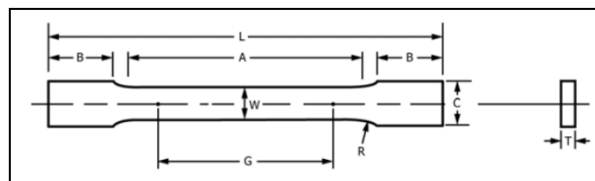


Figure 3. Rectangular tension test specimen in ASTM E8:2016

Table 2. Plate type specimen for ASTM E8

Dimension of Test Specimen	(mm)
G – Gauge length	200,0 ± 0,2
W – Width	40,0 ± 2,0
T – Thickness, minimum	5,0
R – Radius of fillet, minimum	25
L – Overall length, minimum	450
A – Length of reduced parallel section, minimum	225
B – Length of grip section, minimum	75
C – Width of grip section, approximate	50

2.4. Differences in Test rates

Both standards have various methods defined for test rates. Inside these methods there is speed limitations required for use in determining yield strength, yield point elongation, tensile strength, elongation, and reduction of area, they should be stated in the product specifications. In all cases, the speed of testing shall be such that the forces (stress) and strains used in obtaining the test results are accurately indicated.

2.4.1. Stress rate

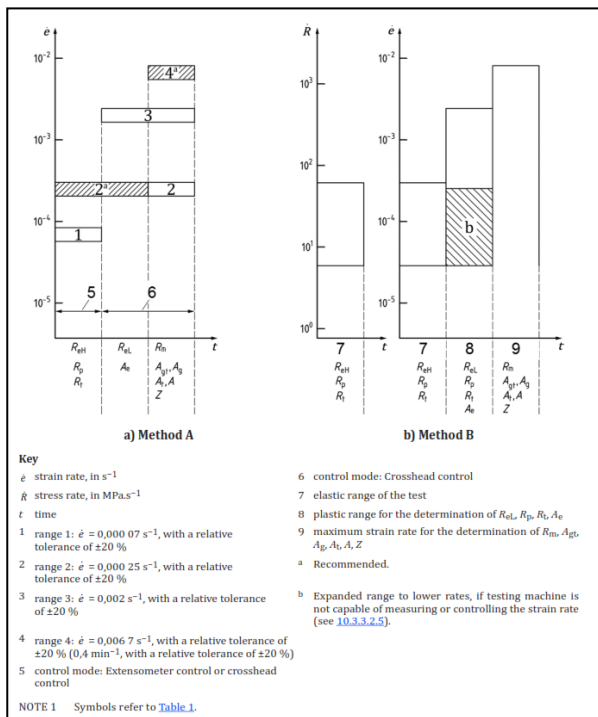
ASTM E8:2016 standard specifies “Control Method A - Rate of Stressing Method for Determining Yield Properties” in this method, the testing machine shall be operated such that the rate of stress application in the linear elastic region is between (1,15 and 11,5) MPa/s. However, ISO 6892-1:2016 standard specifies testing rate based on stress rate (method B). It says typical materials having a modulus of elasticity smaller than 150000 MPa include magnesium, aluminium alloys, brass, and titanium stress rate is between (2 and 20) MPa/s. Typical materials with a modulus of elasticity greater than 150000 MPa include wrought iron, steel, tungsten, and nickel-based alloys stress rate is between (6 and 60) MPa/s. All these data are given in Table 3 below:

Table 3. Stress rate for ASTM E8 and ISO 6892-1

Standard	Modulus of Elasticity of the Material (MPa)	Stress Rate (MPa/s)	
		minimum	maximum
ASTM E8	-	1,15	11,5
ISO 6892-1	< 150000	2	20
	≥ 150000	6	60

2.4.2. Strain rate

ASTM E8:2016 standard declares that “Control Method B - Rate of Straining Control Method for Determining Yield Properties”— In this method, the testing machine shall be operated in closed-loop control using the extensometer signal. The rate of straining shall be set and maintained at $(0,0156 \pm 0,006)$ mm/mm/min. Whereas, ISO 6892-1:2016 standard specifies closed loop strain control, method A1, is strain rate control based on feedback of data obtained from instrument's extensometer. Application for this method is given by tolerances of required four step speed standard. Standard speed steps are schematically shown in Figure 4.



Symbols and designations written in Figure 4 are as follow:
 Z percentage reduction of area, (%)
 A percentage elongation after fracture, (%)
 A_g percentage plastic extension at maximum force, (%)
 A_t percentage total extension at fracture, (%)
 A_e percentage yield point extension, (%)
 A_{gt} percentage total extension at maximum force, (%)
 R_m tensile strength, (MPa)
 R_p proof strength, plastic extension (MPa)
 R_{eH} upper yield strength (MPa)
 R_{eL} lower yield strength (MPa)

Figure 4. Illustration of strain rates to be used during tensile test according to ISO 6892-1:2016 standard

ISO 6892-1:2016 says, strain rate for determination of upper yield strength, R_{eH} , or proof strength properties, R_p and R_t ; during determination of these material properties strain rate, e_{Le} , shall be in one of two following specified ranges.

Range 1: $e_{Le} = 0,00007 s^{-1}$, with a relative tolerance of $\pm 20\%$.

Range 2: $e_{Le} = 0,00025 s^{-1}$, with a relative tolerance of $\pm 20\%$ (recommended, unless otherwise specified).

Strain rate for determination of the lower yield strength, R_{Le} , and percentage yield point extension, A_e

Following the detection of upper yield strength, estimated strain rate over parallel length, e_{LC} , shall be maintained in one of following two specified ranges until discontinuous yielding has ended.

Range 2: $e_{LC} = 0,00025 s^{-1}$, with a relative tolerance of $\pm 20\%$.

Range 3: $e_{LC} = 0,002 s^{-1}$, with a relative tolerance of $\pm 20\%$.

Strain rate for the determination of the tensile strength, R_m , percentage elongation after fracture, A , percentage total extension at the maximum force, A_m , percentage plastic extension at maximum force, A_g , and percentage reduction area, Z

After determination of the required yield/proof strength properties, the estimated strain rate over the parallel length, e_{LC} shall be changed to one of the following specified ranges.

Range 2: $e_{LC} = 0,00025 s^{-1}$, with a relative tolerance of $\pm 20\%$.

Range 3: $e_{LC} = 0,002 s^{-1}$, with a relative tolerance of $\pm 20\%$.

Range 4: $e_{LC} = 0,0067 s^{-1}$, with a relative tolerance of $\pm 20\%$ ($0,4 min^{-1}$ with a relative tolerance of $\pm 20\%$).

If the purpose of the tensile test is only to determine the tensile strength, then an estimated strain rate over parallel length of the test piece according to range 3 or 4 may be applied throughout the entire test.

ASTM E8:2016 standard specifies that “Control Method C - Crosshead Speed Control Method for Determining Yield Properties”— The testing machine shall be set to a crosshead speed equal to $(0,0156 \pm 0,003)$ mm/mm/min of the original reduced parallel section. However, ISO 6892-1:2016 Method A2, open loop strain control, involves the control of the estimated strain rate over the parallel length, (e_{LC}), which is achieved by using the crosshead separation speed (v_c) calculated by multiplying the required strain rate by the parallel length.

$$v_c = L_c \cdot \dot{\epsilon}_{LC} \quad (1)$$

2.5. Differences in Calibration and Accuracy Condition of Device and Equipments to be used in Tensile Testing of Metallic Materials

Device and equipments to be used in tensile testing of metallic materials should have traceability to National Measurement Standards. On the other hand, they should fulfil calibration and accuracy requirements mentioned below:

2.5.1. Force-proving instrument

This part of ISO 6892-1:2016 standard specifies, force-measuring system of material testing machine shall be in accordance with ISO 7500-1:2015 “Metallic materials - Calibration and verification of static uniaxial testing machines Part 1: Tension/compression testing machines- Calibration and verification of the force-measuring system” standard; Class 1, in relevant range, but corresponding to ASTM E8:2016 standard force-measuring system of

material testing machine shall be in accordance with ASTM E4:2016 “Standard Practices for Force Verification of Testing Machines” in relevant range. In additionally, ASTM E8:2016 standard says, where verification of testing machine speed is required, Practices ASTM E2658:2015 “Standard Practices for Verification of Speed for Material Testing Machines” shall be used unless otherwise specified.

2.5.2. Extensometer system

Extensometer system shall be in accordance with ISO 9513:2012 “Metallic materials - Calibration of extensometer systems used in uniaxial testing” standard; Class 0,5 in the relevant range for ISO 6892-1:2016 standard. The strain shall be measured on opposite sides of the test piece. The use of a large extensometer gauge length (e.g. ≥50 mm) is recommended. Whereas, ASTM E8:2016 standard declares that extensometer system shall be in accordance with ASTM E83:2016 “Standard Practice for Verification and Classification of Extensometer Systems” standard; Class B2 or better Class extensometer shall be used in tensile testing processing of metallic materials.

2.5.3. Resolution of tensile testing system

ISO 6892-1:2016 standard consider that resolution of tensile testing system shall be sufficient for obtaining at least 50 different discrete measured values in the evaluation range, also the measuring device shall be able to guarantee an accuracy of the measured data of better than ± 0,5 % of the measured value, while ASTM E8:2016 says, relative measurement error should be kept at or below 1 %, where possible. Ideally, this 1 % error should include not only the resolution of the measuring device but also the variability commonly referred to as repeatability and reproducibility. In additionally ASTM E8:2016 declared that micrometers and other devices used in measurement of specimen dimensions should be selected, maintained and used in such a manner as to comply with the appendixes of Test Methods E8 on measurement. Traceability to national standards should be established for these devices, and reasonable effort should be employed to prevent errors greater than 1 % from being generated as a result of measurement error, resolution, and rounding practice.

2.6. Uncertainty

ISO 6892-1:2016 is included “Estimation of the uncertainty of measurement” as Annex K. This Annex gives guidance on how to estimate the uncertainty of the values determined in accordance with this part of ISO 6892-1:2016. The standard uncertainty, *u*, of the value of a parameter can be estimated in two ways.

2.6.1. Type A Uncertainty

It is evaluated by repeated measurement:

$$u = \frac{s}{\sqrt{n}} \tag{2}$$

where:

s is the standard deviation of the measurements;
n is the number of observations being averaged to report the result of the measurement under normal circumstances.

2.6.2. Type B Uncertainty

It is evaluated from some other source, e.g. calibration certificates or tolerances. The true value is equally likely to occur anywhere within the defined interval so the distribution is described as rectangular or uniform. Here the standard uncertainty is given by Formula:

$$u = \frac{a}{\sqrt{3}} \tag{3}$$

where:

a: is half the width of the interval in which the quantity is assumed to lie.

Often the estimation of a quantity, *y*, involves the measurement of other quantities. The estimation of the uncertainty in *y* shall take account of the contributions of the uncertainties in all these measurements. It is thus known as a combined uncertainty. If the estimation simply involves the addition or subtraction of a series of measurements,

$$u(x) = \sqrt{u(x_1)^2 + u(x_2)^2 + \dots + u(x_n)^2} \tag{4}$$

where:

u(x₁) is the uncertainty in the parameter *x₁* etc.

2.6.3. Parameters effect on the uncertainty of test results

Uncertainty of results determined from a tensile test contains components due to the equipment used. Various test results have differing uncertainty contributions depending on the way they are determined in Table 4 below.

Table 4. Uncertainty contributions due to measuring devices

Parameter	Test results					
	<i>R_{eH}</i>	<i>R_{eL}</i>	<i>R_m</i>	<i>R_p</i>	<i>A</i>	<i>Z</i>
Force	X	X	X	X	—	—
Extension	—	—	—	X	X	—
Gauge length	—	—	—	X	X	—
<i>S₀</i>	X	X	X	X	—	X
<i>S_u</i>	—	—	—	—	—	X
X Relevant.						
— Not relevant.						

Symbols and designations written in Table 4 are given below:

S₀ original cross-sectional area of parallel length (mm²)
S_u minimum cross-sectional area after fracture (mm²)

According to test results written in Table 4., some of the test results can be determined with a lower uncertainty than others, e.g. upper yield strength, *R_{eH}*, is only dependent on the uncertainties of measurement of force and cross-sectional area, while proof strength, *R_p*, is dependent on force, extension, gauge length, cross-sectional area, and other parameters. For reduction of area, *Z*, the measurement uncertainties of cross-sectional area both before and after fracture need to be considered.

On the other hand, ASTM E8:2016 standard does not include any information in the context of tensile testing uncertainty calculation and budgeting.

2.7. Differences in Test Reports

Test report to be prepared at the end of tensile test according to both standards shall contain the following information:

- Reference to the standard used, i.e. ASTM E8:2016 or ISO 6892-1:2016.
- Material and sample identification.
- Specimen type.

While ASTM E8:2016 standard requires that following specifications be specified in test report:

Yield strength and method used to determine yield strength.

- Yield point elongation.
- Tensile strength.
- Elongation.
- Uniform elongation, if required.
- Reduction of area, if required.

ISO 6892-1:2016 standard specifies that it should be included in test report, in particular with some of the parameters specified below.

- Testing control mode and testing rate or testing rate range if different from the recommended methods and values given in standard.
- Test results should be rounded (according to ISO 80000-1) to the following precisions or better, if not otherwise specified in product standards: strength values, in megapascals, to the nearest whole number;
- Percentage yield point extension values, A , to the nearest 0,1 %.
- All other percentage extension and elongation values to the nearest 0,5 %.
- Percentage reduction of area, Z , to the nearest 1 %.

In addition, if requested by the user, ASTM E8:2016 standard specifies that it should be included in test report with following characteristics:

- Specimen test section dimension(s).
- Equation used to calculate cross-sectional area of rectangular specimens taken from large-diameter tubular products.
- Speed and method used to determine speed of testing.

3. Accreditation Criteria for Laboratories Performing Tensile Test

In ASTM E8:2016 standard there is an appendix which is name of title "X3"- "Suggested Accreditation Criteria for Laboratories Performing Tensile Tests" Inside appendix X3, there are specific features that an assessor may check to assess a laboratory's technical competence, if the laboratory is performing tests in accordance with Test Methods ASTM E8:2016.

In this context, main criteria are:

- Preparation,
- Test equipment,
- Procedures,
- Retention,
- Environment,
- Controls,

On the other hand, such a chapter is not included in ISO 6892-1:2016 standard.

4. Conclusions

In this study, significant differences have been summarized between ISO 6892-1:2016 and ASTM E8:2016 standard. It can be specified difference in definition of room temperature range at which tensile test is to be carried out; difference in definition of device and apparatus used in test, differences in test specimens dimensions.

Both standards have various methods defined for test rates. Inside these methods, there is speed limitations required for use in determining yield strength, yield point elongation, tensile strength, elongation, and reduction of area, they should be stated in product specifications. In this respect, all aspects of test rates differences have been examined concerning to ISO 6892-1:2016 and ASTM E8:2016 standard.

Device and equipments to be used in tensile testing of metallic materials should have traceability to National Measurement Standards; therefore, differences in requirements of both of ISO 6892-1:2016 and ASTM E8:2016 standards have been expressed in detail. Furthermore, uncertainty of tensile test measurement results has been mentioned.

Similarities and differences between two standards have been revealed in the scope of tension test report to be prepared by laboratories the tensile test. In additionally, suggested accreditation criteria for laboratories performing tensile test have been emphasized.

Finally, it has been aimed to help for understanding tensile test of metallic materials topic particularly laboratories that perform tension test concerning to ISO 6892-1:2016 and ASTM E8:2016 standard.

References

- [1] ISO 6892-1, Metallic materials - Tensile testing - Part 1: "Method of test at room temperature", 2016
- [2] ASTM E8, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, 2016
- [3] B. Aydemir, "The Changes in ISO 6892-1:2016 Metallic Materials Tensile Testing Standard" 3rd Iron and Steel Symposium (UDCS'17), 3-5 April 2017, Karabuk - TURKEY
- [4] B. Aydemir, H. Taşcan, C. Camyurdu, "Çekme deneyinde farklı uzama ölçme yöntemlerinin etkilerinin incelenmesi", 2015, Metal Dünyası, Sayı 266, S.44-50, İstanbul
- [5] B. Aydemir, "Malzeme Deneylerinde (Çekme deneyi) Ölçüm Belirsizliğinin Hesaplanması Eğitim Dokümanı" - G2KV-110, Nisan 2015, TÜBİTAK UME
- [6] Updates to metals standards 2015, www.instron.com
- [7] ISO 7500-1, Metallic materials -Calibration and verification of static uniaxial testing machines Part 1: Tension/compression testing machines-Calibration and verification of the force-measuring system, 2015
- [8] ASTM E4, Standard Practices for Force Verification of Testing Machines, 2016

- [9] ASTM E2658, Standard Practices for Verification of Speed for Material Testing Machines, 2015
- [10] ISO 9513, Metallic materials - Calibration of extensometer systems used in uniaxial testing, 2012
- [11] ASTM E83, Standard Practice for Verification and Classification of Extensometer Systems, 2016
- [12] ISO 80000-1, Quantities and units — Part 1: General, 2009

TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF ABRASIVES (ALUMINA, SILICA, ZIRCON) FOR BRAKE FRICTION MATERIALS

FREN SÜRTÜNME MALZEMELERİNDE AŞINDIRICILARIN (ALÜMİNA, SİLİKA, ZİRKON) TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİ

Banu Sugözü^a, Behcet Dağhan^b

^a Mersin Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Mersin, Türkiye
E-posta: banusugozu@gmail.com

^b Selçuk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye
E-posta: bdaghan@selcuk.edu.tr

Özet

Otomotiv fren sürtünme malzemeleri, fiberler (takviye elemanları), yapıştırıcı, katı yağlayıcılar, sürtünme düzenleyiciler, aşındırıcılar ve dolgu malzemelerinden oluşan çok bileşenli kompozitlerdir. Aşındırıcılar daha yüksek Mohs sertliğine sahip malzemelerdir ve fren sürtünme malzemelerinin tribolojik özelliklerinde önemli rol oynarlar. Ticari fren sürtünme malzemelerinde en yaygın kullanılan aşındırıcılar, alümina (Al_2O_3), silika (SiO_2), silisyum karbür (SiC), zirkon ($ZrSiO_4$) ve zirkonya (ZrO_2) dir. Bu çalışmada alümina, silika ve zirkon (kütüce %5 ve %10) olmak üzere üç farklı aşındırıcı kullanılarak altı fren balata numunesi üretilmiş ve sürtünme özellikleri araştırılmıştır. Numuneler sırayla toz karıştırma, ön şekillendirme ve sıcak presleme işlemlerini kapsayan geleneksel yöntemle üretilmiştir. Numunelerin sürtünme ve aşınma karakteristikleri pad-on-disk tipi aşınma test cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Numunelerin sertlik, yoğunluk, porozite, çekme dayanımı, basma dayanımı gibi fiziksel ve mekanik özellikleri ve Taramalı Elektron Mikroskopuna (SEM) yardımıyla morfolojik özellikleri incelenmiştir. Sonuç olarak aşındırıcı miktarındaki artış sürtünme katsayısını arttırmış, özgül aşınma oranını ise azaltmıştır. Kütüce %10 alümina içeren numune daha iyi bir sürtünme performansı sergilemiştir.

Anahtar kelimeler: Aşındırıcılar, Fren balatası, Aşınma, Sürtünme, Triboloji

Abstract

Automotive brake friction materials are multi-component composites composed of functional materials such as fibers (reinforcements), binder, solid lubricants, friction modifiers, abrasives and space fillers. Abrasives are the ingredients that have higher Mohs hardness and play important roles on tribological properties of brake friction materials. Most commonly used abrasives in commercial brake friction materials are alumina (Al_2O_3), silica (SiO_2), silicon carbide (SiC), zircon ($ZrSiO_4$) and zirconia (ZrO_2). In this study, six brake lining samples were produced using abrasives of three types viz. silica, alumina and zircon (5 and 10 wt.%) and investigated its friction properties. The samples were produced by a conventional procedure for a dry formulation following dry-mixing, pre-forming and hot pressing. Friction and wear characteristics of the specimens were examined using a pad-on-disc-type wear tester. The physical and mechanical properties such

as hardness, density, porosity, tensile strength, compressive strength of samples and morphological properties via Scanning Electron Microscope (SEM) were investigated. The results of tests showed that the friction coefficients of the composites increased with increasing abrasive amount. The results also indicated that specific wear ratio of the composites decreased with increasing abrasive amount. The sample containing 10 wt. % alumina exhibited the better friction performance.

Keywords: Abrasives, Brake lining, Wear, Friction, Tribology

1. Giriş

Taşıtların fren sistemlerinde yer alan disk ve balata kompozitlerinin sürtünme ve aşınma özelliklerini inceleyen birçok çalışma yapılmıştır. Taşıtlarda fren balataları, çeşitli fonksiyonlara sahip birçok malzemenin bir araya gelmesiyle oluşan kompozit malzemelerdir. Balata kompozitlerinde yapıştırıcı olarak fenolik reçine, sentetik reçine, takviye elemanı olarak çelik yünü, cam elyaf, aramid (kevlar), bor elyaf, katı yağlayıcı olarak grafit, antimonit, sürtünme düzenleyici olarak metalik talaşlar, maun cevizi tozu, aşındırıcı olarak alümina, silika, zirkon, silisyum karbür, kuvars, dolgu malzemesi olarak ise barit, kalsiyum karbonat ve vermikülit gibi malzemeler kullanılır. Kompoziti oluşturan her bir malzemenin çeşidi ve miktarının yanı sıra üretim aşamasında kullanılan parametreler de balatanın tribolojik özelliklerini önemli derecede etkilemektedir. Bu sebeple fren balatalarının performans gereklilikleri oldukça karmaşıktır.

Literatürde fren balata malzemelerinden aşındırıcıları inceleyen çalışmalar mevcuttur. Bijwe ve arkadaşları [1], aşındırıcı olarak alümina, silika ve silisyum karbür içeren mikro ve nano kompozitler tasarlayarak tribolojik performansının yanı sıra çeşitli kimyasal ve fiziksel özelliklerini incelemişlerdir. Kim ve arkadaşları [2], farklı aşınma partikülleri içeren otomotiv fren balatalarının sürtünme ve titreşimini inceledikleri çalışmalarında aşındırıcıların frenleme esnasında oluşan gürültü ve titreşimin yanında sürtünme seviyesi ve aşınarak kopan partiküllerin oluşumunda önemli rol oynadığını belirtmişlerdir. Shin ve arkadaşları [3], fren sürtünme malzemelerinin sürtünme etkinliği ve kararlılığı üzerinde aşındırıcı boyutunun etkisini farklı boyutlarda zirkon ekledikleri numuneler ile araştırmışlar ve aşındırıcı boyutuyla sürtünme özellikleri arasında doğrudan ilişki

olduğu sonucuna varmışlardır. Benzer bir çalışmada Ma ve arkadaşları [4], metalik olmayan fren sürtünme malzemelerinin sürtünme performansında zirkonun etkilerini incelemişler ve zirkonun sürtünme katsayısını arttırdığını, aşınma oranını ise düşürdüğünü gözlemlemişlerdir.

Boz ve Kurt [5] ise farklı oranlarda kullandıkları alüminanın sürtünme ve aşınma üzerinde etkilerini incelerken alümina miktarındaki artışın kütle kaybında düşüşe neden olduğunu öne sürmüşlerdir.

Bu çalışmada balata kompozisyonu içerisinde aşındırıcı fonksiyonu olan silika, alümina ve zirkon (kütlece %5 ve %10) kullanılarak 6 adet farklı içerikli balata numunesi üretilerek fiziksel ve tribolojik özellikleri araştırılmıştır.

2. Materyal ve Metot

Üretilen numunelerin içerikleri ve üretim parametreleri belirlenirken literatürden ve bu çalışma için gerçekleştirilen ön çalışmalardan faydalanılmıştır. Kullanılan malzemelerin % kütleli miktarları Çizelge 1'de gösterilmiştir. A5, A10, S5, S10, Z5 ve Z10 numunelere verilen isimlerdir. Harf, aşındırıcının cinsini (alümina için A, silika için S, zirkon için Z), sayı ise kompozit içindeki kütleli yüzdesini belirtir.

Çizelge 1 Balata numunelerinde kullanılan malzemelerin miktarları (% kütleli).

Malzeme	Miktar (% kütleli)					
	A5	A10	S5	S10	Z5	Z10
Reçine	22	22	22	22	22	22
Çelik yünü	15	15	15	15	15	15
Maun cevizi tozu	10	10	10	10	10	10
Pirinç talaşı	5	5	5	5	5	5
Grafit	3	3	3	3	3	3
Bakır talaşı	8	8	8	8	8	8
Barit	32	32	32	32	32	32
Alümina	5	10	-	-	-	-
Silika	-	-	5	10	-	-
Zirkon	-	-	-	-	5	10

Balatayı oluşturan her bir malzemenin balata üzerinde bir fonksiyonu vardır. Bu çalışmada kullanılan malzemelerin fonksiyonları Çizelge 2'de belirtilmiştir.

Çizelge 2 Balata numunelerinde kullanılan malzemelerin fonksiyonları.

Malzeme	Fonksiyon
Reçine	Bağlayıcı malzeme (yapıştırıcı)
Çelik yünü	Takviye malzemesi (elyaf)
Maun cevizi tozu	Sürtünme düzenleyici
Pirinç talaşı	Sürtünme düzenleyici
Grafit	Katı yağlayıcı
Bakır talaşı	Sürtünme düzenleyici
Barit	Dolgu malzemesi
Alümina	Aşındırıcı (Abrazif)
Silika	Aşındırıcı (Abrazif)
Zirkon	Aşındırıcı (Abrazif)

Otomotiv fren balatası, farklı özelliklere sahip malzemelerin toz haline getirilip preslenmesi ile oluşan kompozit bir malzemedir. Kimyasal ve mekanik özellikleri, içerdiği malzeme oranlarına göre değişmektedir. Bu

yüzden bir balata malzemesi tasarımında, kompozisyonu oluşturan malzemelerin ve oranlarının tespiti oldukça önemli ve karmaşık bir konudur. Fren balatasının üretimi de en az kompozisyonu kadar özelliklerin tespitinde ve değişiminde rol oynar. Çünkü üretim esnasında malzeme özellikleri değişmekte ve kompozisyonlar aynı olsa bile farklı üretim parametreleri ile üretilen balatalar çok farklı özellikler sergileyebilmektedir [6].

Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen numunelerin toz karıştırma, soğuk presleme ve sıcak presleme parametrelerinin rakamsal değerleri belirlenirken kullanılan malzeme özelliklerinden ve literatürden yararlanılarak bir dizi ön deneyler yapılmıştır. Buna göre üretilen numunelerin üretim parametreleri Çizelge 3'de verilmiştir.

Çizelge 3 Balata numunelerinin üretim parametreleri.

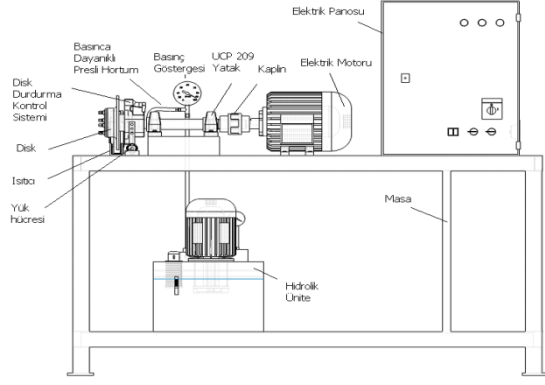
	Süre (dk)	Basınç (kPa)	Sıcaklık (°C)
Karıştırma	10	-	-
Ön şekillendirme	2	8000	ortam sıcaklığı
Sıcak presleme	12	10000	150

Numunelerin sertliği Brinell sertlik ölçme cihazıyla elde edilmiştir ve batıcı uç olarak çapı 2.5 mm olan çelik bilye uç kullanılmıştır. Uygulanan yük 62.5 kgf (612.9 N) olarak alınmıştır. Sertlik ölçümleri, numunelerin sürtünme testlerinde diske temas eden yüzeyinden elde edilmiştir. Numunelerin orta ve kenara yakın beş farklı noktadan değerler alınmış ve aritmetik ortalamaları hesaplanmıştır. Her test için aynı içerikli üç numune kullanılmıştır.

Üretilen numunelerin yoğunlukları, TS 555 [7] ve Arşimet prensibine göre hesaplanmıştır. Her ölçüm için aynı içerikli üç numune kullanılarak sonuçların aritmetik ortalaması alınmıştır. Numunelerin porozitesi ise, 3 nm ile 360 µm aralığında iç gözenekleri ölçülebilen (AutoPore IV 9500 V1.09, maksimum 292 MPa) civa porozimetresi ile ölçülmüştür.

Deneyler sırasında balatanın fren diskine sürtünmesi sonucunda sürtünme yüzeyi sıcaklığı artmaktadır. Sıcaklık artışının sürtünme katsayısı üzerindeki etkisini incelemek amacıyla temassız (infrared) termometre ile balatanın diske sürtünme yüzeyinden yaklaşık 2 cm mesafeden diskin yüzey sıcaklığı ölçülmüştür. Sıcaklık ölçümünde her saniye veri alabilen dijital bir termometre kullanılmıştır. Cihaz sayesinde diskin yüzey sıcaklığı, deney süresince saniye olarak bilgisayar ortamına otomatik olarak aktarılmıştır.

Numunelerin aşınma ve sürtünme katsayısı gibi özelliklerini elde etmek amacıyla TS 555 (Karayolu Taşıtları-Fren Sistemleri-Balatalar-Sürtünmeli Frenler için) [7] standardında atıf yapılan TS 9076'a (Karayolu Taşıtları-Fren Sistemleri-Fren Balataları-Malzeme Sürtünme Özelliklerinin Küçük Deney Parçaları ile Değerlendirilmesi) uygun [8] deneyler gerçekleştirilmiştir. Buna göre öncelikle 310 rpm, 700 kPa basınç ve sıcaklık 100 °C'yi aşmayacak şekilde numunenin diske yüzey teması en az %95 oluncaya kadar alıştırma işlemi yapılmıştır. Böylece yüzey, deneye hazır hale getirilmiştir.



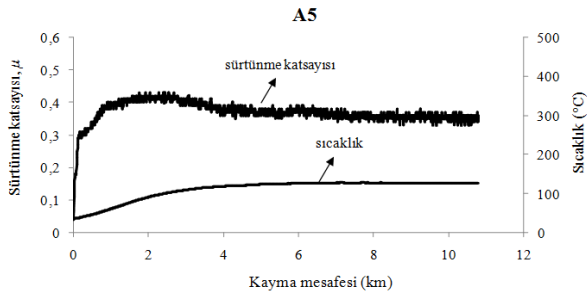
Şekil 1. Sürtünme test cihazının şematik çizimi [9].

Numuneler, çapı 280 mm ve sertliği 116 HB olan gri dökme demir diskin kullanıldığı, Şekil 1'de şematik çizimi verilen tam ölçekli bir fren balata cihazında test edilmiştir. Cihaz tamamen bilgisayarla kontrol edilebilir ve veri toplama yazılımı içermektedir.

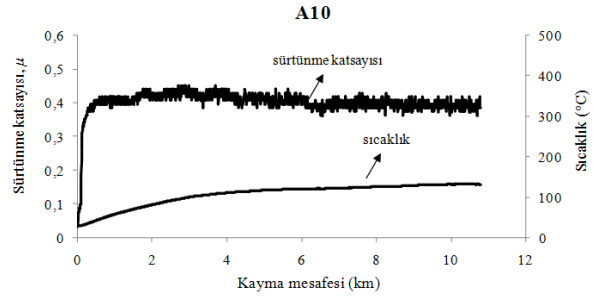
3. Bulgular

Fren sürtünme malzemelerinin sürtünme katsayısı fren performansını etkileyen önemli bir parametredir ve durma mesafesi, gürültü eğilimi, feyd, fren kaynaklı titreşim gibi çeşitli fren olaylarını anlamak için kullanılabilir [10].

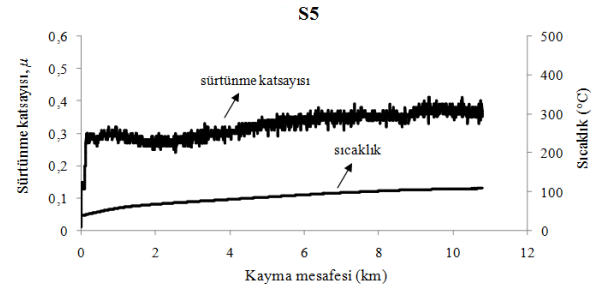
Numunelerin kayma mesafesine bağlı olarak sıcaklık ve sürtünme katsayısı değişimleri Şekil 2-7'de gösterilmiştir. Şekillerde, sürtünme katsayısının testin başlangıcında düşük olmasının sebebi, uygulanan basıncın ani olarak değil giderek artan şekilde etki etmesidir. Ani basınç uygulaması, balataların hasar görmesine neden olacağından basınç artışı kademeli olarak sağlanmıştır. Ayrıca testin başlangıcında balata ile disk alışma (rodaj) sürecindedir ve sürtünme kuvvetinin etkili olduğu sürtünme tabakaları henüz oluşmamıştır [11].



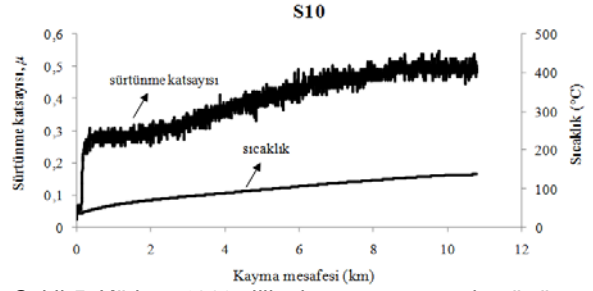
Şekil 2. Kütlice %5 alümina içeren numunenin sürtünme katsayısı-kayma mesafesi-sıcaklık grafiği (basınç 1050 kPa, hız 6 m/s, süre 30 dk)



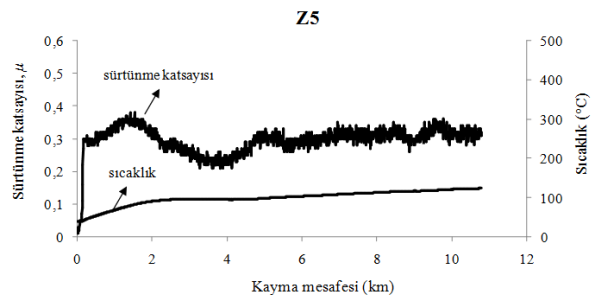
Şekil 3. Kütlice %10 alümina içeren numunenin sürtünme katsayısı-kayma mesafesi-sıcaklık grafiği (basınç 1050 kPa, hız 6 m/s, süre 30 dk)



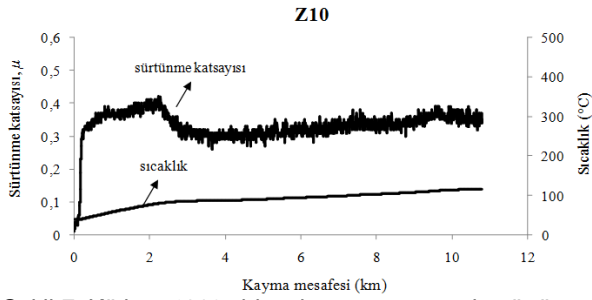
Şekil 4. Kütlice %5 silika içeren numunenin sürtünme katsayısı-kayma mesafesi-sıcaklık grafiği (basınç 1050 kPa, hız 6 m/s, süre 30 dk)



Şekil 5. Kütlice %10 silika içeren numunenin sürtünme katsayısı-kayma mesafesi-sıcaklık grafiği (basınç 1050 kPa, hız 6 m/s, süre 30 dk)



Şekil 6. Kütlice %5 zirkon içeren numunenin sürtünme katsayısı-kayma mesafesi-sıcaklık grafiği (basınç 1050 kPa, hız 6 m/s, süre 30 dk)



Şekil 7. Kütütlece %10 zirkon içeren numunenin sürtünme katsayısı-kayma mesafesi-sıcaklık grafiği (basınç 1050 kPa, hız 6 m/s, süre 30 dk)

Fren balatalarından istenen en önemli özelliklerden biri frenleme esnasında sürtünmeden dolayı açığa çıkan ara yüzey sıcaklığındaki artışa bağlı olarak sürtünme katsayısındaki değişimin minimum seviyede olmasıdır [12,13]. Literatürde sürtünme katsayısının, sürtünme kuvveti ve disk-balata ara yüzey sıcaklığına bağlı olarak 0.1 ila 0.7 arasında değiştiği vurgulanmıştır [14].

Grafikler incelendiğinde sürtünme katsayısında az miktarda olsa da inişli çıkışlı sürekli bir değişim görülmektedir. Anderson [15] bunun sebebini, sürtünme süresince disk yüzeyindeki temas bölgelerinin içine doğru ısının periyodik olarak sürekli değişmesinden kaynaklandığını belirtmiştir. Bu etkiden dolayı sürtünme katsayısında sürekli bir değişim meydana gelir. Ayrıca bu durumu Stachowiak ve Batchelor [16] sürtünme çiftlerinin yüzeyindeki pürüzlerde birleşme olması ve büyümesi ile açıklar. Bu durumda bir yapışma bir bırakma hali sürekli tekrarlanır, bu da sürtünme katsayısında sürekli artma ve azalmaya neden olur.

Numunelerin porozite, yoğunluk ve sertlik gibi fiziksel özellikleri Çizelge 4'de gösterilmiştir. Porozitenin en önemli avantajı ses ve vibrasyonu (titreşimi) sönmülemesidir fakat porozite malzeme içerisinde yalıtkan görevi görür ve malzemenin sürtünmeden kaynaklanan sıcaklığını uzaklaştırmaya engel olur. Sasaki [17]'e göre sürtünme malzemelerinin gürültü eğilimi göz önüne alınırsa porozitenin yüksek sıcaklıklarda yeterince mukavemet sağlayacak kadar bir değerde olması gerekmektedir.

Çizelge 4 Balata numunelerinin fiziksel özellikleri.

Numune Kodu	Porozite (%)	Yoğunluk (g/cm ³)	Sertlik (HB)
A5	9.26	2.081	23.5
A10	9.14	2.188	30.6
S5	12.09	1.941	18.9
S10	9.33	2.024	20.4
Z5	6.83	2.163	31.3
Z10	5.91	2.237	32.5

Balatayı oluşturan malzemelerin fonksiyonları arasında aşındırıcı (abrazif) olarak kullanılan malzemelerin sertliği, balata kompozisyonu içerisinde bulunan diğer malzemelerden daha yüksektir [18]. Sertliği yüksek olan malzemelerin balata içerisinde yer alması ise sürtünme testi esnasında balata yüzeyinde sürtünme tabakası oluşturmakta ve balataların sürtünme katsayısını arttırmaktadır. Çizelge 4 incelendiğinde aşındırıcıların

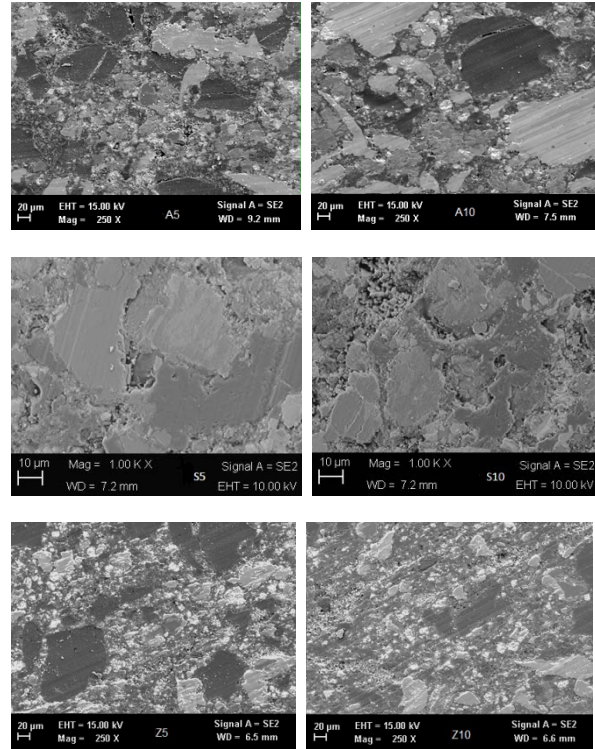
kendi aralarında grup olduğu düşünülürse, aşındırıcı miktarındaki artışın sertlik ve yoğunluğu arttırdığı poroziteyi ise azalttığı görülmektedir. Fren sürtünme malzemelerinde sertliğin sürtünme katsayısını etkilediği bilinmektedir. Sertlik sürtünme katsayısıyla doğru orantılıdır fakat karşı malzemeyi (disk) aşındırmayacak değerde olmalıdır. Çizelge 5'de numunelerin aşınma-sürtünme testlerinden elde edilen tribolojik özellikleri gösterilmiştir.

Çizelge 4 Balata numunelerinin tribolojik özellikleri.

Numune Kodu	Özgül aşınma oranı (cm ³ /Nm)	Ortalama sürtünme katsayısı	Balata sınıfı
A5	0.216×10 ⁻⁶	0.367	F
A10	0.193×10 ⁻⁶	0.407	F
S5	0.383×10 ⁻⁶	0.364	F
S10	0.339×10 ⁻⁶	0.405	F
Z5	0.239×10 ⁻⁶	0.296	E
Z10	0.196×10 ⁻⁶	0.332	E

TS 555'e göre [7] balatalar sürtünme katsayılarına göre; 0.25 - 0.34 (E), 0.35 - 0.44 (F), 0.45 - 0.54 (G), 0.55 ve yukarısı (H) olarak sınıflandırılır.

Balataların özgül aşınma miktarının ortalama sürtünme kuvveti ve balata yoğunluğuna bağlı olduğu bilinmektedir. Sürtünme-aşınma testlerinden elde edilen sonuçların literatüre yakın ve TS 555'e uygun olduğu görülmüştür.



Şekil 8. Numunelerin SEM resimleri

Sürtünme testinden sonra numunelerin yüzeyi taramalı elektron mikroskopu (SEM) kullanılarak analiz edilmiştir. Şekil 8'deki resimler incelendiğinde numunelerin

yüzeylerinde meydana gelen sürtünme tabakaları görülmüştür. Sürtünme tabakalarının oluşumu sürtünme performansı açısından önemlidir. Sürtünme tabakaları, balata yüzeyinde nispeten daha sert bölgelerdir ve uzun ömürlüdür. Fakat bir sebeple kırılması ve ayrışması halinde adeziv aşınmaya sebep olabilir.

Balata ile disk arasına dışarıdan giren veya sürtünme esnasında malzemeden kopan cisim/partikül; eğer balatanın yüzeyine tekrar yapıştıktan sonra koparsa adezyon aşınması, eğer balatanın nispeten daha yumuşak bir bölgesini talaş kaldırma, yüzeyi kazıma gibi aşındırırsa abrazyon aşınması meydana gelir. Şekil 8'de numunelerin SEM resimlerinde görülen mikro boşluklar, meydana gelen adezyon aşınmasını ve ablativ aşınmayı göstermektedir. Ablativ aşınma, frenleme esnasında yükselen sıcaklığın etkisiyle fenolik reçinenin azalması ve dolgu partiküllerinin kopmasıdır. Sürtünme esnasında balata ile disk arasına giren tanecikler yüzey üzerinde bir akma/kayma davranışı da meydana getirir. Bu kayma davranışı daha yavaş bir aşınmaya sebep olur. Kayma ve abrazif aşınma arasındaki fark çok belirgin değildir [11].

4. Sonuçlar

Bu çalışmada, balata kompozisyonunu oluşturan malzemelerden aşındırıcıların (abraziflerin) miktarının fren balata performansına etkileri deneysel olarak incelenmiştir. Aşındırıcı olarak kütlece iki farklı miktarda (%5 ve %10) alümina, zirkon ve silika kullanılarak TS 555'e uygun 6 farklı balata numunesi üretilmiştir. Numuneyi oluşturan diğer içerikler oranlarıyla birlikte sabit tutulmuştur. Gerçekleştirilen testler ve analizlerden elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir;

- Sürtünme testine tabi tutulan tüm numuneler arasında en yüksek sürtünme katsayısı 0.407 değeri, kütlece %10 alümina içeren A10 kodlu numuneye, en düşük sürtünme katsayısı 0.296 değeri ise kütlece %5 zirkon içeren Z5 kodlu numuneye aittir.
- Yapılan deneylerde aşındırıcı miktarı arttıkça sürtünme katsayısı ve sertliğin arttığı, porozite oranının azaldığı görülmüştür. Ayrıca porozite oranı arttıkça özgül aşınma miktarının arttığı gözlemlenmiştir.
- Numunelerin mikroyapıları incelendiğinde sürtünme yüzeylerinde abrazif aşınmalar sonucu oluşan çizikler, mikro ve makro boşluklar ve adeziv aşınmalar sonucu oluşan üzeri kaplanmış sürtünme tabakaları ile termomekanik gerilmelere bağlı olarak mikro çatlakların olduğu görülmüştür.
- Numunelerin testler sonucu elde edilen fiziksel özellikleri incelendiğinde yoğunluğun, porozite ile ters orantılı, sertlik ile doğru orantılı olduğu görülmüştür. Ayrıca sertliği yüksek olan numunelerin ortalama sürtünme katsayısında artış görülürken özgül aşınma miktarında azalmalar görülmüştür. Yoğunluk ile porozite arasındaki ilişki literatür ile uyumludur.
- Sürtünme-aşınma testlerinden elde edilen sonuçların literatür ile uyumlu ve TS 555'e uygun olduğu görülmüştür.

Kaynaklar

- [1] Bijwe, J., Aranganathan, N., Sharma, S., Dureja, N., Kumar, R., Nano-abrasives in friction materials-influence on tribological properties, *Wear*, 296(1), 693-701, 2012.
- [2] Kim, S. S., Hwang, H. J., Shin, M. W., Jang, H., Friction and vibration of automotive brake pads containing different abrasive particles, *Wear*, 271(7), 1194-1202, 2011.
- [3] Shin, M. W., Kim, Y. H., Jang, H., Effect of the abrasive size on the friction effectiveness and instability of brake friction materials: a case study with Zircon, *Tribology Letters*, 55(3), 371-379, 2014.
- [4] Ma, Y., Martynková, G. S., Valášková, M., Matějka, V., Lu, Y., Effects of ZrSiO₄ in non-metallic brake friction materials on friction performance, *Tribology International*, 41(3), 166-174, 2008.
- [5] Boz, M., Kurt, A., The effect of Al₂O₃ on the friction performance of automotive brake friction materials, *Tribology International*, 40(7), 1161-1169, 2007.
- [6] Ertan, R., Fren Balata Malzemelerinin Optimizasyonu ve Üretim Parametrelerinin Analizi, Doktora Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa, 2008.
- [7] TS 555 Karayolu Taşıtları-Fren Sistemleri-Balatalar-Sürtünmeli Frenler İçin, 1992.
- [8] TS 9076 Karayolu Taşıtları-Fren Sistemleri-Fren Balataları-Malzeme Sürtünme Özelliklerinin Küçük Deney Parçaları ile Değerlendirilmesi, 1991.
- [9] Sugözü, I., Investigation of using rice husk dust and ulexite in automotive brake pads, *Materials Testing vol. 57(10)*; 877-882, 2015.
- [10] Hong, U. S., Jung, S. L., Cho, K. H., Cho, M. H., Kim, S. J., Jang, H., Wear mechanism of multiphase friction materials with different phenolic resin matrices, *Wear* 266(7); 739-744, 2009.
- [11] Sugözü, B., Nano Silika, Nano Alümina ve Nano Zirkon Aşındırıcı Parçacık Katkısının Fren Balata Özelliklerine Etkisi, Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 2016.
- [12] Persson, B. N. J., Theory of friction: The role of elasticity in boundary lubrication, *Physical Review B* 50(7); 4771, 1994.
- [13] Tabor, D., Friction as a dissipated process. Friction of organic polymers in fundamentals of friction, *Macroscopic and Microscopic Processes* 220(3); 1996.
- [14] Moore, D. F., *Principles and Application Tribology*, In, Eds, *Oxford: Pergamon Press*, p. 109-156, 1975.
- [15] Anderson, A. E., *ASM handbook, Friction, lubrication, and wear technology* 18; 569-577, 1992.
- [16] Stachowiak, G.W., Batchelor, A.W., *Engineering Tribology*, Heineman, Boston, MA, pp. 36-44, 2001.
- [17] Sasaki, Y., *Proceedings of the Fifth Akzo Symposium on Development of Non-asbestos friction materials*, 1986.
- [18] Bijwe, J., Composites as friction materials: Recent developments in non-asbestos fiber reinforced friction materials - A review, *Polymer Composites*, 18 (3), 378-396, 1997.

PHOTOCATALYTIC HYDROGEN EVOLUTION BY NICKEL SULFIDE/CARBON NANOTUBE COMPOSITE

^aEmre Aslan, ^aGizem Yanalak, ^bIlker Akin and ^cImren Hatay Patir

^aSelcuk University, Department of Chemistry, Konya, TURKEY, E-mail: emreaslan89@gmail.com

^aNecmettinErbakan University, Department of Biotechnology, Konya, TURKEY

^aSelcuk University, Department of Biotechnology, Konya, TURKEY

Abstract

Ni_xS_y/CNTnanocomposite was prepared based on hydrothermal method and it was used as the catalyst in the presence of triethanolamine (TEOA) and Eosin-Y (EY) as an electron donor and photosensitizer, respectively, for the dye sensitized hydrogen evolution. Ni_xS_y/CNTwas more efficient than that of Ni_xS_y nanoparticles about five times. Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNTnanomaterialshave been produced hydrogen was found to be 2750 μmolg⁻¹h⁻¹ and 3750 μmolg⁻¹h⁻¹, respectively.

Keywords:hydrothermal method, nanocomposite, carbon nanotube, hydrogen evolution catalyst

1. Introduction

The search for highly active noble metal free hydrogen evolution reaction (HER) catalysts is of great importance to provide cost-effective hydrogen. HER catalysts based on transition metal sulfides have recently been focused intensively on low-cost noble metal alternatives. For example, molybdenum sulfide (MoS_x),[1-5] tungsten sulfide (WS_x),[6,7] cobalt sulfide (CoS_x),[8-15] iron sulfide (FeS_x)[14,15] and nickel sulfide (NiS_x)[13-17] have been explored as catalysts for photocatalytic or electrocatalytic HERs. Until now, the catalytic effect of nickel sulfides with different morphologies on HER has been extensively studied. The catalytic effect investigation of electrodeposited NiS_x films was performed under alkaline reaction media.[18] Qin et. al were synthesized noble-metal-free nickel sulfides with tunable NiS/Ni₃S₄ ratios and investigated electrocatalytic hydrogen evolution properties of these sulfides under neutral conditions.[19] The catalytic hydrogen evolution effect of transition metal dichalcogenides (ME₂, M=Fe, Co, Ni; E= S, Se) have been examined in acidic electrolyte.[10] Ni₃S₂ nanocomposite on multi-walled carbon nanotube has been worked on hydrogen evolution under alkaline electrolyte media and it has no sign for deactivation after 1000 cycles.[20] Structure dependent electrocatalytic activity of Ni_xS_y (NiS and Ni₃S₂) nanoparticle has been explored in both acidic and alkaline media.[21] Moreover, Jiang et. al has been synthesized NiS, NiS₂, and Ni₃S₂ by microwave-assisted solvothermal method and studied hydrogen evolution activity of these materials in strongly alkaline conditions.[22] Ni₃S₂ showed best catalytic activity due to biggest electrochemically active surface area among them.[22] Metal pyrites (MS₂, M=Fe, Co and Ni and their alloys)[13] and alloyed nickel sulfides with tungsten[23] and cobalt[24] have recently been studied electrocatalytic hydrogen evolution. In addition, nickel sulfides have been used as a co-catalyst on photocatalytic HER[25-29].In this study, Ni_xS_y/CNT nanocomposite has been selected as the catalyst because of the good

electrocatalytic activity. triethanolamine (TEOA) and Eosin-Y (EY) were used as an sacrificial electron donor and sensitizer in the photocatalytic hydrogen evolution.

2. Experimental Section

2.1. Materials:All chemicals were of analytical grade and used without further purification.hydrochloric acid (HCl, 37%), ethanol and thioacetamide (TAA) were obtained from Merck. CNT (Carbon content >95%; O.D. x L 6-9 nm x 5 μm), NiCl₂.4H₂O and triethanolamine (TEOA) were obtained from TCI. Ultra-pure water was used throughout the experimental process.

2.2. Synthesis of Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT composites:As a typical synthesis process, 2.5 mmol NiCl₂.6H₂O and 5 mmolthioacetamide (TAA) were mixed to a given amount of diethylene glycol (DEG) and distilled water. Then, the green mixture was placed into a 250 mL autoclave and was heated at 150° C for 5 h. The mixture was allowed to cool at room temperature for a period of time, washing was carried out to remove unreacted materials. Finally, the Ni_xS_y particles were dried at 80° C for 8 h. In the preparation of Ni_xS_y/CNT composite material; 0.1 g CNTs above was dispersed in 10 mL deionized water by ultrasonic treatment for 10 min. Then; preparation of the other mixture which 2.5 mmol NiCl₂.6H₂O and 5 mmol TAA were mixed to a given amount of DEG and distilled water, which dissolved to form a uniform solution by mixing was added to first solution. The obtained solution was transferred into a 250 mL autoclave and was heated at 150° C for 5 h. The mixture was allowed to cool at room temperature for a period of time; washing was carried out to remove unreacted materials. Finally, the Ni_xS_y/CNT composite was dried at 80° C for 8 h.

2.3. Photocatalytic Hydrogen Evolution:Photocatalytic experiments were carried out in the quartz glass flask with the total volume 135 mL. Light experiments have been carried out under solar simulator (Solar Light-XPS 300™) at room temperature (25±2 °C). EY and TEOA solutions were prepared in the ultra-pure water. These solutions were bubbled with nitrogen to remove oxygen in solutions and taken into the anaerobic glove box. The solution containing TEOA, EY and nanomaterials were integrated into the photocatalytic reaction cell. This cell sealed tightly with a rubber septum and sonicated to disperse. After the sonication process, the photocatalytic HER was begun under the visible light. During the reaction time, the aqueous mixture (TEOA, EY and nanomaterials) was stirred vigorously. Finally, the amount of evolved hydrogen in the headspace was measured by gas chromatography.

3. Results and Discussions

In this study, we synthesized Ni_xS_y nanoparticle and Ni_xS_y/CNT nanocomposite by modified hydrothermal method and characterized by X-ray diffraction (XRD), raman spectroscopy, scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive X-ray microanalysis (EDX) methods. Catalytic effect of these materials on HER at liquid/liquid interfaces have been examined by photocatalytic hydrogen evolution in the presence of (TEOA) and (EY) as the sacrificial electron donor and sensitizer, respectively. CNT materials can serve charge transport pathways to transfer electrons to each active sites of catalyst. CNT provides a fast and effective injection of electrons from DMFc to Ni_xS_y nanoparticle due to its 1-D structure. Figure 1 (a) and (b) show XRD patterns and composition distribution of Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT composite, respectively. Ni_xS_y nanoparticle can be seen from a shift in the dominant peak locations and diffraction planes from 34.4° (101), 60.5° (103), 62.5° (200), 64.9° (201), of the rhombohedral NiS (millerites) phase, other peaks at 34.5° (033), 45.6° (306), 53.3° (330) and 72.8° (066) were consistent with the hexagonal Ni₁₇S₁₈ phase. All the diffraction peaks of the Ni_xS_y nanoparticle were well matched with the JCPDS card number 01-089-7141 for the NiS (millerites) and 01-076-2306 for the Ni₁₇S₁₈ phase. On the other hand, all the diffraction peaks of the Ni_xS_y/CNT sample were well matched with the JCPDS card number 03-065-3686 for the rhombohedral NiS (millerites) phase, 01-076-2306 for the hexagonal Ni₁₇S₁₈, 00-058-1638 for the carbon nanotubes and 01-076-1813 for small amount of Ni₃S₄ (polydymite) phase, which can be seen from a shift in the dominant peak locations and diffraction planes from 25.9° (002) of the carbon nanotubes (hexagonal graphite structure)[30,31] phase, 30.3° (101), 32.2° (300), 35.7° (021), 37.3° (220), 40.4° (211), 48.8° (131), 50.1° (410), 52.6° (401), 56.2° (321), 57.4° (330), 59.7° (012), 67.3° (600) and 75.6° (431) of the rhombohedral NiS (millerites) phase, position of peaks and planes at 34.5° (033), 45.6° (306), 53.3° (330) and 73.5° (440) were consistent with the hexagonal Ni₁₇S₁₈ phase and as the last Ni₃S₄ (polydymite) phase, position of peaks and planes at 26.6° (220), 31.3° (311) and 38.0° (400), respectively (Figure 1). [32]

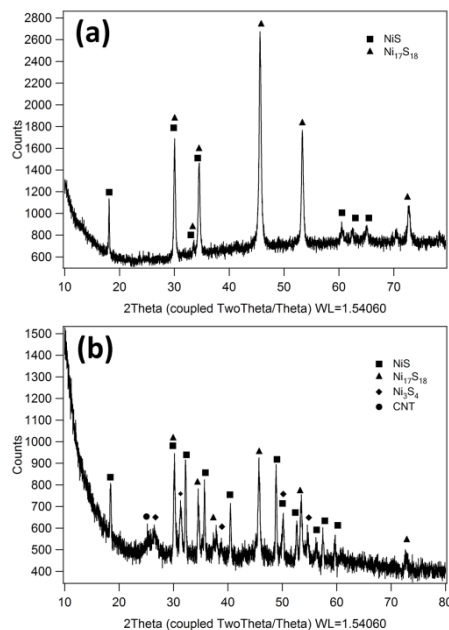


Figure 1. XRD spectra and composition distribution of Ni_xS_y (a) and Ni_xS_y/CNT (b) composite.

Figure 2 are given the characterization of the surface structures and morphology of the Ni_xS_y nanoparticle and Ni_xS_y/CNT nanocomposite. In figure 2(a), the Ni_xS_y is ball-like looking and clustered. Also, the presence of excess sulfur ions was preferred to react with more number of nickel ions in the reaction medium, which is resulted the formation of Ni₁₇S₁₈ phase with sheet-like morphology as shown in SEM images (figure 2(a)). Similar results were reported by Karthikeyan et al.. Further, surplus in the concentration of sulfur with the nickel to sulfur approximately ratio 1:2, stable phases of Ni₁₇S₁₈ and Ni₃S₄ with random frequent sheets composed hierarchy morphologies were created on the CNT surface [32].

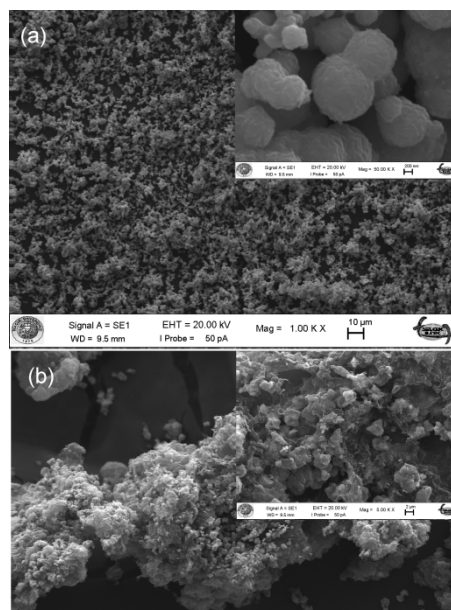


Figure 2. SEM images of Ni_xS_y (a) and Ni_xS_y/CNT (b) composite

Figure 3 shows the Raman spectra of CNT, Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT. D and G bands are observed as two peaks at 1347 and 1587 cm⁻¹ in the CNT, respectively; because of sp² hybridization in carbon. D band is related with structural irregularity of CNTs, which arises from the defects with low graphitization and the amorphous carbon on nanotube walls [31, 33]. It is generally known that the ID/IG ratio is showed the graphitization and the defect density of carbon based materials. [34] The intensity ratios of the D to G band (ID/IG) are 1.23 and 1.34 for CNT and Ni_xS_y/CNT. The defects on the surface of the CNT as proposed by the bigger ID/IG ratio, could allow the deposition of Ni_xS_y nanoparticle. Ni_xS_y/CNT nanocomposite is showed seven Raman peaks at 146, 246, 297, 348, 371, 1352 and 1587 cm⁻¹; the first five shows the Raman characteristics of Ni_xS_y nanoparticle, while the last two shows the C=C bond of CNTs. The first five peaks are shown as to E, A₁, A₁, E and A₁ modes of Ni_xS_y nanoparticle, respectively [35, 36]. The first five peaks don't shift and intensities of peaks decreased after the Ni_xS_y/CNT nanocomposite formation.

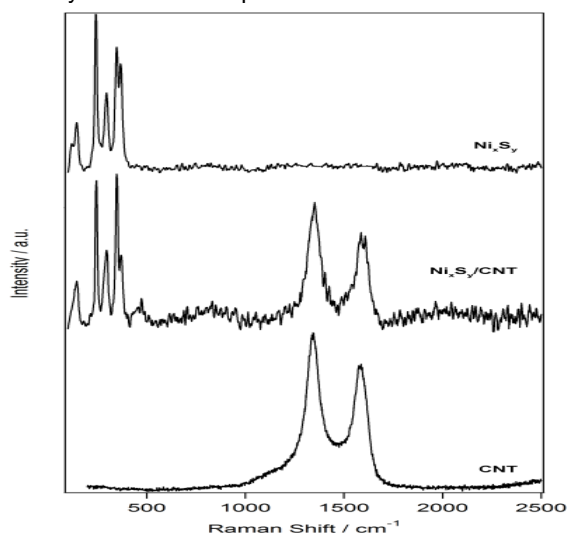


Figure 3. Raman spectra of CNT, Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT.

The photocatalytic hydrogen evolution activities of Ni_xS_y/CNT nanocomposite was investigated by using EY dye and TEOA as the photosensitizer and electron donor, respectively, under visible light irradiation ($\lambda \geq 420\text{nm}$). For the studied system, hydrogen evolution was not observed without any one of the components (eosin Y, TEOA and Ni_xS_y/CNT). Firstly, the effect of pH on the hydrogen evolution reaction (HER) was optimized by using Ni_xS_y nanoparticles and Ni_xS_y/CNT nanocomposite at various pH conditions ranging from 7.0 to 10.0 (figure 4). The optimum pH was found out to be 9, which is in accordance with our previous works [37,38].

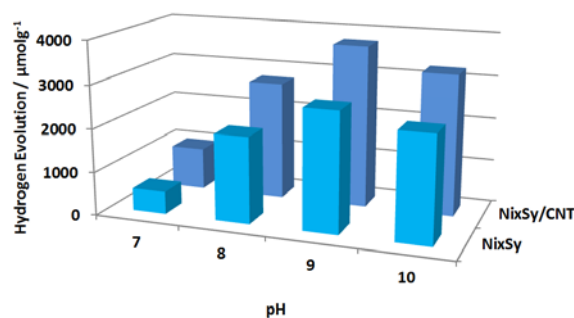


Figure 4. Effect of pH on the photocatalytic H₂ evolution activity from the system comprising Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT nanomaterials (10 mg), EY (3.25×10^{-4} M), and TEOA an electron donor (0.33 M) in H₂O over 1 h irradiation.

As shown in figure 5, the HER was studied with time from 1h to 3 h using TEOA, EY and Ni_xS_y/CNT nanocomposite at pH 9 in water under visible light irradiation. The amount of hydrogen was measured by the gas chromatographic analysis of 1 ml aliquots taken from the head space of the reaction vials. The HER rate of Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT nanomaterials was found to be 2750 μmolh⁻¹ and 3750 μmolg⁻¹h⁻¹, respectively. After 8 h visible light irradiation, the amount of produced hydrogen with Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT was 8600 μmolg⁻¹ and 16460 μmolg⁻¹, respectively. According to these results, the rate of hydrogen evolution for nanomaterials changes in the order of Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT. It may be possible that semiconducting nanowires [39], nanofibers [40,41,42] and nanotubes [42] are used to enhance charge transport in different energy applications such as photovoltaic devices and hydrogen evolution reactions.

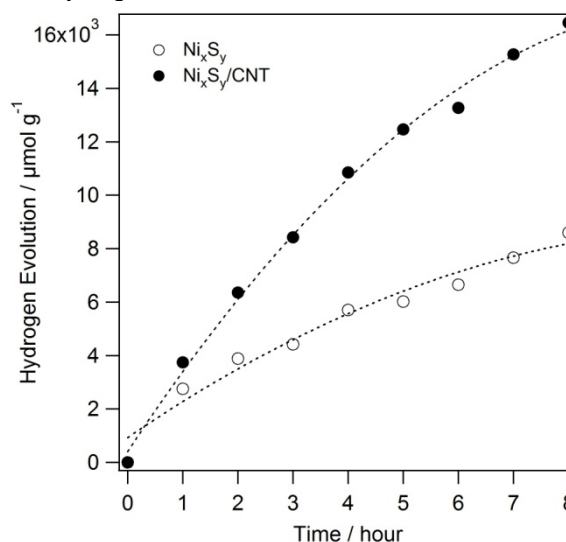


Figure 5. Photocatalytic hydrogen production of Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT nanomaterials (10 mg, EY (3.25×10^{-4} M) and TEOA (0.33 M) in 20 ml H₂O at pH=9).

Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT nanomaterials exhibit also more photostability during three hours in the photocatalytic hydrogen evolution reaction. The photostability difference of Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT nanomaterials may be assigned to the degradation behaviors of EY dye, which can be further investigated by UV-vis spectroscopy. As shown in figure 6, the characteristic absorption peak of EY at 520 nm shifts

to about 490 nm with the decreasing peak intensity after visible light irradiation, which can be attributed to the degradation of EY [43,44]. This shift can be also attributed to that some bromides of EY were removed and fluorescein-like species might be formed [45,46].

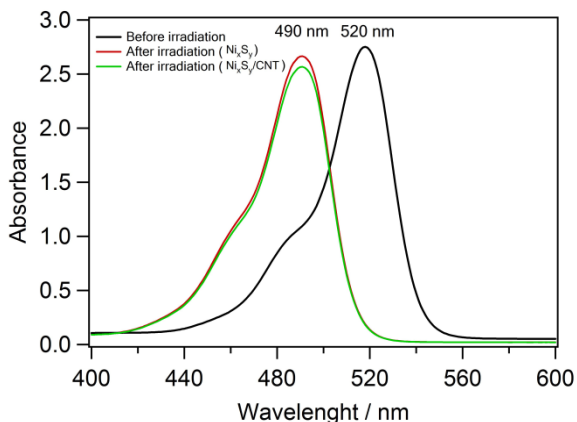


Figure 6. UV-vis absorption spectra of the solutions before and after photocatalytic hydrogen evolution.

4. Conclusions

Herein, the chalcogenide semiconductor nanomaterials are prepared by using the modified hydrothermal process followed. Characterization results indicate that the all fabricated nanomaterials confirm that they are pure and excellent morphology. These nanomaterials can play role of the catalyst for EY dye sensitized photocatalytic hydrogen evolution under visible light irradiation. The hydrogen evolution rate of nanofibers changes in the order of Ni_xS_y and Ni_xS_y/CNT , which could be assigned to the 1-D materials could enhance charge transport in the hydrogen evolution reaction. Such highly abundant and inexpensive materials present new opportunities for a variety of applications in the fields of energy conversion and storage.

References

- [1] T.F. Jaramillo, K.P. Jørgensen, J.H. Nielsen, S. Hørch, I. Chorkendorff, *Science*, 2007, 317, 100-102.
- [2] A.B. Laursen, S. Kegnaes, S. Dahl, I. Chorkendorff, *Energy Environ. Sci.*, 2012, 5, 5577-5591.
- [3] B. Hinnermann, P.G. Moses, J. Bonde, K.P. Jørgensen, J.H. Nielsen, S. Hørch, I. Chorkendorff, J.K. Nørskov, *J. Am. Chem. Soc.*, 2005, 127, 5308-5309.
- [4] D. Merki, X. Hu, *Energy Environ. Sci.*, 2011, 4, 3878-3888.
- [5] D. Merki, S. Fierro, H. Vrubel, X. Hu, *Chemical Science*, 2011, 2, 1262-1267.
- [6] Z.Z. Wu, B.Z. Fang, A. Bonakdarpour, A.K. Sun, D.P. Wilkinson, D.Z. Wang, *Applied Catalysis B: Environmental*, 2012, 125, 59-66.
- [7] D. Voiry, H. Yamaguchi, J.W. Li, R. Silva, D.C.B. Alves, T. Fujita, M.W. Chen, T. Asefa, V.B. Shenoy, G. Eda, M. Chhowalla, *Nature Materials*, 2013, 12, 850-855.
- [8] Y. Sun, C. Liu, D. C. Grauer, J. Yano, J. R. Long, P. Yang C. J. Chang, *J. Am. Chem. Soc.*, 2013, 135, 17699-17702.
- [9] H. Zhang, Y. Li, G. Zhang, T. Xu, P. Wan, X. Sun, *J. Mater. Chem. A*, 2015, 3, 6306-6310.
- [10] D. Kong, J. J. Cha, H. Wang, H. R. Lee, Y. Cui, *Energy Environ. Sci.*, 2013, 6, 3553-3558.
- [11] M. S. Faber, R. Dzedzic, M. A. Lukowski, N. S. Kaiser, Q. Ding, S. Jin, *J. Am. Chem. Soc.*, 2014, 136, 10053-10061.
- [12] S. Peng, N. Li, X. Han, W. Sun, M. Srinivasan, S. G. Mhaisalkar, F. Cheng, Q. Yan, J. Chen, S. Ramakrishna, *Angew. Chemie - Int. Ed.*, 2014, 53, 12594-12599.
- [13] M. S. Faber, M. Lukowski, Q. Ding, N. S. Kaiser, S. Jin, *J. Phys. Chem. C*, 2014, 118, 21347-21356.
- [14] D.S., Kong, J.J., Cha, H.T., Wang, H.R. Lee, Y. Cui, *Energy Environ. Sci.*, 2013, 6, 3553-3558.
- [15] A. Ivanovskaya, N. Singh, R.F. Liu, H. Kreutzer, J. Baltrusaitis, T.V. Nguyen, H. Metiu, E. McFarland, *Langmuir*, 2013, 29, 480-492.
- [16] X. Wu, B. Yang, Z. Li, L. Lei, X. Zhang, *RSC Adv.*, 2015, 5, 32976-32982.
- [17] C. Tang, Z. Pu, Q. Liu, A. M. Asiri, Y. Luo, X. Sun, *Int. J. Hydrogen Energy*, 2015, 40, 4727-4732.
- [18] T. Valand, T. Burchardt, T. Grontoft, *International Journal of Hydrogen Energy*, 2002, 27, 39-44.
- [19] Z. Qin, Y. Chen, Z. Huang, J. Su, Z. Diao, L. Guo, *J. Phys. Chem. C*, 2016, 120, 14581-14589.
- [20] T.-W. Lina, C.-J. Liua, C.-S. Dai, *Applied Catalysis B: Environmental*, 2014, 154-155, 213-220.
- [21] D. Y. Chung, J. Woo Han, D.-H. Lim, J.-H. Jo, S. J. Yoo, H. Lee, Y.-E. Sung, *Nanoscale*, 2015, 7, 5157-5163.
- [22] N. Jiang, Q. Tang, M. Sheng, B. You, D. Jiang, Y. Sun, *Catal. Sci. Technol.*, 2016, 6, 1077-1084.
- [23] L. Yang, X. Wu, X. Zhu, C. He, M. Meng, Z. Gan, P. K. Chu, *Applied Surface Science*, 2015, 341, 149-156.
- [24] D. Ansovini, C. J. J. Lee, C. S. Chua, L. T. Ong, H. R. Tan, W. R. Webb, R. Rajab, Y.-F. Lim, *J. Mater. Chem. A*, 2016, 4, 9744-9749.
- [25] Z. Chen, P. Sun, B. Fan, Z. Zhang, X. Fang, *J. Phys. Chem. C*, 2014, 118, 7801-7807.
- [26] Y. Lu, D. Chu, M. Zhu, Y. Dua, P. Yang, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 2015, 17, 17355-17361.
- [27] Q. Wanga, G. Yun, Y. Bai, N. An, Y. Chen, R. Wanga, Z. Lei, W. Shangguan, *International Journal of Hydrogen Energy*, 2014, 39, 13421-13428.
- [28] J. Hong, Y. Wang, Y. Wang, W. Zhang, R. Xu, *ChemSusChem*, 2013, 6, 2263 - 2268.
- [29] M. Liu, Y. Chen, J. Su, J. Shi, X. Wang, L. Guo, *Nature Energy*, 2016, 1, Article number: 16151.
- [30] I.D. Rosca, F. Watari, M. Uo, T. Akasaka, *Carbon* 2005, 43, 3124 - 3131.
- [31] T.A. Saleh, *Applied Surface Science*, 2011, 257, 7746 - 7751.
- [32] R. Karthikeyan, M. Navaneethan, J. Archana, D. Thangaraju, M. Arivanandhan, Y. Hayakaw, *Dalton Trans.*, 2014, 43, 17445-17452.
- [33] F. Tuinstra, J.L. Koenig, *J. Chem. Phys.* 1970, 53, 1126 - 1130.
- [34] A.M. Rao, E. Richer, S. Bandow, B. Chase, P.C. Eklund, K.A. Williams, S. Fang, K.R. Subbaswamy, M. Menon, A. Rhess, R.E. Smalley, G. Dresselhaus, M.S. Dresselhaus, *Science*, 1997, 275, 187 - 191.
- [35] J. W. Anthony, R. A. Bideaux, K. W. Bladh, M. C. Nichols (1990) *Handbook of Mineralogy, Mineral Data Publishing, Tucson Arizona, USA*, by permission of the Mineralogical Society of America

- [36] F. Guillaume, S. Huang, K. D. M. Harris, M. Couzi, D. Talaga, *Journal of Raman Spectroscopy*, 2008, 39, 1419–1422.
- [37] M.K. Gonce, M. Dogru, E. Aslan, F. Ozel, I. HatayPatir, M. Kus, M. Ersoz, *RSC Adv.*, 2015, 5, 94025-94028
- [38] M. K. Gonce, E. Aslan, F. Ozel and I. HatayPatir, *ChemSusChem*, 2016, 9, 600-605.
- [39] Z. Wu, J.B. Neaton, J.C. Grossman, *Nano Lett.*, 2009, 9, 2418–2422.
- [40] V. Thavasi, G. Singha, S. Ramakrishna, *Energy Environ. Sci.*, 2008, 1, 205-221.
- [41] S. K. Choi, S. Kim, J. Ryu, S. K. Lim and H. Park, *Photochem. Photobiol.Sci.*, 2012, 11, 1437.
- [42] T. J. Macdonald, D. D. Tune, M. R. Dewi, C. T. Gibson, J. G. Shapter, T. Nann, *ChemSusChem* 2015, 8, 3396.
- [43] P. Kush, K. Deori, A. Kumar and S. Deka, *J. Mater. Chem. A*, 2015, 3, 8098-8106.
- [44] X. Zhang, Z. Jin, Y. Li, S. Li and G. Lu, *J. Colloid Interface Sci.*, 2009, 333, 285-293.
- [45] R. Abe, K. Hara, K. Sayama, K. Domen, H. Arakawa, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 137, 2000, 63–69.
- [46] K. Kimura, T. Miwa, M. Imamura, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, 1970, 43, 1329-1336.

EFFECT OF PARTICLE SIZE OF CALCIUM CARBONATE ON THE SHORT-TERM TENSILE CREEP PROPERTIES OF POLYPROPYLENE BLOCK COPOLYMER

Bülent AYDEMİR^a, Şenol ŞAHİN^b, Tülin ŞAHİN^b

^a TUBITAK UME, Kocaeli, TURKEY, E-mail: bulent.aydemir@tubitak.gov.tr

^b Kocaeli University, Department of Mechanical Engineering, Kocaeli, TURKEY, E-mail: sensah@kocaeli.edu.tr, tulsah@kocaeli.edu.tr

Abstract

The study examined creep properties according to two parameters: stress level and calcium carbonate (CC) particle size. Stress levels were selected from the stress below the yield strength. The stress levels are at 8 MPa, 16 MPa. The CC mineral's average particle size is 1.65 µm, 2.15 µm, 5 µm. The PPB/CC composite materials are prepared at constant quantities of CC with content of 17.5 percentage of the volume ratio (or 38.89% in weight). Among the stuffed materials, the increased particle size reduces the maximum creep elongation. Additionally, as increases of particle size, decreases the energy level.

Keywords: Creep, PPB, Particle size, Calcium carbonate

1. Introduction

Development of rigid polypropylene (PP) composites highly filled with CC provides a great commercial significance because of increased performance of polymeric material, cost, and improved properties of materials. Mineral fillers play an important role as particle reinforcing agents in thermoplastics industry, especially talc and calcium carbonate [1]. Modification of filler not only contributes to reinforcement but is also very useful in increasing the interaction of particles to impart rheological properties, prevent sedimentation, aid dispersion, or prevent agglomeration [2,3,4].

The tensile creep behavior or/and tensile creep rupture [5] of polypropylene block copolymer (PPB) and its micro particle mineral filled PPB composite materials is still one of the least understood failure mechanisms and is also still unclear. The mechanical properties of filled polymers have been widely studied [6,7,8,9]. In addition to this work, the design engineer of plastic component parts are needed more than just short-term stress-strain data for anticipating long term deformation behavior. For example, the useful service lifetime of the molded part is curtailed by onset of excessive creep deformation, leading to ultimate creep rupture. Consequently, there have been significant efforts by researchers to correlate creep strain with stress-temperature-time parameters that suit end-use constraints imposed on material design.

The short time creep and relaxation behavior of the polymers is quite important for lifetime prediction of the components [10,11]. The aim of this study was examined of stress level and particle size of calcium carbonate on the short term tensile creep properties of PPB under uniaxial tensile loading.

2. Materials and Methods

2.1. Material

In this study, the PPB raw material, which has a commercial name of BorECO™ BEC5015 (Borealis A/S), with a density of 900 kg/m³ and 0.3 g/10 min (230°C/2.16 kg) melt flow rate (MFR) has been used. The other mechanical properties of PPB from the manufacturer are given as 1500 MPa tensile modulus, 30 MPa tensile stress at yield and 10% tensile yield elongation, which are measured according to ISO 527-2 [12] on standard injection moulded specimens.

As fillers, three calcium carbonate (CC) filler material with density of 2700 kg/m³ and 1.65 µm (CC1), 2.15 µm (CC2) and 5.00 µm (CC3) average particle sizes, which the commercial names are in same order Mikrocarb-1, Mikrocarb-2X and Mikrocarb-5 (Mikro Mineral Endüstriyel Mineraller San. ve Tic. A.Ş.), were used. The white micronized CC minerals manufacturer information's were given in Table 1.

Table 1. Manufacturer information's of minerals

Particle Size	Unit	Typical Value		
		CC1	CC2	CC5
Average dia., d(0.5)	µm	1.65	2.15	5.00
Top Cut, d(0.97)	µm	7.50	11.60	28.00
Below 2 µm [min.]	%	57	48	30
Sieve 45 µm [max.]	%	0.01	0.01	0.1

The composite raw materials were manufactured with physical modification method at constant quantities of CC with content of 17.5 percentage of the volume ratio (or 38.89% in weight). For the PPB/CC composite raw materials production, a twin-screw extruder (Coperion Werner and Pleiderer ZSK 25 P8.2 E WLE) with screw-ratio (L/D) of 45 and screw length (L) of 1125 mm was used. The production of the composite raw materials has been performed with fixed parameters and, under the conditions specified in Table 2.

Table 2. Composite raw materials production parameters

	Unit	Value
Barrel zones temp.	°C	220-230-240-240-240-240-240-240-245 (die)
Screw speed	rpm	750
Production capacity	kg/h	25
Cooling water temp.	°C	30

The multipurpose test specimens of pure PPB and CC filled PPB composite materials were injection moulded using an injection moulding machine (ARBURG ALLROUNDER 370 CMD) with 25 mm of screw diameter (D) and screw ratio (L/D) of 20. The injection moulding process has been carried out according to ISO 294-1 [13] and with the fixed parameters under the conditions of 1450 bar of injection pressure, 650 bar of hold pressure, 60s of hold time, 225°C / 220°C / 220°C / 215°C of zones temperatures from the feeding zone to the nozzle zone, 225°C of melt temperature and 30°C of water temperature for mould cooling. The multipurpose test specimens Type-1A according to ISO 3167 [14] are directly injected moulded, on the dimensions of 216 mm x 10 mm x 4 mm (see figure 1) in a two cavity Type-A ISO tensile mould with T-runner according to ISO294-1.

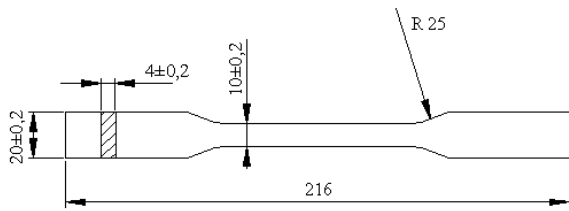


Figure 1. The dimensions of the samples (mm)

2.2. Methods

The experiments were conducted with a Zwick Z250 tensile machine at the National Metrology Institute (UME) in TUBITAK. The standard test method for creep characterization is ASTM D2991 [15].

Table 3. The uniaxial tensile test properties of pure PPB and PPB/CC composite materials

Sample Name	Young's Module [MPa]	Stress at		Strain at	
		Yield	Break	Yield	Break
		[MPa]		[mm/mm]	
Pure PPB	1708,41	29,34	21,78	0,071	2,860
PPB/CC1	2842,83	21,79	18,54	0,030	2,375
PPB/CC2	3084,42	22,16	18,88	0,033	1,210
PPB/CC5	3355,10	21,38	18,56	0,038	3,256

The specimen was gripped by jaws and applied to preload. Then, extensometer was automatically attached on its and remained on throughout the entire test. Gage length of extensometer was applied 50 mm. Each group was tested with 3 samples. All samples were tested under identical testing protocols. To investigate the behavior of pure PPB and PPB/CC composite materials, the following experiments were performed: Firstly, uniaxial loading and unloading at E-3 1/s strain rates. Secondly, relaxation at different stress levels, 8 MPa and 16 MPa for 600 s.

The uniaxial tensile test properties of pure PPB and PPB/CC composite materials were given in Table 3.

3. Results and Discussions

For a short time creep description of material behavior of particle size of different CC in PPB polymer composites, constant force and total elongation were performed at different stress levels. 8 MPa stress level was chosen because it is below the yield point stress. 16 MPa stress

level point is approximately mean of yield stress. As seen in Fig. 2, increasing strain level increases creep time.

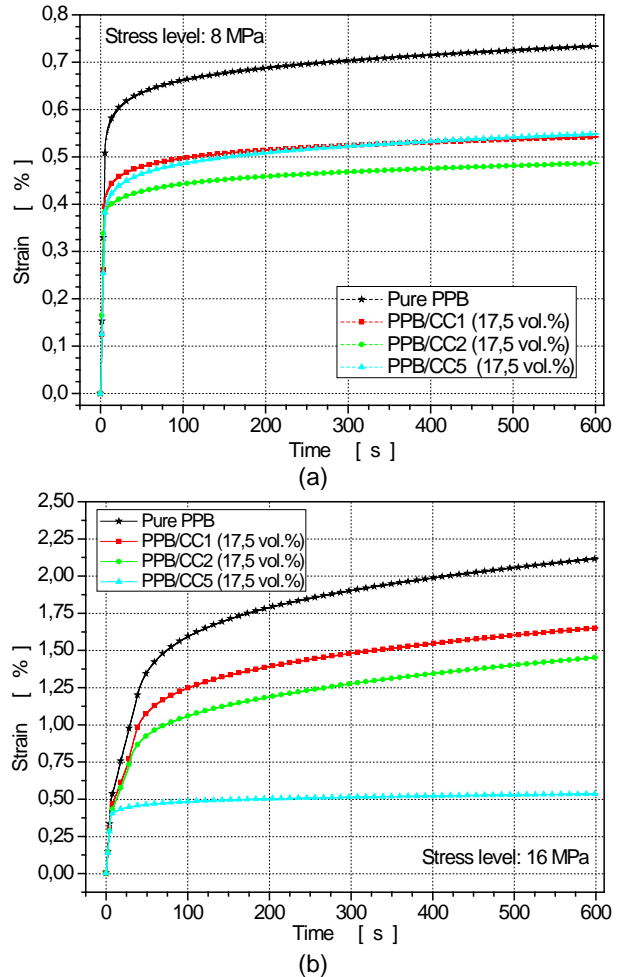


Fig. 2. Strain-Time Curves of PPB at 650 psi, 23°C Creep Strain versus Time. a) 8 MPa , b) 16 MPa.

Aydemir 2012, Dusunceli et al 2007 and Dusunceli et al 2008, Sahin et al 2017 [10,11,16,17] studies were found similar results for PP and PE material. The primary creep at the stress values of 8 MPa and 16 MPa appeared. The material shows resistance to deformation. The tertiary creep level was not observed due to short creep time. The primary creep at the stress values of 8 MPa and 16 MPa appeared. The material shows resistance to deformation.

As the stress value increases, the creep increases in value (Fig. 3). The behavior of the stress-strain curves in the creep results of the materials of all particle sizes (1.65 µm, 2.15 µm, 5 µm) is the same at both stress levels. Irregular creep characteristics are observed with the effect of agglomeration at the size of 5 µm.

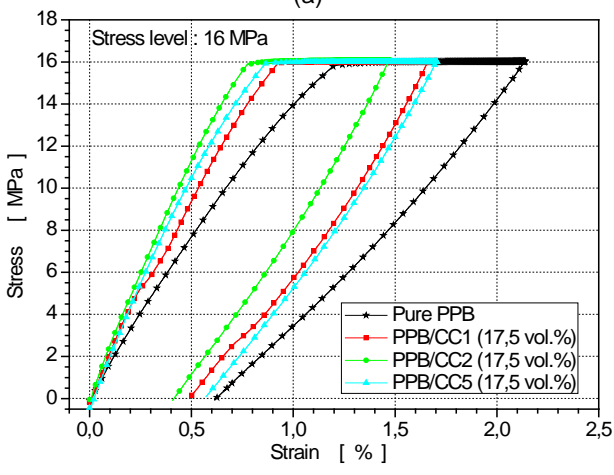
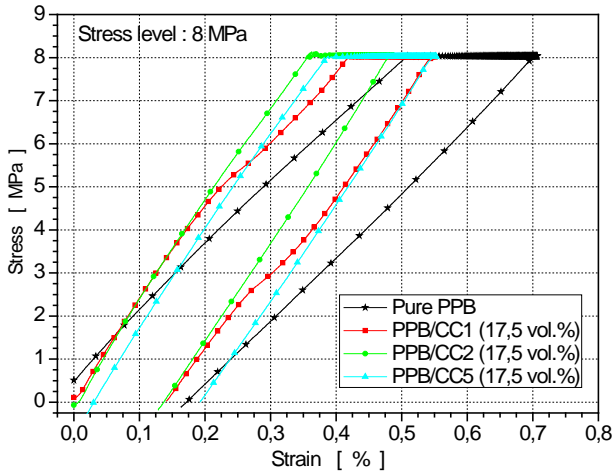


Fig. 3 . Tensile-Creep Curve of PPB for different stress level and particle size of CC (at 600s, 23°C). a) 8MPa b) 16 MPa

Stress-strain curves for the tests are show that Fig 3. When the stress level is doubled, the average creep increases as the particle size increases. In pure material this value is 4.8 while it is 5.5 in the largest particle size. Fig 4 shows the area below the Fig 3 curves.

The absorbed energy is increasing with increasing stress level and the absorbed energy is decreasing with amount of fill. In addition, as the particle size increases, the energy level decreases. At 8 MPa, the particle size absorbed energy is reduced by 37 %. Due to the close yield stress at 16 MPa stress level, irregularity due to particle size is observed.

As seen Fig.5, the increased stress level increases the creep elongation. In the experiments performed below the yield stress, both at increasing stress level and particle filler, the creep elongation decreases as the particle size increases.

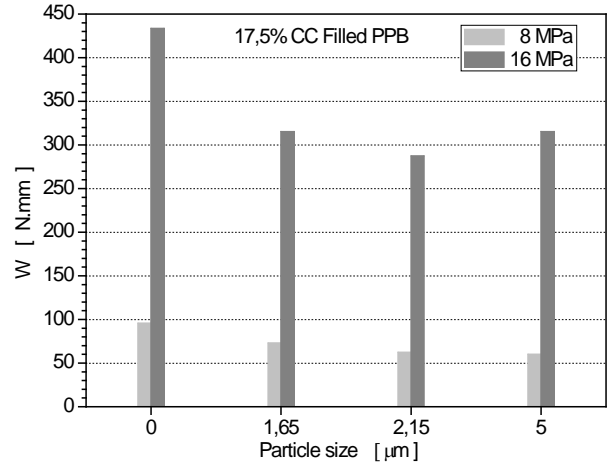


Fig. 4. . Absorbed energy (W) of pure PPB and PPB/CC composites at 8 MPa, 16 MPa stress levels

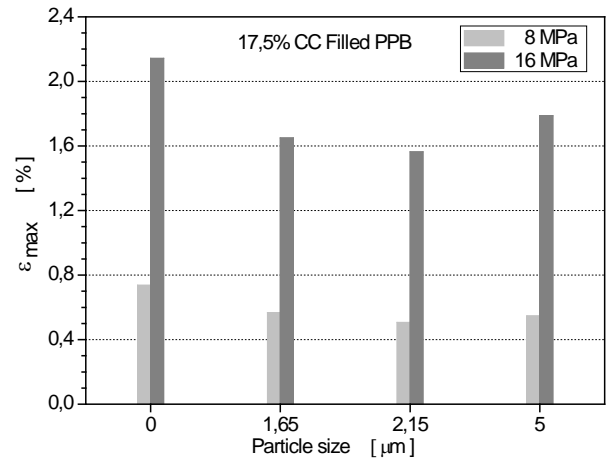


Fig. 5. The percentage of maximum strain values (ϵ_{max}) of pure PPB and PPB/CC composites at 8 MPa, 16 MPa stress levels.

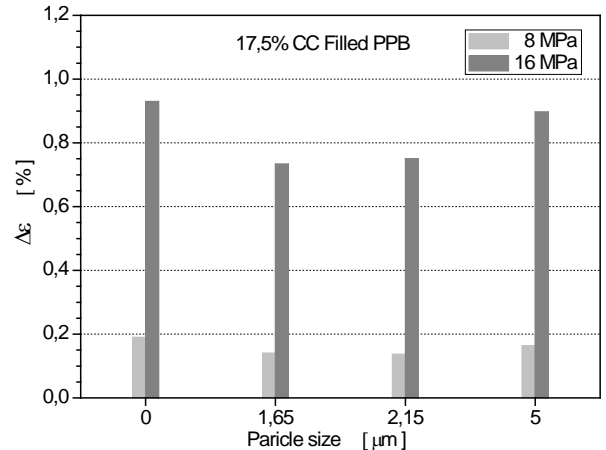


Fig. 6. The percentage of strain drop ($\Delta\epsilon$) of pure PPB and PPB/CC composites at 8 MPa, 16 MPa stress levels

As seen Fig. 6, the percentage of creep falls with filling. At particle size residual stress level, the decrease in percent elongation is increasing. However, there is uncertainty in the creep results due to the distribution of the highest particle size and the influence of the production parameters. This uncertainty is more evident since 16

MPa is more effective than the stress level particle size parameter.

As a result of the study,

- The strain levels were found to increase approximately 5 times as stress levels rose.
- The particle size chosen for creep properties is less effective than filling the effect. The particle size was chosen for the creep properties.
- The loading-unloading behaviors of all specimens are highly nonlinear.
- Increasing the stress level increases the percentage of strain drop.
- Filling PPB material with CC reduces the absorbed energy.
- Additionally, As Pukanszky expressed [18], the effect of agglomeration and production parameters on large particle sizes is thought to cause uncertainty in the experimental results.

[18] Pukanszky B. In: Karger-Kocsis J, editor. Polypropylene: structure, blends and composites. London: Chapman & Hall, Chapter 1; 1995.

References

- [1] Barnes, H. A.; Hutton, J. F.; Walters, K. An Introduction to Rheology; Elsevier Science: Amsterdam, 1989.
- [2] Zuiderduin, W. C. J.; Westzaan, C.; Huetink, J.; Gaymans, R. J. Polymer, 44, 261, 2003.
- [3] Campbell, Les E. Characterization of long-term creep-fatigue behavior for glass fiber-reinforced polypropylene. Pp 532 , Edited by Harutun G. Karian, Marcel Dekker, USA
- [4] Jansen, J. Plastics Engineering, July August, 2015.
- [5] Pukanszky, B. Particulate filled polypropylene: structure and properties.. Polypropylene Structure, blends and composites, Chapman&hall, ISBN: 0412614308, vol 3, Part 1 edited by J. Karger-Kocsis, 1995.
- [6] Harutun, G. Karian, Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composite, second edition, Marcel Dekker USA, pp 469, 2003.
- [7] H.P. Schlumpf, Plastics Additives Handbook, Stabilizers, Processing Aids, Plasticizers, Fillers, Reinforcements, Colorants for Thermoplastics. Edited by R.Gachter and R.Müller pp534, Hanser publishers, 3rd edition, ISBN:3446156801,1990.
- [8] Meng Deng, Jack Zhou, J Mater Sci: Mater Med, 17: 365–369., 2006.
- [9] Akhtar, S. Khan, Oscar Lopez-Pamies, International Journal of Plasticity 18, 1359–1372, 2002.
- [10] Aydemir, B, Elastomere und Kunststoffe (Elastomers And Plastics), Sep (2012), pp 35-38.
- [11] Dusunceli, N., Colak, O.U.; Mech Time–Depend Mater, 2007; 10; 4; 331-345
- [12] EN ISO 527-2, Plastics - Determination of tensile properties - Part 2: Test conditions for moulding and extrusion plastics, 1996
- [13] ISO 294-1. Plastics-Injection Moulding Of Test Specimens Of Thermoplastics Materials (Part1),1996.
- [14] ISO 3167. Plastics-Multipurpose Test Specimens, 2014.
- [15] ASTM D2991, Recommended Practice for Testing Stress-Relaxation of Plastics, 1984
- [16] Dusunceli, N., Colak, O.U.; Inter. J Plasticity; 2008; 24; 1224-1242
- [17] Şahin, Ş, Aydemir, B, Şahin, T, 7th International Advances in Applied Physics And Materials Science Congress & Exhibition ,93, 2017.

CHARACTERIZATION OF THE COATINGS PERFORMED BY USING WC-Co ELECTRODE ON Ti6Al4V ALLOY WITH ELECTROSPARK DEPOSITION TECHNIQUE

ELEKTRO-SPARK BİRİKTİRME TEKNİĞİYLE Ti6Al4V ALAŞIMI ÜZERİNDE WC-Co ELEKTROT KULLANILARAK GERÇEKLEŞTİRİLEN KAPLAMALARIN KARAKTERİZASYONU

Kemal Korkmaz*, Salim Levent Aktuğ
Gebze Teknik Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, 41400, Gebze, Türkiye

*korkmazk@gtu.edu.tr, saktug@gtu.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, Elektro-spark Biriktirme (ESD) yöntemiyle Ti6Al4V alaşımı üzerinde WC-Co elektrotlar kullanılarak kaplama deneyleri gerçekleştirilmiştir. Akım şiddeti 200 A ve darbe süresi 120 µs olan elektrik darbelerinin kullanıldığı kaplama deneyleri açık hava ortamında yapılmıştır. Deney şartlarının kaplama prosesine etkileri araştırılmış ve oluşturulan kaplamaların mikro-yapı ve faz analizleri de XRD, SEM ve EDX çalışmaları ile gerçekleştirilmiştir. Yaklaşık 65 µm kalınlıklar elde edilen kaplamalarda, altlık Ti6Al4V alaşımına göre hem mikro-sertlik hem de aşınma dirençlerinde önemli ölçüde artışların olduğu gözlemlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Kaplama, Elektro-spark Biriktirme, Titanyum, Tungsten-karbür.

Abstract

In this study, coating experiments were carried out on the Ti6Al4V alloy by using WC-Co electrodes with Electro-spark Deposition (ESD) method. The coating experiments, in which electrical pulses with amplitude currents of 200 A and pulse duration of 120 µs were used, were performed in the open-air environment. The effects of the test conditions on the coating process were investigated and microstructure and phase analyzes of the coatings were also carried out by XRD, SEM and EDX studies. In coatings with thicknesses of approximately 65 µm, it has been observed that there are significant increases in both microhardness and wear resistance compared to the Ti6Al4V alloy substrate.

Keywords: Coating, Electro-spark Deposition, Titanium, Tungsten-carbur.

1. Giriş

Titanyum ve alaşımlarının yüksek mukavemet-ağırlık oranı, korozyon direnci, yüksek ergime dereceleri ve biyoyumumluluk gibi özelliklere sahip olmaları onları uzay-havacılık, denizcilik, spor ve biyomedikal gibi birçok endüstri sahasında karşımıza çıkmasını sağlamıştır [1,2]. Ancak hayli yüksek ve kararsız sürtünme katsayısı, güçlü yapışma eğilimi ve düşük fretting aşınma direnci gibi zayıf tribolojik özellikleri ve sıcak klorlu çözeltiler gibi oldukça agresif ortamlardaki düşük korozyon direnci bu malzemelerin kullanım alanlarını sınırlar [3,4]. Buna karşın bu tür sorunları aşmak için bazı yüzey

mühendisliklerine başvurulmuştur. İyon aşılama, termal oksidasyon, kimyasal veya fiziksel buhar biriktirme veya çift katmanlı yüzey işlemleri titanyum ve alaşımlarının yüzey özelliklerini geliştirilmede başarılı olmuştur [5-8]. Ancak bu tür proseslerde genellikle yüksek sıcaklıklara veya yüksek vakum oluşturmaya gerek vardır ve bu şartları sağlamak için pahalı ekipmanlara ihtiyaç duyulur.

Elektro-spark biriktirme (electro-spark deposition, ESD) yöntemi metalik bir altlık üzerine ultra sert (seramik esaslı) kaplamalar oluşturmak için kullanılan bir yüzey modifikasyon tekniğidir. Bu yöntem, elektrot (anot) bir malzemenin küçük eriyik halde kütleler koparıp karşı tarafta altlık (katot) bir yüzeyde biriktirmek için yüksek akımlı düşük voltajlı ve çok kısa süreli elektriksel darbeler kullanılması prensibi ile çalışmaktadır [9,10]. Bu yöntemde altlık malzemeye giren toplam ısı göreceli olarak düşüktür ve neredeyse altlık malzeme ortam ile aynı sıcaklıkta kalır. Böylece altlığın metalürjik yapısı değişmeden aynı kalır ve ısı kaynaklı bozulmalar minimize edilmiş olur. Çünkü hızlı katılaşma için ısı çabucak uzaklaşabilmektedir. Bütün bunlar yüksek yoğunluklu, oldukça sert, dayanıklı ve son derece ince taneli bir yapıya sahip kaplamalar elde etmemizi imkanı sunar. Bu avantajlarının yanında bu processe kullanılan ekipmanlar oldukça ucuz, pratik ve portatiftir [11].

Mevcut çalışmada, ESD metodunun kendine özgü özelliklerinden faydalanarak ve WC-Co elektrot kullanarak Ti6Al4V alaşımı üzerine açık havada kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kaplamaların karakterizasyonu için çeşitli testler uygulanarak kaplamalı ve kaplamasız Ti6Al4V alaşımının tribolojik özellikleri incelenmiştir.

2. Deneysel Prosedür

Mevcut çalışmada ESD tekniği kullanılarak Ti6Al4V altlık üzerinde WC(92)-Co(8) elektrot malzemesinden biriktirilmiştir. Kaplama sırasında 2x4 mm² kesit alanına sahip çubuk şeklindeki WC-Co elektrot 10x10x5 mm³ boyutlarındaki Ti6Al4V altlık üzerinde gezdirilmiştir. Kullanılan ESD kaplama cihazı özel üretim olup darbe jeneratörü 180 W güce ve 40 V sabit çıkış gerilimine sahiptir. Basit bir R-C devresinden ibaret olan klasik darbe jeneratörlerinden farklı olarak özel bir yazılım ile desteklenen bu sistem bilgisayar kontrolü ile bir takım transistörlerin komut edilmesi ile istenen formda akım

darbesinin oluşturulabilmesini imkan sağlayabilmektedir. Öyleki, 100-1550 μ s etki sürelerinde ve 100-800 A akım şiddetlerinde dikdörtgen, üçgen veya karma şeklinde darbeler üretilebilmektedir. ESD kaplama sistemi hakkında daha detaylı bilgiler önceki çalışmalarda mevcuttur [9,10]. Mevcut sistem ile önceki bir diğer çalışmada [12] Ti6Al4V altlık - WC-Co elektrot çifti için kaplama prosesinin optimum elektriksel parametreleri açık hava koşullarında çalışılmış ve akım şiddeti 200 A ve darbe etki süresi 120 μ s olarak belirlenmiştir. Bu çalışmada da bu parametrelerden faydalanılmıştır. Deneyler esnasında kullanılan elektriksel parametreler Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. ESD prosesin parametreleri.

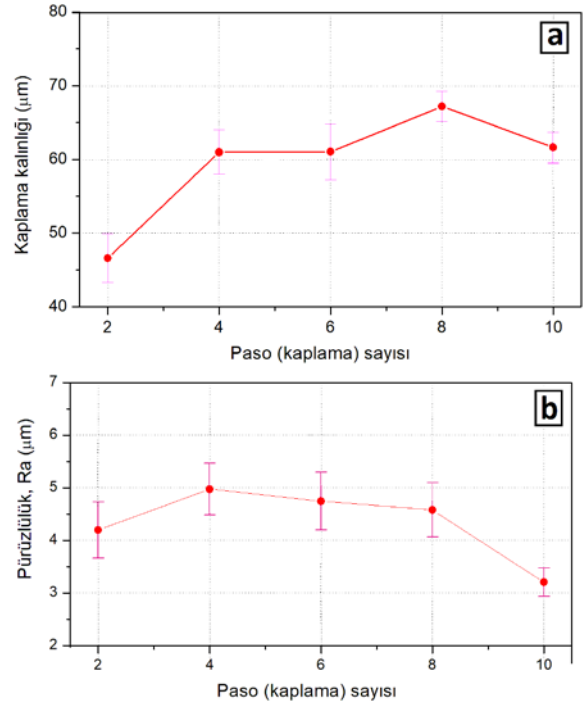
Darbe Formu	Dikdörtgen
Darbe akım şiddeti (amper)	200
Darbe süresi (μ s)	120
Elektriksel yük (mC)	3000
Elektrotlar arası Gerilim (V)	17
Elektrot tutucu titreşimi (Hz)	100
Kaplama hızı ($\text{cm}^2/\text{saniye}$)	1/60

2 ila 10 paso (kaplama sayısı) arasında gerçekleştirilen kaplama deneyleri sonrası numunelerin kaplama kalınlıkları Eddy akım ölçüm tekniği ile çalışan bir Fischer Duoscope MP40 cihazı yardımı ile ölçülmüştür. Yüzeylerden rasgele seçilen 10 farklı noktadan alınan ölçümlerin ortalaması ve standart sapması hesaplanmıştır. Yine aynı şekilde rasgele kaplı numunelerin yüzey pürüzlülükleri 0,01 μ m hassasiyete sahip bir profilometre (SJ-400 Mitutoyo) ile ölçülerek ortalamaları alınmıştır. Seçilen bazı numunelerin yan kesit görüntüleri Taramalı Elektron Mikroskop (SEM, Philips XL30 SFEG) yardımıyla araştırılmıştır. Bu numuneler bakalıte alınmadan önce hassas bir kesicide kesildikten sonra 800, 1000 ve 1200 lük SiC emdirilmiş zımpara kağıtlar ile yüzeyleri aşındırılarak hazırlanmıştır. Ayrıca kapla-manın faz kompozisyonunu, mikro-yapısı ve elemental dağılım analizlerini yapabilmek için X-ışını difraktometre (XRD, Rigaku DMAX 2200) cihazı ve SEM cihazına bağlı bir EDX dijital kontrol birimi (EDX detektör 15 kV'de çalışırken) kullanılmıştır. XRD pattern ölçümleri dalga boyu (λ) 0.1541 nm olan $\text{Cu-K}\alpha$ radyasyonu içinde 20° - 90° aralığında ve 2°dak^{-1} tarama hızında gerçekleştirilmiştir. Kaplama tabakalarının kesit incelemelerinde, optik mikroskop (Zeiss Axio Imager M1m) ve sertlik ölçümlerinde mikro sertlik cihazından da (Anton Paar MHT-10) faydalanılmıştır. Mikro sertlik analizlerinde 20 g yük 5 saniye kadar uygulanmıştır. Standart bir ball-on-disk tribometer (CSM Instruments) cihazında kaplanmış ve kaplanmamış numunelerin aşınma davranışı incelenmiştir. Kuru kaydırma aşınma deneyleri, açık hava şartlarında, oda sıcaklığında ve % 50 ± 2 nem ortamında, 6 mm çapında alümina bir top üzerinde 5 N sabit bir yük uygulayarak 200 m kaydırma mesafesi boyunca gerçekleştirilmiştir. Aşınma testleri sonrasında, aşınma katsayısını (miktarını) saptamak için aşınma izlerinden hacimsel olarak kayıpları bir optik profilometre (DEKTAK 8, Advanced Development Profilometer Veeco) yardımıyla ölçülmüştür.

3. Bulgular ve Tartışma

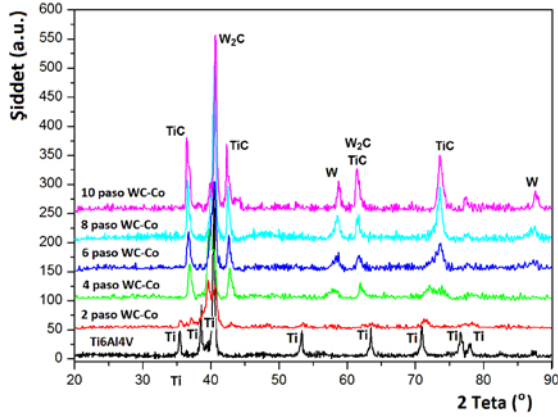
Etki süresi 120 μ s ve akım şiddeti 200 A olan darbeler uygulanarak ESD proses ile kaplanan numuneler her 2 kat

kaplamadan sonra karakterize edilmiştir. Şekil 1 de uygulanan paso (kaplama) sayısının kaplama kalınlığına ve yüzey pürüzlülüğüne etkisi verilmektedir. Açık hava koşullarında yapılan ESD kaplama prosesinde artan kaplama sayısı ile kaplama kalınlığı artmış olup en yüksek değere 8. kaplamada ulaşılmıştır. 8. kaplama da açık havada yaklaşık 67 μ m ye ulaştıktan sonra kaplama kalınlıklarında düşüş gözlemlenmektedir. ESD kaplama prosesinin doğası gereği [10-12], kaplama kalınlığını arttırmada uygulanan kaplama süresinde veya sayısında bir sınır söz konusu olup, bu noktadan sonra prosese devam edilmesi mevcut kaplamanın kalınlığını arttırmaktan ziyade kaplamaya zarar vermektedir. Bu tür süresizlikler kaplamanın yüzey pürüzlülüğü ve kalitesi içinde geçerlidir. Kaplamada oluşabilen sert ve dielektrik seramik tabakalar prosesin sürekliliğini ortadan kaldırmaktadır ve yüzeyde biriktirilen kaplama malzemesi süreç boyunca elektrot malzemesine benzeyerek kaplama prosesin verimliliğini düşürmektedir.

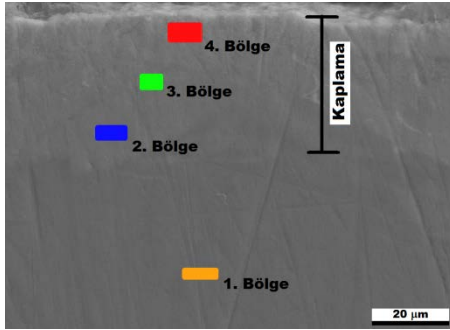


Şekil 1. Paso (kaplama) sayısına göre kaplama kalınlığı ve pürüzlülüğü değişimi.

ESD proses ile Ti6Al4V altlık numuneye WC-Co elektrot kullanılarak yapılan kaplama deneylerinde, her defasında iki kat uygulandıktan sonra numuneler üzerinde XRD analizleri yapılmış olup fazların gelişimi incelenmiştir (Şekil 2). Kaplanmış yüzeylerde belirgin olarak W_2C , TiC ve W fazlarının olduğu tespit edilmiş ve bu fazların uygulanan paso sayısı ile arttığı anlaşılmıştır.



Şekil 2. ESD yöntemi kullanılarak WC-Co elektrot ile 2 ila 10 kat (paso) kaplanmış Ti6Al4V altlık numunelere ait XRD analiz sonuçları.



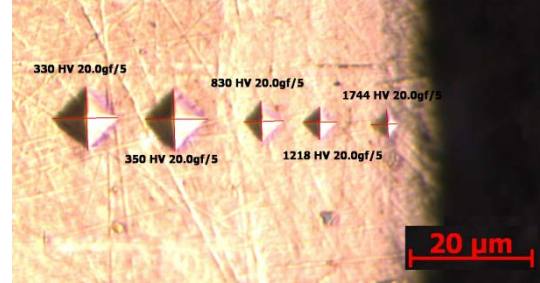
Şekil 3. ESD ile kaplanmış bir numunenin yan kesiti üzerinde EDX analizleri yapılan 4 farklı bölge. (1.bölge altlık, 3 ve 4. bölgeler kaplama üzerinden ve 2. bölge kaplama ile altlık arasındaki ara yüzeydir).

Çizelge 2. ESD ile kaplanmış bir numunenin yan kesit üzerinde 4 farklı bölgeden alınan EDX analiz sonuçları

	1.bölge	2.bölge	3.bölge	4.bölge
Element				
	Ağırlıkça (%)			
Ti	86,59	54,93	47,62	30,27
Al	7,72	5,77	4,88	3,50
V	5,69	4,04	3,26	2,37
W	-	26,34	34,59	52,03
C	-	3,18	3,46	4,72
Co	-	3,34	2,92	4,77
O	-	1,40	1,64	0,67
N	-	1	1,63	1,67

Şekil 3 ve Çizelge 2 de kaplanmış bir numunenin hassas kesici ile kesildikten sonra yan kesiti üzerinde EDX analizleri yapılan bölgeleri ve analiz sonuçları verilmektedir. 1. bölge tamamiyle Ti6Al4V altlık kisminda olduğu için sadece Ti, Al ve V elementleri görülmektedir. 3. ve 4. bölgelerde elektrot ve altlık malzemelere ait tüm elementler mevcut olup, bu sonuç kaplamanın tamamıyla elektrot ve altlık malzemelerinin bir alaşımı halinde olduğunun bir göstergesidir. Ayrıca O ve N elementleri de tespit edilmiş olup, bunların mevcudiyetinin sebebinin kaplama prosesinin açık havada gerçekleşmesi sonucu olduğu aşikardır. Ancak miktarlarının XRD analizlerinde tespit edilemeyecek kadar az olduğu görülmektedir.

Şekil 4 de kaplı bir numunenin yan kesitten alınmış sertlik izlerinden oluşmuş bir profil görülmektedir. Altlık malzemenin mikro sertlik değeri 350 HV iken kaplı numunede kaplama yüzeyine doğru sertlik değerleri artmakta ve en yüksek değer olarak yaklaşık olarak 1744 HV değerine ulaşmaktadır.



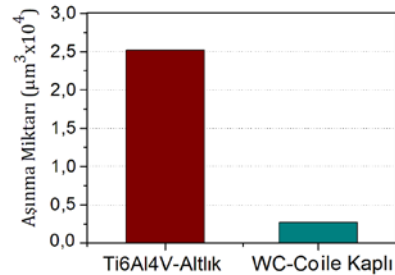
Şekil 4. ESD ile kaplanmış numunenin yan kesitten alınmış sertlik izlerinin değişimi.

Altlık numune ve kaplanmış numuneler 5 N yük altında 200 m mesafede kuru kaydırma (sliding wear) testlerine maruz bırakılmıştır. Bu testler sonucunda her numune için aşınma hızları ve miktarları da tespit edilmiştir. Çizelge 3'de aşınma hızları ve ortalama sürtünme katsayıları görülmektedir. En yüksek sürtünme katsayısı, 0,409, ve en fazla aşınma hızı, $85,56 \times 10^{-5} \text{ mm}^3 / \text{N} / \text{m}$, kaplanmamış numunede görülmüştür.

Çizelge 3. 5 N yük ve 200 m kaydırma mesafesinde elde edilen aşınma test sonuçları.

Numuneler	Aşınma Hızı ($\text{mm}^3 / \text{N} / \text{m}$)	Sürtünme Katsayısı
Ti6Al4V-Altlık	$85,56 \times 10^{-5}$	0,409
ESD ile kaplı	$9,14 \times 10^{-5}$	0,211

Kaplamasız ve kaplamalı numunelerin aşınma testleri sonucu oluşan izlerinden elde edilen hacimsel aşınma kayıpları Şekil 5'de verilmektedir. Altlık malzeme Ti6Al4V numunede aşınma miktarı $25166,9 \mu\text{m}^3$ iken ESD proses ile WC kaplanmış numunede $2689,3 \mu\text{m}^3$ 'e kadar düşmektedir.



Şekil 5. Kaplamamalı ve kaplamasız numunelerin aşınma testleri sonuçları.

Bu sonuçlara göre altlık Ti6Al4V malzemenin yüzeyi üzerinde WC-Co elektrot kullanılarak ESD ile oluşturulan kaplamanın aşınmaya karşı bir direnç kazandırdığı görülmektedir.

4. Sonular

Bu alıřmada ESD tekniđi ile Ti6Al4V altlık zerine WC-Co elektrot kullanılarak aık hava řartlarında bařarılı bir řekilde kaplamaları yapılmıřtır. Kaplama deneylerinde Ti6Al4V altlık-WC-Co elektrot ifti iin paso (kaplama) sayısının kaplama kalınlıđına ve przllđne etkisi incelenmiř olup ayrıca kaplamaların karakteristik zellikleri arařtırılmıřtır. Arařtırmalar sonucu elde edilen nemli ıktılar ařađıda sıralanmıřtır;

- st ste yapılan kaplamalarda en yksek kalınlık 67 m olarak 8. pasoda edilmiřtir. 8. kattan sonra prosesin devamının kaplama kalınlıđını arttırmaktan ziyade mevcut kaplamaya zarar verdiđi anlařılmıřtır.
- Kaplamada W₂C ve TiC gibi olduka kararlı ve sert fazlar elde edilmiř olup bu fazların kaplanmış numunelerin sertlik ve ařınma direncini kayda deđer řekilde arttırdıđı gzlemlenmiřtir. yleki mikro-sertlik deđerindeki artıř, altlık malzemeye gre yaklařık 5 kat gerekleřmiř ve yzeyde yaklařık 1744 HV deđerlerine ulařılmıřtır.
- Ayrıca Ti6Al4V malzemenin, ESD tekniđiyle WC-Co ile kaplanması sonucu ařınma hızında bariz bir azalma sađlanmış ve ařınma direnci yaklařık 9 kat artmıřtır.

Kaynaklar

- [1]Leyens C and Peters M, Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications, Weinheim, Germany: Wiley-VCH, 2003.
- [2] Froes, F.H. and Jones, R.H., Light Metal Age, In: 14. International Titanium Application Conference and Exhibition, , USA, p. 117, 1999.
- [3]Bell, T. and Dong, H., Tribological enhancement of titanium alloys, In: Proceedings of the First Asian International Conference on Tribology, State Key Laboratory of Tribology ed.; Tsinghua University Press: Beijing, China, p. 421-427, 1998.
- [4]Shoosmith D.W. and Noel J.J., Corrosion of Titanium and its Alloys, in Shreir's Corrosion, vol 3: Corrosion and Degradation of Engineering Materials, Tony J.A. Richardson, Eds. Manchester, UK, Elsevier, p. 2042-2052, 2010.
- [5]Ikeyama, M; Nakao, S; Morikawa, H; Yokogawa, Y, Increase of surface hardness induced by O, Ca or P ion implantation into titanium, Surface and Coatings Technology, 128-129, p. 400-403, 2000.
- [6]Y. Liu, Z. Ye, D. Yang, S. He, Thermal Oxidized Coating on Surface of Titanium Alloy for Improvement of Tribological Properties in Vacuum, Advanced Tribology, p. 614-617, 2010.
- [7]T. Bell, H. Dong, Y. Sun, Realising the potential of duplex surface engineering, Tribology International, Vol. 31, 1-3, p. 127-137, 1998.
- [8]H. Dong, Y. Sun, T. Bell, Enhanced corrosion resistance of duplex coatings, Surface and Coatings Technology, Vol. 90, 1-2, p. 91-101, 1997.
- [9]K. Korkmaz and A.V. Ribalko, Effect of pulse shape and energy on the surface roughness and mass transfer in the electrospark coating process, Kovove Materialy-Metallic Materials, Vol. 49, 4, p. 265-270, 2011.

[10]A.V. Ribalko, K. Korkmaz, O. Sahin, Intensification of the anodic erosion in electrospark alloying by the employment of pulse group Surface and Coatings Technology, Vol. 202, 15, p. 3591-3599, 2008.

[11]R.N. Johnson and G.L. Sheldon, Advances in the electrospark deposition coating process, Journal of Vacuum Science & Technology A, Vol. 4, p. 2740-2748. 1986.

[12]K. Korkmaz, A.V. Ribalko, O. Sahin, The effect of mass transfer between electrodes in the electrospark alloying process of titanium alloys with hard materials, Kovove Materialy-Metallic Materials, Vol. 51, 5, p. 283-289. 2013.

TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF BRAKE FRICTION MATERIALS CONTAINING ULEXITE AND BORAX ÜLEKSİT VE BORAKS İÇEREN FREN SÜRTÜNME MALZEMELERİNİN TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİ

Banu Sugözü, B. Barış Buldum, İlker Sugözü

Mersin Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Mersin, Türkiye
E-posta: banusugozu@gmail.com E-posta: barisbuldum@mersin.edu.tr E-posta: ilkersugozu@mersin.edu.tr

Özet

Dünyada en büyük bor rezervlerine sahip olan ülke Türkiye'dir. Doğada 150'den fazla bor minerali olmasına rağmen boraks, kolemanit ve üleksit ticari açıdan daha çok değerlendirilir. Literatürde fren sürtünme malzemelerinde bor minerallerinin kullanımını araştıran çok az çalışma mevcuttur.

Bu çalışmada üç farklı miktarda (kütlece %4, %8 ve %12) boraks ve üleksit ikilisini içeren numuneler üretilmiş ve gri dökme demir diskin kullanıldığı tam ölçekli bir fren balata cihazında test edilmiştir. Numunelerin yoğunluğu Arşimet prensibine göre, sertliği ise Rockwell (HRL) sertlik ölçme cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Her numunenin test öncesi ve sonrası ağırlıkları belirlenerek özgül aşınma oranı TSE 555 standardına göre hesaplanmıştır. Sonuçlar, boraks ve üleksitin sürtünme materyalleri üzerinde ideal uygulama etkisine sahip olduğunu ve sürtünme malzemeleri için yeni bir düzenleyici olduğunu ortaya koymuştur.

Anahtar kelimeler: Sürtünme, aşınma, boraks, üleksit, fren balatası

Abstract

Turkey has biggest boron reserves in the world. Although there are more than 150 boron minerals in nature, mainly economical boron minerals are borax, colemanite and ulexite. A limited number of studies investigating brake friction materials containing boron minerals are available in the literature.

In this study, three brake lining samples containing borax and ulexite differing in amount (4, 8 and 12 wt.%) were produced and tested on a full scale brake dynamometer with a gray cast iron rotor disc. The brake linings were characterized by measuring their hardness and density. The weights of each specimen was taken before and after the friction test, and the specific wear rate was determined in accordance to a TSE 555 (1992) standard. The results indicated that borax and ulexite have ideal application effect in friction materials and is a kind of novel modifier for friction materials.

Keywords: Friction, wear, borax, ulexite, brake lining

1. Giriş

Fren sürtünme malzemeleri genel olarak bağlayıcılar, fiberler, sürtünme düzenleyiciler ve dolgu malzemeleri olmak üzere dört grupta sınıflandırılabilir. Bağlayıcılar, yüksek sıcaklıklara karşı oksidasyon direnci ve termal kararlılığı yüksek olan sıvı veya toz formundaki yapıştırıcılardır. Fiberler, takviye malzemeleri veya güçlendiriciler olarak da bilinir. Sürtünme düzenleyiciler aşındırıcı (abrazif) olan ve aşındırıcı olmayan olarak ikiye ayrılır ve balataların sürtünme ve mekanik özelliklerini artırma veya iyileştirme görevi yaparlar. Dolgu malzemeleri ise balataların üretilebilirliğini arttırmak ve maliyeti azaltmak için kullanılır.

Bor, gübre sanayisinden ilaç sanayisine, kimya sanayisinden otomobil sanayisine kadar nükleer endüstri dahil pek çok alanda kullanılan önemli bir madendir. Dünyada bor rezervlerinin %65'ine sahip olan ülkemiz, dünya üretiminin %32'sini gerçekleştirmektedir. Bor elementinin yaklaşık 150 minerali olmasına rağmen ticari açıdan boraks, kolemanit, üleksit, kernit, probertit ve szaibelyite daha çok kullanılmaktadır.

Literatürde fren sürtünme malzemeleri olarak çok çeşitli malzemelerin kullanılabilirliği araştırılmasına rağmen bor ürünleri ile ilgili çalışmalar nispeten çok azdır. WanNik ve arkadaşları [1] fren balatalarının performansında sürtünme düzenleyici olarak borun ekileri adlı çalışmalarında farklı miktarlarda bor ilave ederek ürettikleri numuneleri test etmişler ve sürtünme performansı açısından en iyi kombinasyonu belirlemeye çalışmışlardır. Mutlu ve arkadaşları [2] fren balatalarında boraks ve borik asidin etkilerini deneysel olarak incelemişler ve borik asit ile boraksın fren balatası komponenti içerisine katılması durumunda asbestin özelliklerini karşılayan alternatif malzeme olabileceğini belirtmişlerdir. Sugözü [3] bor katkılı asbestsiz fren balatası üretimi ve frenleme karakteristiğinin incelenmesi konusunda doktora tezi hazırlamıştır.

Bu çalışmada bor minerallerinden boraks ve üleksitin fren sürtünme malzemeleri olarak kullanılabilirliği deneysel çalışmalar yapılarak araştırılmıştır. Üç farklı miktarda (kütlece %4, %8 ve %12) boraks ve üleksit ikilisini içeren numuneler üretilmiş ve tam ölçekli bir fren balata cihazında test edilmiştir.

2. Materyal ve Metot

Fren balata kompozitlerini oluşturmak için kullanılan malzemelerin cinsi, şekli, boyutu ve miktarının doğru seçimi aşınma ve sürtünme özelliklerini belirlemede

önemli rol oynamaktadır. Öncelikle fren balata numunelerini oluşturan malzemeler belirlenmiştir. Malzemeler belirlenirken literatür, maliyet ve temin etme kolaylığı göz önüne alınmıştır. Kullanılan malzemelerin % kütsel miktarları Çizelge 1'de gösterilmiştir. ÜB4, ÜB8 ve ÜB12 numune isimleridir.

Çizelge 1 Balata numunelerinde kullanılan malzemelerin miktarları (% kütsel).

Malzeme	Miktar (% kütsel)		
	ÜB4	ÜB8	ÜB12
Reçine	20	20	20
Çelik yünü	5	5	5
Maun cevizi tozu	10	10	10
Pirinç talaşı	5	5	5
Grafit	3	3	3
Bakır talaşı	6	6	6
Alümina	8	8	8
Üleksit	4	8	12
Boraks	4	8	12
Barit	35	27	19

Balatayı oluşturan her bir malzemenin fonksiyonu vardır. Bu çalışmada kullanılan malzemelerin fonksiyonları Çizelge 2'de belirtilmiştir.

Çizelge 2 Balata numunelerinde kullanılan malzemelerin fonksiyonları.

Malzeme	Fonksiyon
Reçine	Bağlayıcı malzeme (yapıştırıcı)
Çelik yünü	Takviye malzemesi (elyaf)
Maun cevizi tozu	Sürtünme düzenleyici
Pirinç talaşı	Sürtünme düzenleyici
Grafit	Katı yağlayıcı
Bakır talaşı	Sürtünme düzenleyici
Alümina	Aşındırıcı (Abrazif)
Üleksit	Sürtünme düzenleyici
Boraks	Sürtünme düzenleyici
Barit	Dolgu malzemesi

Otomotiv fren balatası, farklı özelliklere sahip malzemelerin toz haline getirilip preslenmesi ile oluşan kompozit bir malzemedir. Kimyasal ve mekanik özellikleri, içerdiği malzeme oranlarına göre değişmektedir. Bu yüzden bir balata malzemesi tasarımında, kompozisyonu oluşturan malzemelerin ve oranlarının tespiti oldukça önemli ve karmaşık bir konudur. Fren balatasının üretimi de en az kompozisyonu kadar özelliklerin tespitinde ve değişiminde rol oynar. Çünkü üretim esnasında malzeme özellikleri değişmekte ve kompozisyonlar aynı olsa bile farklı üretim parametreleri ile üretilen balatalar çok farklı özellikler sergileyebilmektedir [4].

Üretim işleminden önce Çizelge 1'de miktarları verilen toz malzemeler 0.001 g hassasiyetindeki terazi kullanılarak belirlenmiştir. Tartılan malzemeler toz karıştırma cihazının haznesine aktarılmıştır. Karışımın homojenliğini sağlamak için numune içeriği, özel olarak imal edilmiş toz karıştırma cihazında 150 rpm de 10 dakika boyunca karıştırılmıştır. Elde edilen karışım, 25.4 mm çapındaki soğuk pres kalıbına dikkatli bir şekilde yerleştirilerek oda sıcaklığında 8000 kPa basınç altında 2 dakika boyunca preslenmiştir. Sıcak presleme aşamasında numuneler 10

dakika boyunca hidrolik pres yardımıyla 10000 kPa basınca maruz bırakılmıştır. Sıcak pres kalıpları alt ve üst tablolardan elektrik enerjisi kullanılarak 150 °C sıcaklık elde edilene kadar ısıtılmıştır. Üretilen numunelerin üretim parametreleri Çizelge 3'de verilmiştir.

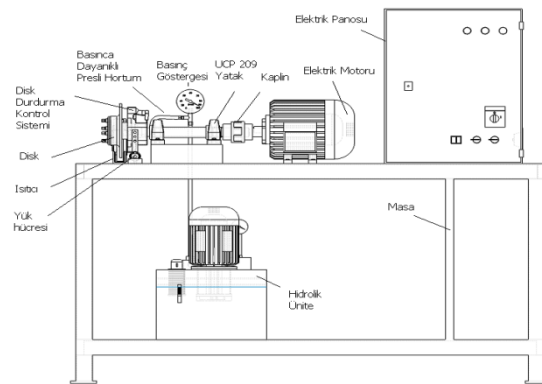
Çizelge 3 Balata numunelerinin üretim parametreleri.

	Süre (dk)	Basınç (kPa)	Sıcaklık (°C)
Karıştırma	10	-	-
Ön şekillendirme	2	8000	ortam sıcaklığı
Sıcak presleme	12	10000	150

Numunelerin sertlik ölçümleri Rockwell (HRL) sertlik ölçüm cihazı ile tespit edilmiştir. Sertlik ölçme işlemleri batıcı uç olarak 6.35 mm çapında çelik bilya ile ön yükleme olarak 10 kgf ve tam yükleme olarak 60 kgf yük uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Numunelerin yoğunluk ölçümleri, su içerisinde Arşimet prensibi kullanılarak belirlenmiştir.

Deneyler sırasında balatanın fren diskine sürtünmesi sonucunda sürtünme yüzeyi sıcaklığı artmaktadır. Sıcaklık artışının sürtünme katsayısı üzerindeki etkisini incelemek amacıyla temassız (infrared) termometre ile balatanın diske sürtünme yüzeyinden yaklaşık 2 cm mesafeden diskin yüzey sıcaklığı ölçülmüştür. Sıcaklık ölçümünde her saniye veri alabilen dijital bir termometre kullanılmıştır. Cihaz sayesinde diskin yüzey sıcaklığı, deney süresince saniye olarak bilgisayar ortamına otomatik olarak aktarılmıştır [5].

Numunelerin aşınma ve sürtünme katsayısı gibi özelliklerini elde etmek amacıyla TS 555 (Karayolu Taşıtları-Fren Sistemleri-Balatalar-Sürtünmeli Frenler İçin) [6] standardında atıf yapılan TS 9076'a (Karayolu Taşıtları-Fren Sistemleri-Fren Balataları-Malzeme Sürtünme Özelliklerinin Küçük Deney Parçaları ile Değerlendirilmesi) uygun [7] deneyler gerçekleştirilmiştir. Buna göre öncelikle 310 rpm, 700 kPa basınç ve sıcaklık 100 °C'yi aşmayacak şekilde numunenin diske yüzey teması en az %95 oluncaya kadar alıştırma işlemi yapılmıştır. Böylece yüzey, deneye hazır hale getirilmiştir.



Şekil 1. Sürtünme test cihazının şematik çizimi [8].

Numuneler, çapı 280 mm ve sertliği 116 HB olan gri dökme demir diskin kullanıldığı, Şekil 1'de şematik çizimi verilen tam ölçekli bir fren balata cihazında test edilmiştir.

Cihaz tamamen bilgisayarla kontrol edilebilir ve veri toplama yazılımı içermektedir.

TS 555'e göre sürtünme katsayısı (1) ve (2) numaralı formüller ile hesaplanmıştır:

$$\mu = \frac{F}{N} \quad (1)$$

$$N = p A \quad (2)$$

Denklemlerde μ sürtünme katsayısını, F sürtünme kuvvetini, N balata yüzeyine gelen normal kuvveti, p frenleme hidrolik basıncını, A pistonun yüzey alanını göstermektedir. Numunelerin özgül aşınma oranı ise TS 555'e göre aşağıdaki formül ile hesaplanmıştır:

$$V = \frac{1}{2 \pi R} \frac{m_1 - m_2}{n F \rho} \quad (3)$$

Denklem (3)'de V özgül aşınma miktarını, R balatanın merkezi ile diskin merkezi arasındaki mesafeyi, n test boyunca diskin toplam dönme sayısını, m_1 balatanın test öncesi kütesini, m_2 balatanın test sonrası kütesini, F ortalama sürtünme kuvvetini, ρ balatanın yoğunluğunu göstermektedir. Balata numunelerinin sürtünme kararlılığı (%) denklem (4)'e hesaplanmıştır [9]:

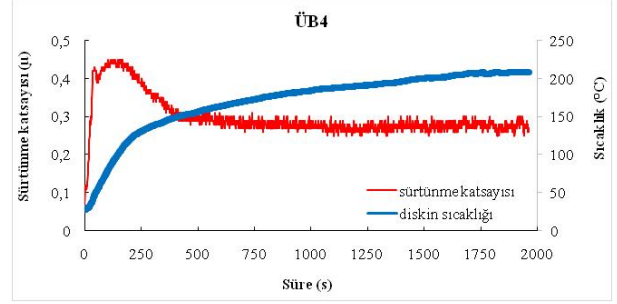
$$FS = (\mu_{ort} / \mu_{maks}) \times 100 \quad (4)$$

Denklem (4)'de μ_{ort} ortalama sürtünme katsayısını, μ_{maks} ise en yüksek sürtünme katsayısını göstermektedir.

3. Bulgular

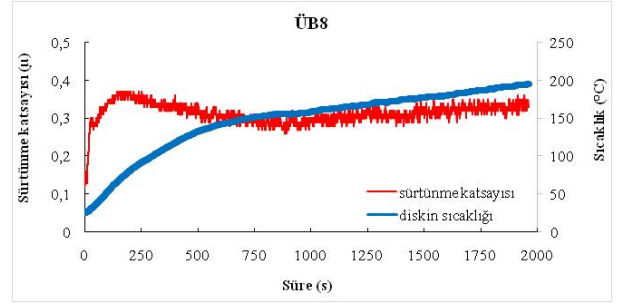
Fren sürtünme malzemelerinin sürtünme katsayısı fren performansını etkileyen önemli bir parametredir ve durma mesafesi, gürültü eğilimi, feyd, fren kaynaklı titreşim gibi çeşitli fren olaylarını anlamak için kullanılabilir [10].

Numunelerin sürtünme süresine bağlı olarak sıcaklık ve sürtünme katsayısı değişimleri Şekil 2, Şekil 3 ve Şekil 4'de gösterilmiştir. Şekillerde, sürtünme katsayısının testin başlangıcında düşük olmasının sebebi, uygulanan basıncın ani olarak değil giderek artan şekilde etki etmesidir. Ani basınç uygulaması, balataların hasar görmesine neden olacağından basınç artışı kademeli olarak sağlanmıştır. Ayrıca testin başlangıcında balata ile disk alışma (rodaj) sürecindedir ve sürtünme kuvvetinin etkili olduğu sürtünme tabakaları henüz oluşmamıştır [5]. Fren balatalarından istenen en önemli özelliklerden biri frenleme esnasında sürtünmeden dolayı açığa çıkan ara yüzey sıcaklığındaki artışa bağlı olarak sürtünme katsayısındaki değişimin minimum seviyede olmasıdır.



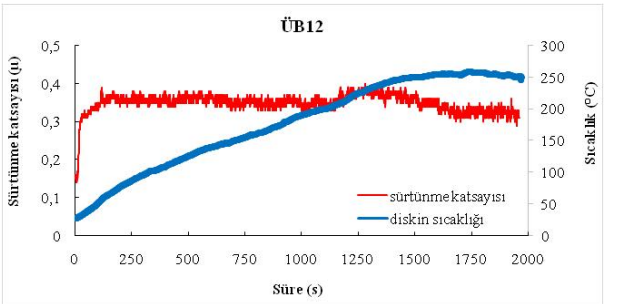
Şekil 2. Kütlice %4 üleksit ve boraks içeren numunenin sürtünme katsayısı-sürtünme süresi-sıcaklık grafiği (basınç 1050 kPa, hız 6 m/s, süre 30 dk)

Şekil 2 kütlice %4 üleksit ve boraks içeren numunenin sürtünme süresine göre sürtünme katsayısı ve zaman grafiğini göstermektedir. Testler boyunca elde edilen en yüksek sürtünme katsayısının 0,45, en yüksek sıcaklığın ise 209 °C olduğu görülmüştür. Numunenin sürtünme kararlılığı yaklaşık %66 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 3. Kütlice %8 üleksit ve boraks içeren numunenin sürtünme katsayısı- sürtünme süresi-sıcaklık grafiği (basınç 1050 kPa, hız 6 m/s, süre 30 dk)

ÜB8 kodlu kütlice %8 üleksit ve boraks içeren numunenin sürtünme süresine göre sürtünme katsayısı ve zaman grafiği Şekil 3'de gösterilmiştir. Testler esnasında disk ile balata arayüzeyinde oluşan en yüksek sıcaklık 195 °C'dir. Balata numunesinin en yüksek sürtünme katsayısı değeri ise 0,37'dir. Bununla birlikte sürtünme kararlılığının yaklaşık %84 olduğu görülmüştür.



Şekil 4. Kütlice %12 üleksit ve boraks içeren numunenin sürtünme katsayısı- sürtünme süresi-sıcaklık grafiği (basınç 1050 kPa, hız 6 m/s, süre 30 dk)

Şekil 4 kütlice %12 üleksit ve boraks içeren numunenin sürtünme süresine göre sürtünme katsayısı ve zaman grafiğini temsil etmektedir. Testlerde elde edilen en yüksek sürtünme katsayısı 0,4 iken disk ile balata arasında meydana gelen en yüksek sıcaklık 258 °C'dir. Sürtünme kararlılığı yaklaşık %87 olarak hesaplanmıştır. Literatüre

göre sürtünme kararlılığı (%) değeri mümkün olduğunca yüksek ve 100'e yakın olmalı, elde edilen eğrinin eğim ve dalgalanmaları ise düşük seviyede olmalıdır [9].

Çizelge 4 Balata numunelerinin özellikleri.

Numune Kodu	Özgül aşınma oranı (cm ³ /Nm)	Ortalama sürtünme katsayısı	Rockwell sertlik (HRL)	Yoğunluk (g/cm ³)
ÜB4	2.791×10 ⁻⁶	0.3	99	2.147
ÜB8	3.681×10 ⁻⁶	0.311	95	2.056
ÜB12	4.727×10 ⁻⁶	0.35	80	1.852

Fren sürtünme malzemelerinin sürtünme katsayısı ve özgül aşınma oranı fren performansını etkileyen önemli parametrelerdir. Frenleme performansı açısından sürtünme katsayısının yüksek, özgül aşınma oranının ise düşük olması istenir. TS 555 standardına göre fren balatalarının sürtünme katsayısı 0.25 değerinden küçük olmamalıdır. Çizelge 4 incelendiğinde ortalama sürtünme katsayısı en yüksek olan numunenin kütlece %12 üleksit ve boraks içeren ÜB12 isimli numune olduğu görülmektedir. Ayrıca numunelerin sertlikleri ve yoğunlukları arasında doğru orantı olduğu tespit edilmiştir. Sertlik ve yoğunluk arasındaki ilişki literatür ile uyumludur.

4. Sonuçlar

Bu çalışmada, bor minerallerinden üleksit ve boraksın fren balatası içeriğinde kullanılabilirliği araştırılmıştır. Bunun için kütlece %4, %8 ve %12 üleksit ve boraks içeren üç farklı numune hazırlanmıştır. Numunelerin aşınma ve sürtünme testleri için tam ölçekli bir fren balata cihazı kullanılmıştır. Testlerden elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir;

- Sürtünme ve aşınma testlerinden elde edilen sonuçlara göre üretilen bütün numuneler endüstride uygulanabilir, literatür ile uyumlu ve TS 555 standardına uygundur.
- Sürtünme testine tabi tutulan tüm numuneler arasında en yüksek sürtünme katsayısı 0.35 değeri, kütlece %12 üleksit ve boraks içeren ÜB12 kodlu numuneye, en düşük sürtünme katsayısı 0.3 değeri ise kütlece %4 üleksit ve boraks içeren ÜB4 kodlu numuneye aittir.
- Numunelerde üleksit ve boraks miktarı arttıkça sürtünme kararlılığı da artmıştır. Buna göre kütlece %4 üleksit ve boraks içeren ÜB4 kodlu numunenin sürtünme kararlılığı %66, kütlece %8 üleksit ve boraks içeren ÜB8 kodlu numunenin sürtünme kararlılığı %84, kütlece %12 üleksit ve boraks içeren ÜB12 kodlu numunenin sürtünme kararlılığı ise %87 olarak bulunmuştur.
- Balata numunelerinin özellikleri incelendiğinde numunelerin sertlikleri ile yoğunlukları arasında doğru orantı olduğu ve bu orantının literatür ile uyumlu olduğu sonucuna varılmıştır.

Kaynaklar

[1] Wannik, W. B., Ayob, A. F., Syahrullail, S., Masjuki, H. H., Ahmad, M. F., The effect of boron friction modifier on the performance of brake pads, International Journal of Mechanical and Materials Engineering, 7(1), 31-35, 2012.

[2] Mutlu, İ., Çevik, İ., Öner, C., Fren Balatalarında Boraks ve Borik Asitin Etkilerinin Deneysel İncelenmesi. (www.maden.org)

[3] Sugözü, İ., Bor Katkılı Asbetsiz Otomotiv Fren Balatası Üretimi ve Frenleme Karakteristiğinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ, 2009.

[4] Ertan, R., Fren Balata Malzemelerinin Optimizasyonu ve Üretim Parametrelerinin Analizi, Doktora Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa, 2008.

[5] Sugözü, B., Nano Silika, Nano Alümina ve Nano Zirkon Aşındırıcı Parçacık Katkısının Fren Balata Özelliklerine Etkisi, Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 2016.

[6] TS 555 Karayolu Taşıtları-Fren Sistemleri-Balatalar-Sürtünmeli Frenler İçin, 1992.

[7] TS 9076 Karayolu Taşıtları-Fren Sistemleri-Fren Balataları-Malzeme Sürtünme Özelliklerinin Küçük Deney Parçaları ile Değerlendirilmesi, 1991.

[8] Sugözü, İ., Investigation of using rice husk dust and ulexite in automotive brake pads, Materials Testing vol. 57(10); 877-882, 2015.

[9] Bijwe, J., Aranganathan, N., Sharma, S., Dureja, N., Kumar, R., Nano-abrasives in friction materials-influence on tribological properties, Wear 296(1); 693-701, 2012.

[10] Hong, U. S., Jung, S. L., Cho, K. H., Cho, M. H., Kim, S. J., Jang, H., Wear mechanism of multiphase friction materials with different phenolic resin matrices, Wear 266(7); 739-744, 2009.

EFFECT OF NANO TIN(Sn) DOPANT ON THE SM123 SUPERCONDUCTOR

NANOKALAY(Sn)KATKILAMANIN SM123 SÜPERİLETKENLERİNE ETKİLERİ

Deniz Yıldırım^a, İbrahim Karaca^b

^a Graduate School of Sciences, Niğde Ömer Halisdemir University, 51240, Niğde, Turkey,
E-mail: d.yildiran.ohu@gmail.com

^b Physic department, Niğde Ömer Halisdemir University 51240, Niğde, Turkey, E-mail: i.karaca@ohu.edu.tr

Özet

$Sm_{1,46}Ba_{1,54-x}Sn_xCuO_y$ ($x=0,35; 0,55; 0,75; 0,95$) SnO katkılı yüksek sıcaklık süperiletken (HTS) numuneleri katı hal reaksiyon yöntemi ile üretildi. Malzemelerin karakterizasyonu, X-ışını kırınım spektrometresi (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), diferansiyel termal analiz (DTA), manyetik duyarlılık ve manyetik kaldırma kuvveti ölçümleri ile gerçekleştirildi. SEM ölçümleri, saf numune pürüzsüz taneler halinde oluşmuştur. SnO katkılı Sm123 örnekleri, rastgele dağılan taneler ile oluşmuştur ve erime nedeniyle çok sıkı bir yapıya sahiptir. Süperiletken olduklarında numunelere etki eden kaldırma kuvveti, uzaklık mıknatistan numuneye doğru artarken ve azalırken uzaklığa bağlı olarak ölçülmüştür. Kaldırma kuvveti sonuçları çizilmiştir. Eğri uydurma yöntemi kullanılarak eğrilerin her biri için bir matematiksel fonksiyon elde edilmiştir. Son olarak, denklemlerin karakteristik parametrelerinin değerleri belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Sm123 Süperiletkeni; Nano Katkılama; XRD; SEM; Manyetik Kaldırma Kuvveti.

Abstract

$Sm_{1,46}Ba_{1,54-x}Sn_xCuO_y$ ($x=0,35; 0,55; 0,75; 0,95$) SnO doped the high temperature superconductor (HTS) samples have been fabricated by solid state reaction method. Characterization of the samples have been performed by X-ray diffraction spectrometer (XRD), scanning electron microscopy (SEM), differential thermal analyze (DTA), magnetic susceptibility and magnetic levitation measurements. SEM measurements have revealed that pure sample is formed into smooth grains. SnO doped Sm123 samples are formed with the randomly distributed grains and have a very strict structure because of melting. Levitation forces acting on the samples when they become superconductor have been measured depending on the distance while it increases and decreases from the magnet to the sample. The results of levitation force have been plotted. A mathematical function has been obtained for each of the curves by using the curve-fitting method. Finally, the characteristic values of the equations have been determined.

Keywords: Sm123 Superconductor; Nano Dopant; XRD; SEM; Magnetic Levitation Force

1. Giriş

Süperiletkenler keşfedildiği günden beri özelliklerini iyileştirmek amacıyla, çeşitli bileşikler, üretim yöntemleri

ve katkı malzemeleri araştırılmıştır[1-3]. Bu amaçla en çok çalışılan yüksek sıcaklık süperiletkenleri YBCO[4-6] ve BSCCO[7-11] tabanlı süperiletken aileleri olmuştur. Katkı malzemelerinden bir kısmı elektriksel özellikler üzerinde etkili olmuş, Gümüş(Ag)'ün BSCCO süperiletkenlerine katkısı olumlu yani Tc'yi 110K den 120K çıkartması gibi[8] etki yapmaktadır. Diğer bir kısmı da Çinko(Zn)'ün BSCCO süperiletkenlerine katkısı gibi olumsuz sayılabilecek yani yapı içerisindeki Bi-2211 düşük sıcaklık fazının artmasına ve tane boyutlarının küçülmesi gibi etki yapmaktadır[11]. YBCO tabanlı Sm123 süperiletkenleri, üretim aşamasındaki ve sonrasında, YBCO süperiletkenlerinin oksijen duyarlılığı sebebiyle hava ortamında bozulması sebebiyle hava ortamında kristal yapısının kolayca bozulmamasından[12] farklı olarak pek çok avantajlar sağlamaktadır. Nano boyutlu malzeme olan SnO katkılamasıyla Sm123 süperiletkenlerinde literatürde pek fazla çalışma yapılmamış olması, bu konunun araştırmaya açık olduğunu göstermektedir.

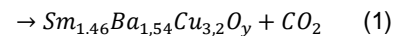
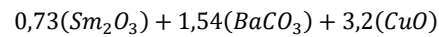
Bu çalışmada, farklı SnO katkılı $Sm_{1,46}Ba_{1,54-x}Sn_xCuO_y$ yüksek sıcaklık süperiletken (YSS) örnekleri katı hal tepkime yöntemi ile üretilmiştir. Üretilen malzemelerin karakterizasyonu Diferansiyel Termal Analiz (DTA), X-Ray Difraksiyon Spektrometresi (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Manyetik Alınganlık Ölçümleri ile gerçekleştirilmiştir.

2. Malzeme Üretimi

$Sm_2O_3, BaCO_3, CuO$ ve SnO (Sigma-Aldrich, %99,9 saflıkta), nano boyuttaki tozlar başlangıç materyalleri olarak kullanılmıştır. SnO katkılamış $Sm_{1,46}Ba_{1,54-x}Sn_xCuO_y$ ($x=0,35; 0,55; 0,75; 0,95$) için başlangıç materyalleri kullanılarak beş farklı malzeme hazırlanmıştır. Bunlar anlatım kolaylığı olması açısından SmP, Sm1, Sm2, Sm3 ve Sm4 olarak adlandırılmıştır.

2.1 SmP Örneğinin Hazırlanması

SmP örneğinin hazırlanması için gerekli başlangıç tozlarının miktarı aşağıdaki kimyasal tepkime yardımıyla hesaplanmıştır.



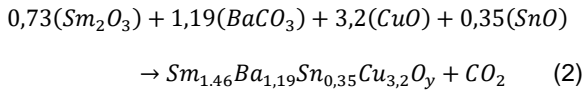
SmP örneğinin hazırlanması için gerekli olan $Sm_2O_3, BaCO_3, CuO$ materyallerin miktarları Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. SmP'nin hazırlanmasında kullanılan materyallerinin miktarları

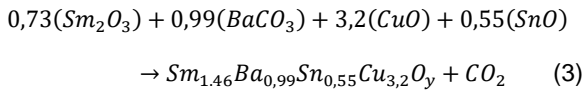
Bileşiğin Formülü	Molekül Ağırlığı (g/mol)	Bileşiğin Kütlesi (g)	Toplam Miktarı (g)
Sm ₂ O ₃	348,7000	3,1310	10,000
BaCO ₃	197,3400	3,7380	
CuO	79,5500	3,1311	

Sm_{1,46}Ba_{1,54-x}Sn_xCuO_y (x=0,35; 0,55; 0,75; 0,95) stokiyometresine uygun olarak SnO katkılı malzemeleri aşağıda verildiği gibi kimyasal tepkime eşitlikleri kullanılmıştır.

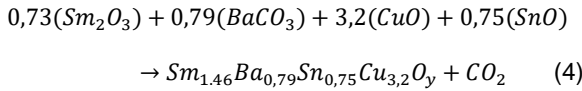
2.2 Sm1 malzeme hazırlama



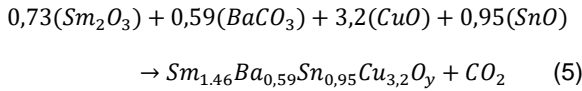
2.3 Sm2 malzeme hazırlama



2.4 Sm3 malzeme hazırlama



2.5 Sm4 malzeme hazırlama



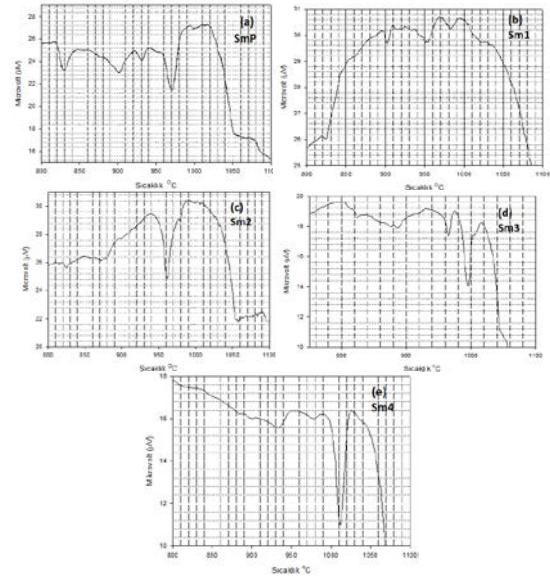
SnO katkılanmış Sm_{1,46}Ba_{1,54-x}Sn_xCuO_y (x=0,35; 0,55; 0,75; 0,95) için Sm1, Sm2, Sm3, Sm4 malzemelerinde başlangıç materyalleri miktarları Çizelge 2'de verilmiştir.

Çizelge 2 Sm1, Sm2, Sm3, Sm4 süperiletken malzemelerin üretilmesinde kullanılan başlangıç materyalleri ve miktarları.

SmBa _{1,54-x} Sn _x CuO _y için x değeri	Sm ₂ O ₃ (g)	BaCO ₃ (g)	CuO (g)	SnO (g)	Toplam (g)
0,35	1,591	1,478	1,600	0,325	5,00
0,55	1,600	1,248	1,622	0,519	5,00
0,75	1,632	0,996	1,645	0,719	5,00
0,95	1,653	0,755	1,666	1,250	5,00

3. Isıl İşlemler

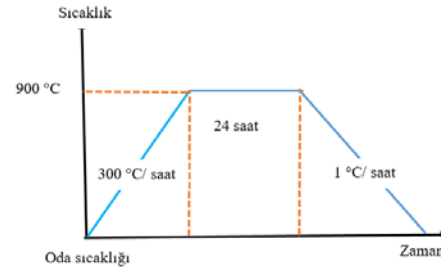
Saf Sm_{1,46}Ba_{1,54-x}Sn_xCuO_y 3 örneğinin DTA sonuçları incelendiğinde Sm_{1,46}Ba_{1,54-x}Sn_xCuO_y'ün erime sıcaklığının 1005°C ile 1030°C aralığında olduğu görülmektedir. Sn katkı miktarı attıkça malzemenin erime sıcaklığının düşerek 950°C ile 1000°C aralığına geldiği gözlenmiştir. Bu sonuçlardan yararlanılarak üreteceğimiz malzemenin sinterleme sıcaklığı için en uygun sıcaklık aralığı tespit edilmiş ve malzeme üretilmiştir.



Şekil 1 SmP, Sm1, Sm2, Sm3 ve Sm4 malzemelerinin DTA ölçüm sonuçları.

3.1 Kalsinasyon

SnO katkılı örnekler laboratuvar ortamında 4 saat agat havan içinde öğütüldü. Hazırlanan öğütülmüş materyaller fırına yerleştirildi. Şekil 2'de görülen kalsinasyon eğrisinde olduğu gibi, fırın önce 900°C'ye kadar ısıtıldı ve 24 saat ısıtılma tabii tutuldu. Daha sonra yavaş soğutulmuş malzemeler fırından çıkarıldı.

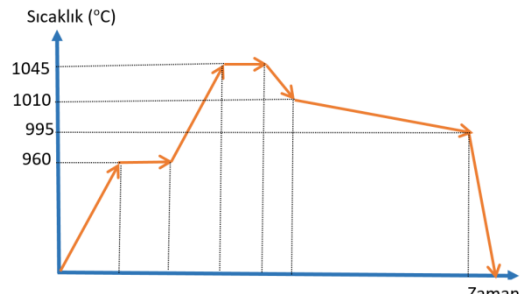


Şekil 2 Kalsinasyon işlem basamakları

Kalsinasyon işlemi tamamlanan örnek tozlar bir agat içerisinde yaklaşık 1 saat kadar tekrar öğütüldü. Öğütülen tozlar presleme aletine 4 gr konulup 300-400MPa arasında 16 mm çapında preslenerek ve kalınlığı 1-2 mm olan tabletler yapıldı.

3.2 Sinterleme

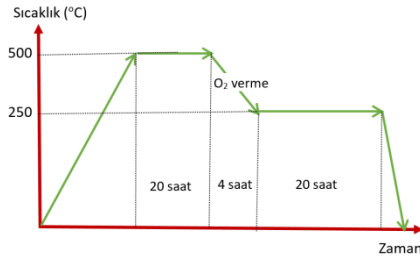
Tablet haline getirilen örnekler Şekil 3 deki sinterleme işlem basamaklarına göre fırında bekletildi.



Şekil 3 Sinterleme işlem basamakları.

3.3 Tavlama (Oksijen verme)

Sinterleme işlemi tamamlanan örneklere Şekil 4 deki tavlama işlemine tabi tutuldu.



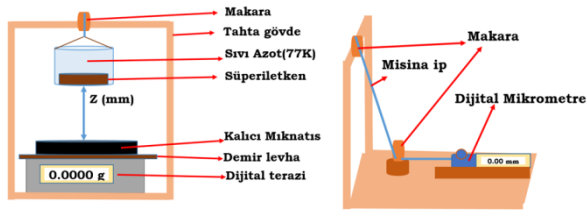
Şekil 4 Tavlama işlem basamakları.

4. Levitasyon ölçüm sistemi

Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Yoğun Madde Fiziği laboratuvarında bulunan levitasyon kuvvetini ölçme sistemi şematik olarak Şekil 5' de görülmektedir.

4.1 Deney sistemi ana kısımları

1. Ana yapı ve 0,01 mm ilerleme hassasiyetine sahip asansör sistemi.
2. Sıvı azot ve süperiletken örnek malzemenin konulduğu yalıtımlı kap.
3. 0,0001g hassasiyete sahip dijital terazi ve mıknatıs (maksimum=0,5 T).



Şekil 5 Süperiletken örneğin levitasyon kuvvetinin ölçme sisteminin şematik gösterimi[13].

4.2 Deneysel kaldırma kuvveti ölçümün yapılışı:

1. Deney düzeneği kuruldu. Hassas terazinin gerekli olan ayarlamalar yapıldı. Deney düzeneğinde görülen demir levhanın kullanılmasının amacı, mıknatıstan kaynaklanan manyetik akının teraziyi etkilememesi (perdeleme) içindir (Chun ve Lee, 2002).
2. İlk önce, ölçümü yapılacak süperiletken malzeme sıvı azot ortamında (78 K) Zero Field Cooling (ZFC) işlemine tabi tutuldu.
3. Kalibrasyon sınırları içerisinde yaklaşık olarak 8-10 cm uzaklık başlangıç noktası seçilerek, yalıtımlı kabın mıknatısa olan uzaklığı belirli adımlarla (2,5 - 5 mm aralığında) azaltılarak minimum uzaklık olan 2,5 mm'ye kadar yaklaştırıldı. Uzaklık azalırken her bir adımda belirlenen manyetik alan etkisinin doyuma ulaşması için en az 10 saniye beklendikten sonra kütle değişiminin verileri kaydedildi.
4. Bundan sonra, adım 3'te ulaşılan minimum uzaklık mesafesi başlangıç noktası olarak seçilerek süperiletken malzeme mıknatıstan belirli adımlarla (2,5-5 mm aralığında) uzaklaştırıldı. Bu sırada, uzaklık artarken her

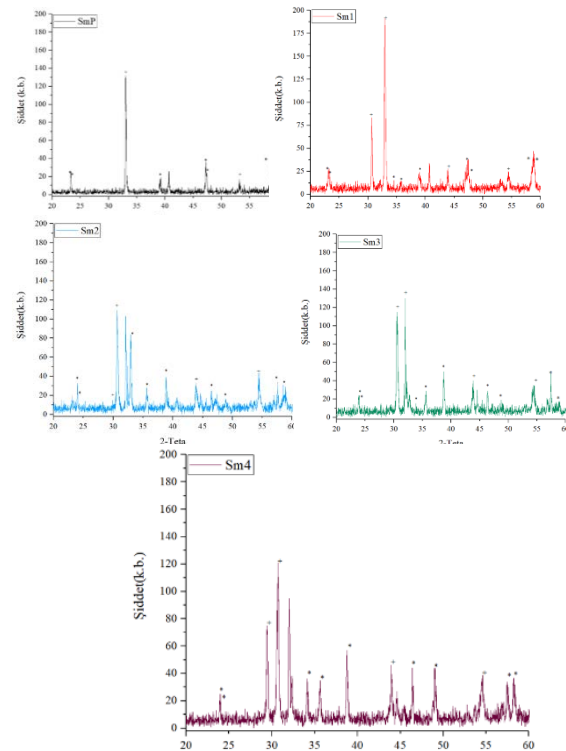
bir adımda kütle değişim verileri belirlenen manyetik alan etkisinin doyuma ulaşmış bir değer alınmaya kadar, adım 3'te olduğu gibi, her bir veri en az 10 saniye beklenilerek alındı.

5. Alınan veriler, veri analiz programları yardımıyla incelendi.

Terazide ölçülen gram cinsinden olan veriler ilkönce kilograma çevrilerek yerçekimi ivmesi 9,8 m/s² ile çarpılarak Newton cinsinden kuvvete çevrildi.

5. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1 XRD ölçümleri



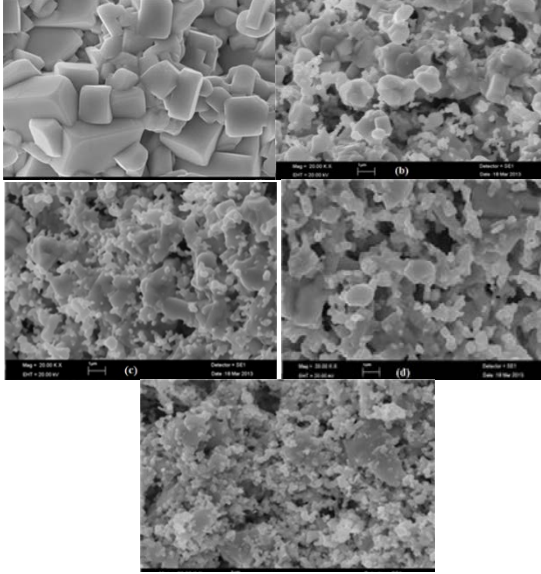
Şekil 6 SmP, Sm1, Sm2, Sm3 ve Sm4 malzemelerinin XRD desenleri.

$Sm_{1,46}Ba_{1,54-x}Sn_xCuO_y$ ve 0,35 Sn katkılı $Sm_{1,46}Ba_{1,19}Sn_{0,35}CuO_y$ $Cu_{3,2}O_y$ karşılaştırıldığı zaman Sn katkılı örneğin deseninde $2\theta = 30,64$ ve $43,86$ açılarında 2 pik farklı çıkmaktadır. Bu sonuçtan da görüldüğü gibi Sn katkılanmadığında yeni pikler ortaya çıkmaktadır. Şimdi katkılanmanın arttığı durumda XRD desenlerindeki değişikliğin katkılanma miktarına bağlı olarak nasıl değiştiğine bakalım. Sm1, Sm2, Sm3 ve Sm4 malzemelerinin desenlerini birbirleriyle kıyaslayalım. Sm1 ve Sm2 malzemelerinin desenleri kıyaslandığında Sm2 malzemesinde $2\theta = 32,1, 36,78, 38,86, 40,64, 48,92, 57,52$ açılarında 6 farklı pik çıkmaktadır. Bu durumda kristal yapıda hafif bir faz değişimi olmaktadır. Sm2 ve Sm3 malzemelerini karşılaştıralım, $2\theta = 22,94, 46,46$ açılarında hafif bir kayma gözlenmektedir ve diğerleri aynı kalmaktadır. 0,75 ve 0,95 Sn katkılı malzemelerinde de $2\theta = 29,42, 32, ve 40,72,$ açılarında üç farklı pik ortaya çıkmaktadır. Katkılanma arttıkça piklerin sayısı değişmektedir. Sn katkısının artması kristal yapıdaki faz değişimine neden olmaktadır. Bu değişimler SnO,

BaSnO₃, Sm₂Cu₂O₅ ve CuO fazlarından kaynaklanmaktadır[14].

5.3 SEM ölçümleri

SmP örneğinde görülen düzgün grainlerin yerine gelişigüzel dağılmış düzgün şekle sahip olmayan grainler ve gözenekler oluşmaktadır.



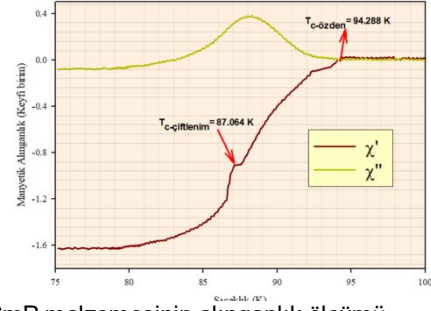
Şekil 7 Sm1-4 örneklerinin SEM görüntüsü.

Şekil 7.b' de verilen Sm1 örneğindeki taneciklerin boyutları 1μm civarında ve oldukça gözenekli, Şekil 7.c' de Sm2 örneğinde taneciklerin boyunun uzadığı ve Sn katkıdan dolayı küçük taneciklerin sayısının ve gözenekliliğinin arttığı, Şekil 7.d' de Sm3 örneğinde taneciklerin daha büyüdüğü ve gözenekliliğinin daha da arttığı ve Şekil 7.e'da ise Sm4 örneğinde ise yarı yarıya olacak şekilde düzensiz çok büyük ve çok küçük adacıkların oluştuğu ve aynı zamanda gözenekliliğinin devam ettiği görülmektedir.

5.4 Manyetik Duygunluk

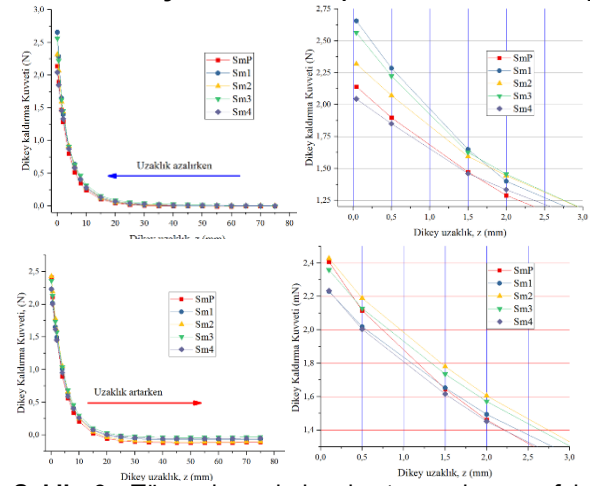
Sm123 kompozisyonuna sahip çalışmamızın omurgasını teşkil eden malzemenin herhangi bir katkı yapılmamış halinin süperiletken geçiş gösterip göstermediğini anlamak amacıyla sadece bu malzemenin alınganlık ölçümleri yapılmıştır. Alınan ölçüm sonucu Şekil 8' de görülmektedir. Şekil 8'de görüldüğü gibi, geçiş sıcaklığı değeri alınganlık verilerinin sanal ve reel kısımlarının ilk ayrışma gösterdiği nokta olarak tanımlandığından bu ölçümümüzde de incelediğimiz malzemenin özden geçiş sıcaklığı 94.288K ve çiftlenim geçiş sıcaklığı ise 87.064K olduğu belirlenmiştir. Özden geçiş sıcaklığı, ilk süperiletken olan taneden kaynaklanan özelliktir. Çiftlenim geçiş sıcaklığı ise poli-kristal yapıya sahip bulk malzemedeki tüm tanelerin soğuduğu ve her birinin toplamından kaynaklanan özelliktir.

Alınganlık ölçümleri temassız olarak gerçekleştiğinden geçiş sıcaklıkları bakımından ve diğer özellikleriyle literatürde en güvenilir ölçüm sonuçlarını vermektedir.



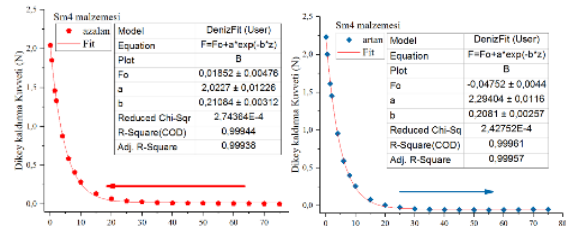
Şekil 8 SmP malzemesinin alınganlık ölçümü.

5.5 Levitasyon Kuvveti (Kaldırma Kuvveti)



Şekil 9 Tüm malzemelerin miktarsız olarak mesafelerinin azalırken ve artarken kaldırma kuvveti ölçümü ve 0-25 mm için öteleme yöntemi ile hesaplanan veriler.

5.6 Levitasyon Kuvveti Eğrisi İçin Fit Edilme Sonuçları



Şekil 10 Sm4 örneği için elde edilen levitasyon kuvveti eğrisi için mesafenin artması ve azalması durumunda fit edilme sonunda elde edilen eğri ve bu eğriye ait parametreler.

Çizelge 4.a'da daimi miktarsız ile süperiletken malzeme arasındaki mesafe azalırken, F_{max} en büyük değerini Sm1 malzemesinde 2,60N değerini alırken en düşük değerini Sm4 malzemesinde 2,10N değerini aldığı görülmektedir. Üstel sabit olan "b" değeri ise en yüksek Sm1 malzemesinde 0,2663(m⁻¹) değerinde ve en düşük değerini ise Sm4 malzemesinde 0,2108(m⁻¹) değerini almıştır. Burada yapılan işlemlerin isabetli olup olmadığını belirleyen korelasyon katsayısı "r²" değeri incelenen malzemelerin tamamında 1 değerine çok yakın bir değer alması işlemlerin doğruluk derecesinin yüksek olduğunu göstermektedir.

Çizelge 4.aSmP, Sm1, Sm2, Sm3 ve Sm4 malzemeleri için **mesafenin azalması** durumunda elde edilen en iyi F_{mak} , F_o , a, b ve r^2 parametrelerinin değerleri.

Malzeme	$F = F_0 + ae^{-bz}$				
	$F_{mak}(N)$	$F_0(N)$	$a(N)$	$b(m^{-1})$	r^2
SmP	2,20	0,0089	2,1238	0,2394	0,9991
Sm1	2,60	0,0225	2,5662	0,2663	0,9951
Sm2	2,30	0,0190	2,2862	0,2275	0,9991
Sm3	2,55	0,0374	2,4606	0,2487	0,9956
Sm4	2,10	0,0185	2,0227	0,2108	0,9994

Çizelge 4.b. SmP, Sm1, Sm2, Sm3 ve Sm4 malzemeleri için **mesafenin artması** durumunda elde edilen en iyi F_{mak} , F_o , a, b ve r^2 parametreleri değerleri.

Malzeme	$F = F_0 + ae^{-bz}$				
	$F_{mak}(N)$	$F_0(N)$	$a(N)$	$b(m^{-1})$	r^2
SmP	2,40	-	2,5026	0,2234	0,9989
Sm1	2,25	-0,0673	2,3199	0,1960	0,9998
Sm2	2,50	-0,0989	2,5509	0,1991	0,9998
Sm3	2,35	-0,0307	2,4073	0,2015	0,9979
Sm4	2,25	-0,0475	2,2940	0,2081	0,9996

Çizelge 4.b'den de görüleceği gibi permanant magnet ile süperiletken malzeme arasındaki mesafe artarken F_{mak} en büyük değerini Sm2 malzemesinde alırken en düşük değerini Sm1 ve Sm4 malzemelerinde aldığı görülmektedir. Üstel sabit olan "b" değeri ise en yüksek SmP malzemesinde $0,2234(m^{-1})$ ve en düşük Sm1 malzemesinde $0,1960(m^{-1})$ değerini aldığı görülmektedir. Ayrıca yapılan işlemlerin isabetli olup olmadığını belirleyen korelasyon katsayısı " r^2 " değeri incelenen malzemelerin tamamında 0,99' un üzerinde olduğundan dolayı yani 1 değerine çok yakın bir değer aldığından işlemlerin doğruluk derecesinin yüksek olduğunu göstermektedir. Permanant mıknatıs ile süperiletken malzeme arasındaki mesafenin azalması ve artması işlemlerinde elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığı zaman F_{mak} en büyük değerini mesafenin azalması durumunda Sm1 örneğinde 2,60N olduğu ve en küçük değerinin yine mesafenin azalması durumunda Sm4 örneğinde 2,10N olduğu görülmüştür.

6. SONUÇLAR

Bu çalışmamızda, SmP ve değişik oranlarda SnO katkılı sırasıyla Sm1, Sm2, Sm3 ve Sm4 olarak adlandırılan $Sm_{1,46}Ba_{1,54-x}Sn_xCuO_y$ ($x = 0,35, 0,55, 0,75$ ve $0,95$) yüksek sıcaklık süperiletken malzemeleri katı hal reaksiyon yöntemiyle üretildi. Üretilen bu malzemelerin karakterizasyonları da XRD, SEM, DTA/TGA, Manyetik Levitasyon ve Manyetik Duygunluk ölçümleri ile yapıldı. Elde edilen sonuçlarda aşağıda verilmektedir:

1. XRD desenlerinden malzemelerin kristal yapısının çoğunlukla ortorombik yapıya sahip oldukları, az da olsa tetragonal yapıda bulunduğu tespit edildi.

2. Malzemelerin SEM görüntüleri incelendiğinde, saf SmP örneğinin kristal yapısının polikristal yapıda ve düzgün grainlere sahip olduğu, şekilleri yaklaşık kübik olan grainlerin boyutları $\approx 1-5 \mu m$ arasında değiştiği görülmektedir. SmP örneğinde görülen düzgün grainlerin yerine gelişigüzel dağılmış grainler ve gözeneklerin

oluştugu görülmektedir. Katkı miktarı arttıkça, tanelerin küçüldüğü ve yüzey bölgede erimeler görülmektedir.

3. DTA ölçümleri sonucunda, SmP, Sm1, Sm2, Sm3 ve Sm4 malzemelerinin erime sıcaklıkları sırasıyla 1025, 1000, 1010, 1018 ve 1020 °C dir. Bu sonuçlar SnO miktarı arttıkça erime sıcaklığı arttığını göstermektedir. Bu nedenle, malzemeler bu erime sıcaklığının üzerinde olan 1045 °C de üretildiler. Yani, üretim metodu olarak eritme de kullanılmıştır.

4. Manyetik duygunluk ölçüm sonuçlarında, süperiletken geçiş sıcaklığı 94K olduğu belirlenmiştir.

5. Levitasyon ölçümleri ile üretilen malzemelerin üzerine etkiyen levitasyon kuvvetinin malzeme ile mıknatıs arasındaki uzaklığın artması ve azalması durumunda değişimi incelenmiştir. Buna göre, malzemeler üzerine etkiyen levitasyon kuvvetinin teori ile uyumlu olacak şekilde üstel olarak değiştiği elde edilen eğrilerden görülmektedir. Buradan, her bir örneğe tekabül eden eğrinin matematiksel ifadesi elde edilmiş ve sırasıyla mesafenin artmasını ve azalmasını temsil eden bu matematiksel ifadeye ait parametreler (F_{mak} , F_o , a, b ve r^2) hesaplanmıştır. F_{mak} en büyük değerini mesafenin azalması durumunda Sm1 örneğinde 2,60N olduğu ve en küçük değerinin yine mesafenin azalması durumunda Sm4 örneğinde 2,10N olduğu görülmüştür. Bu araştırma sırasında deneysel ölçüm açısından zorluklar içeren 0-25mm mesafesindeki değerler özellikle elde edilen verilere en uygun denklem ve sonuçlardan yararlanılarak tahmin edilmiştir. Bu çalışma ile literatürde yapılmamış olan SnO kakılamasının Sm123 süperiletkenlerine yapılmış ve kaldırma kuvveti değerleri belirlenmiştir.

Kaynaklar

- [1] Wang, J., Tsai, C. F., Bi, Z., Naugle, D. G., and Wang, H., "Microstructural and pinning properties of $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ thin films doped with magnetic nanoparticles", *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, vol. 19, no:3, 2009.
- [2] Tomita, M., and Murakami, M., "Improvement of the mechanical properties of bulk superconductors with resin impregnation" International Superconductivity Research Laboratory, International Superconductivity Technology Center, *Supercond. Sci. Technol.* 13722-724, 2000.
- [3] Öztürk A., Doğan, M., Düzgün İ., Çelebi, S., "The Effect of Dy Doping on the Magnetic Behavior of YBCO Superconductors" *J Supercond Nov Magn* 29:1787-1791, 2016.
- [4] Murakami, M., Oyama, T., Fujimoto, H., Taguchi, T., Gotoh, S., Shiohara, Y., Koshizuka, N., Tanaka, S., "Large Levitation Force due to Flux Pinning in YBaCuO superconductors Fabricated by Melt-Powder-Melt-Growth Process" *Japanese Journal Of Applied Physics* volume 29, number 11, 1990.
- [5] Volochova, D., Piovarci, S., Radušovska, M., Antal, V., Kovac, J., Jurek, K., "YBCO bulk superconductors doped with gadolinium and samarium" *Physica C* 494, 36-40, 2013.
- [6] Naik S. P. K., and Raju, P. M. S., "Microstructural and magnetic properties of YBCO nanorods: synthesized by template growth method" *AIMS Materials Science*, 3(3): 916-926. 2016.

- [7] Karaca I., " Preparation of High-Tc Superconductors and Effect of Adding Materials on Physical Properties ", Ph.D. Thesis, Karadeniz Technical University, 2001.
- [8] Karaca I., Çelebi S., Varilci A., Malik A.I., "Effect of Ag₂O addition on the intergranular properties of the superconducting Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O system", Superconductor Science and Technology, Volume 16, Number 1, 10 December 2002.
- [9] S.Çelebi, I.Karaca, A. Öztürk, ve S. Nezir, "Fabrication and characterization of Bi_{1.84}Pb_{0.34}Sr_{1.91}Ca_{2.03}Cu_{3.06}O₁₀ superconductors prepared by a wet technique", JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS (ISI) , 256-260 pp., 1998.
- [10] I. Duzgun, I. Karaca , A. Öztürk, and S. Celebi, "AC losses and determination of some superconducting parameters of Ag₂O added Bi2223 superconductors", PHYSICA C (ISI) , 93-98 pp., 2006
- [11] I. Karaca. O. Uzun. U. Kölemen, F. Yılmazb. O. Şahin, "Effects of ZnO addition on mechanical properties of Bi_{1.84}Pb_{0.34}Sr_{1.91}Ca_{2.03}Cu_{3.06}O₁₀ prepared by a wet technique", Journal of Alloys and Compounds, Volume 476, Issues 1–2, Pages 486-491, 12 May 2009.
- [12] Soh D., Fan Z. and Korobova N., "Moist Corrosion and Surface Protection of YBCO Superconductors" Eurasian Chem Tech Journal 5 (2003) 165-169
- [13] Şimşek, N., "Producing and Investigating of Physical Properties of The YBCO Superconductor By The Top Seed Method", Ph.D. Thesis, Niğde Ömer Halisdemir University, Niğde, 2016.
- [14] Masudaa, Y., Teranishia, R., Matsuyamaa, M., Yamadaa, K., Kissb, T., Munetoha, S., Yoshizumic, M., Izumic, T., "Flux pinning properties of YBCO films with nano-particles by TFA-MOD method", Physics Procedia 27 , 240 – 243, 2012.

THE EFFECTS OF NANO-SM DOPING ONTO THE SUPERCONDUCTING LEVITATION FORCE

NANO-SM KATKILAMANIN SÜPERİLETKEN KALDIRMA KUVVETİNE ETKİSİ

Nihat Şimşek^a İbrahim Karaca^b, Şahin Ünlüer^c

^a Yıldırım Beyazıt Anatolian High School, Kırıkkale, Turkey, E-mail: n.simsekr@gmail.com

^b Physic department, Niğde Ömer Halisdemir University 51240, Niğde, Turkey, E-mail: i.karaca@ohu.edu.tr

^c Bor Vocational School, Niğde Ömer Halisdemir University, 51240 Niğde, Turkey, E-mail: sunluer@ohu.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, erime büyüme yöntemi ile hazırlanan $Yb_{1.46}Ba_{1.54}Cu_{3.20}O_y$ ve $Y_{1.46}Ba_{1.54}Cu_{3.20}O_y$ süper iletkenlerinin fiziksel özelliklerine nano Sm parçacıkları (~ 40 nm) ilavesinin etkileri araştırılmıştır. Manyetik kaldırma kuvveti, Sıfır Alan Soğutmalı işlem için 77 K'de Nb-Fe-B kalıcı mıknatıs (~ 0.5T) kullanılarak dikey mesafedeki değişimler ile ölçülmüştür. Sonuçlar, tüm nano parçacık katkılı RE123 (RE = Y, Yb) süperiletkenleri ile benzer kuvvet davranışı göstermiştir. Bununla birlikte, levitasyon kuvveti ve Sm katkı miktarı arasında doğrusal olmayan bir ilişki vardır. Bu malzemeler teknolojik bakımdan uygulanabilir.

Anahtar kelimeler: Nano Sm katkısı; Y123; Yb123; Kaldırma kuvveti; Alansız soğutma(ZFC).

Abstract

In this work, the effects of Sm nano-particles (~40 nm) addition 3, 4, 5 wt% to the physical properties of $Yb_{1.46}Ba_{1.54}Cu_{3.20}O_y$ and $Y_{1.46}Ba_{1.54}Cu_{3.20}O_y$ superconductors have been investigated which was prepared by melt growth method. Magnetic levitation force was measured with the vertical distance changing using the Nb-Fe-B permanent magnet (~ 0.5T) at 77 K for Zero Field Cooled process. The results have shown similar force behavior all nano-particles doped RE123 (RE=Y, Yb) superconductors. However, there is a nonlinear relationship between levitation force and amount of the Sm dopant. These materials can be applied to technological respect.

Keywords: Nano Sm dopant; Y123; Yb123; Levitation Force; ZFC

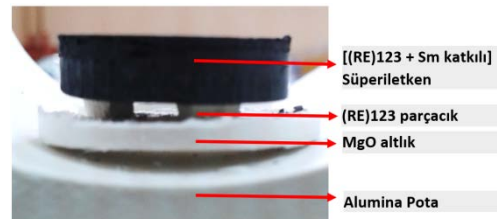
1. Giriş

Erime-yönlendirme yöntemiyle üretilmiş olan (RE)BCO (RE, hafif bir nadir toprak elementi veya itriyumu) süperiletkenlerinin yüksek kaldırma kuvveti ve alan tutma kabiliyetine sahip olması tane boyutunun ve kritik akım yoğunluğu (J_c)'nin büyük olmasına bağlıdır [1-2]. (RE)BaCuO süperiletkeninin kristal oluşumu ve büyümesinin gerçekleştiği (peritektik reaksiyonu) esnada, (RE)211 parçacıkları Ba-Cu-O erimiş sıvısı içinde oluşur. Sonuç olarak, (RE)211 parçacıklarının büyümesi için, daha etkili akı sabitleme merkezleri ve dolayısıyla J_c 'yi

artırmak amacıyla çok sayıda çalışma yapılmıştır []. Bu başlangıç tozlarına belirli miktarlarda Pt ve CeO2 ilave edilerek yapılmış çalışmalar vardır[3]. En önemli üretim yöntemlerinden birisi de Üstten-Tohumlama Eritme Büyütme (TSMG) yöntemidir. Bu yöntem büyük tekli taneli YBa2Cu3Oy süperiletkenleri üretmek için kullanılmıştır [4]. Bu çalışmada, nano Sm parçacıkları (~ 40 nm) ilavesinin erime büyüme yöntemi ile hazırlanan $Yb_{1.46}Ba_{1.54}Cu_{3.20}O_y$ ve $Y_{1.46}Ba_{1.54}Cu_{3.20}O_y$ süper iletkenlerinin fiziksel özelliklerine etkileri araştırılmıştır. Bu araştırma kaldırma kuvveti ölçümleri kullanılarak yapılmıştır.

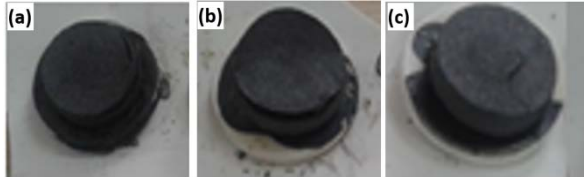
2. Malzeme Üretimi

Stokiyometrik oranları, $Yb_{1.46}Ba_{1.54}Cu_{3.20}O_y$ ve $Y_{1.46}Ba_{1.54}Cu_{3.20}O_y$ olan süperiletken malzemeler uygun miktarlarda ağırlıkça 3, 4, 5 % Sm katkılanarak % 99,9 saflıkta Sm_2O_3 , Y_2O_3 , Yb_2O_3 , $BaCO_3$ ve CuO tozlarından eritme-büyütme yöntemi ile üretilmiştir[5-6]. Başlangıç tozları elle ile 4 saat bir agat içerisinde öğütüldü ve hava atmosferinde 880 °C'de 5 saat kalsine edildi. Kalsinasyon işlemi tamamlanan tozlar 2 saat bir agat içerisinde öğütüldü ve tablet yapımı için paslanmaz çelikten yapılmış kalıplara yerleştirilerek yaklaşık 250-300 MPa basınç altında preslendi, şekil 1'de tablet yapımı aşamasına ait bir fotoğraf verilmiştir. Burada (RE)BCO parçacıkları ve 600 ° C'de kalsine edilmiş MgO altlığı ısıtma işlemi sırasında malzemelerin olumsuz etkileşimi ve erime kaynaklı hasar görmesini önlemek için kullanılmıştır.



Şekil 1 Isıl işlem öncesi malzemelerin tablet hali. Numuneler, fırında toplam 20 saat boyunca hava atmosferinde 1040 °C'de sinterlenmiştir. Anlatım kolaylığı için sinterleme sonrası 3wt%, 4wt% ve 5wt% Sm katkılı Y123 ve Yb123 süperiletken tabletler sırasıyla Y3, Y4, Y5 ve Yb3, Yb4, Yb5 olarak adlandırılmıştır.

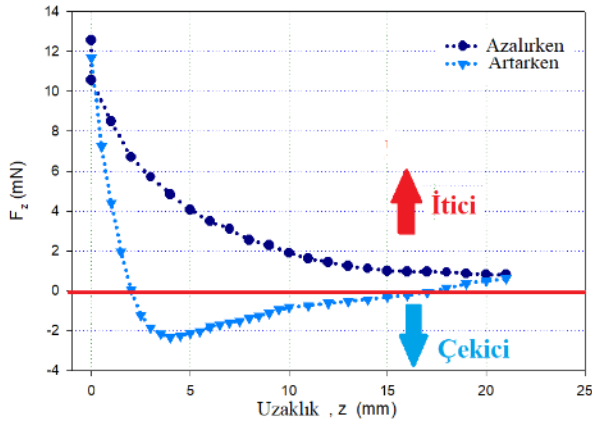
Sm katkılı malzemelerin sinterleme sonrası fotoğrafı şekil 2'(a) Y3 (b) Y4ve (c) Y5'de verilmiştir.



Şekil 2 (a) Y3 (b) Y4 ve (c) Y5 Sm katkılı malzemelerin sinterleme sonrası fotoğrafı.

3. Kaldırma Kuvveti Ölçümü

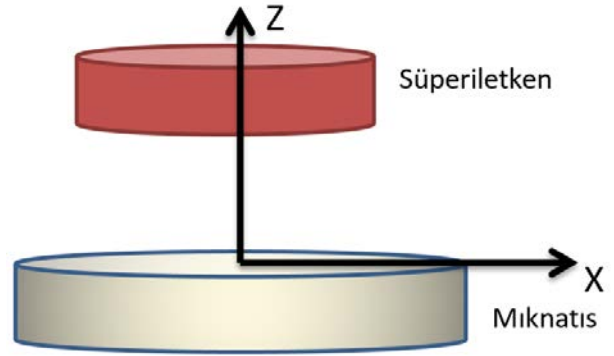
Yüksek sıcaklık süperiletken seramiklerde, oluşan akım veya etkin manyetizasyon, artan veya azalan manyetik alan altında farklı davranışlar sergiler. Bu durum kaldırma kuvveti davranışının uygulanan alanın geçmişine bağlı olacağını işaret eder. Bunun sonucu olarak mıknatıs ile süperiletken numune arasındaki mesafe değiştiğinde, kaldırma kuvvetinin konuma bağlı değişim eğrileri histeresis özelliği gösterir. Bu durumda oluşan itici ve çekici kuvvetler Şekil 3'de gösterilmektedir.



Şekil 3 Histeresis eğrisinde itici ve çekici kuvvetler

Mıknatıs süperiletken numuneye yaklaştırılmaya başlanırsa, belli bir mesafeden sonra süperiletken numune manyetik alanı dışlamaya başlar. Bu esnada, numunede perdelme akımı ortaya çıkar. Bunun neticesinde, süperiletken numune mıknatısa bir itici kuvvet uygular ve mıknatıs süperiletken numunenin hemen üzerinde boşlukta dengede kalır. Bu olayın tersi olarak, eğer süperiletken numune yeterince manyetik alan tuzaklarsa, mıknatıs süperiletken numunenin hemen altında da dengede kalabilir [7].

DeneySEL ölçüm sistemi şematik olarak Şekil 4'de verilmektedir.



Şekil 4 Süperiletkenin mıknatıs üzerinde askıda kalması[8].

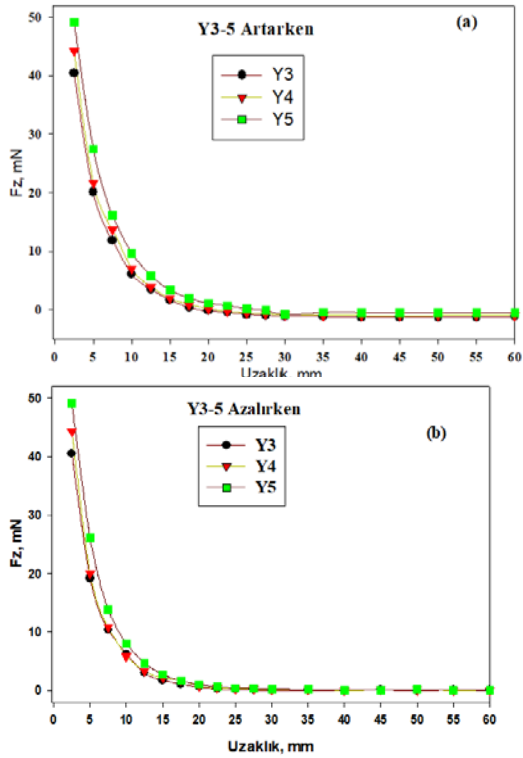
DeneySEL ölçüm sistemi, statik ölçüm sistemi olarak tasarlanmış ve uygulanmıştır. Ölçüm esası süperiletkenin mıknatıs üzerinde oluşturduğu kuvvetin bir dijital terazi yardımıyla kütle cinsinden ölçülmesidir. Daha sonra bu kütle değerleri yerçekimi ivmesi ile çarpılarak kuvvet değerleri elde edilmiştir.

Kaldırma kuvveti ölçümünün deneySEL basamakları[10]:

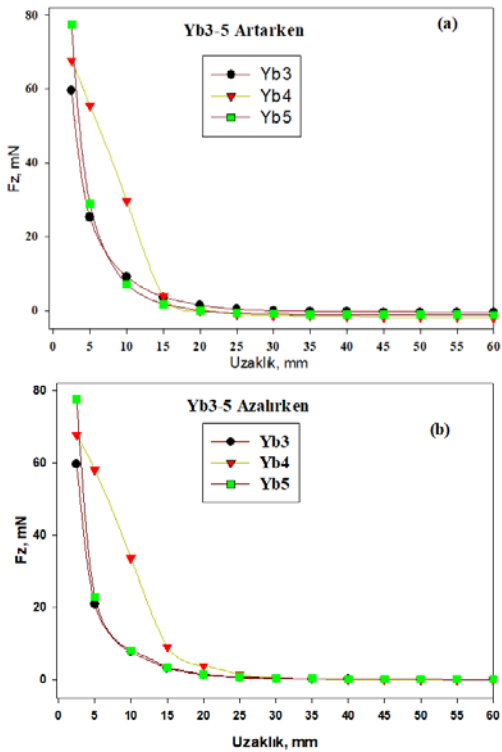
- i. Deney düzeneği uygun şekilde kuruldu ve kullanılan cihazların kalibrasyon işlemleri yapıldı. Manyetik alan kaynaklı hataları en aza indirmek için kullanılan demir levhanın amacı, mıknatıstan kaynaklanan manyetik akının ters yönde teraziyi etkilememesi içindir yani akıyı perdeleme amaçlı kullanılmaktadır [9].
- ii. Ölçümü yapılacak süperiletken malzeme sıvı azot (77 K) ortamında alansız soğutma (ZFC) işlemi uygulandı.
- iii. Yaklaşık olarak 80-100 mm uzaklık başlangıç noktası seçilerek, yalıtımlı kabın mıknatısa olan uzaklığı 2,5 - 5mm'lik belirli adımlarda en az 10 saniye bekletilerek minimum uzaklık olan 2,5mm'ye kadar yaklaştırıldı. Sonra kütle değişimi verileri dijital teraziden okunarak kaydedildi.
- iv. Tam bir çevrim (loop) oluşturmak için minimum uzaklık başlangıç noktası seçilerek süperiletken malzeme mıknatıstan belirli adımlarla uzaklaştırıldı. Bu sırada, uzaklık artarken her bir adımda kütle değişim verileri her bir veri için en az 10 saniye beklenilerek alındı. Terazide ölçülen tüm ölçüm sonuçları gram cinsinden kilograma çevrilerek yerçekimi ivmesi 9,8 m/s² ile çarpılarak Newton cinsinden manyetik kaldırma kuvvete değerleri hesaplandı.

4. Sonuçlar

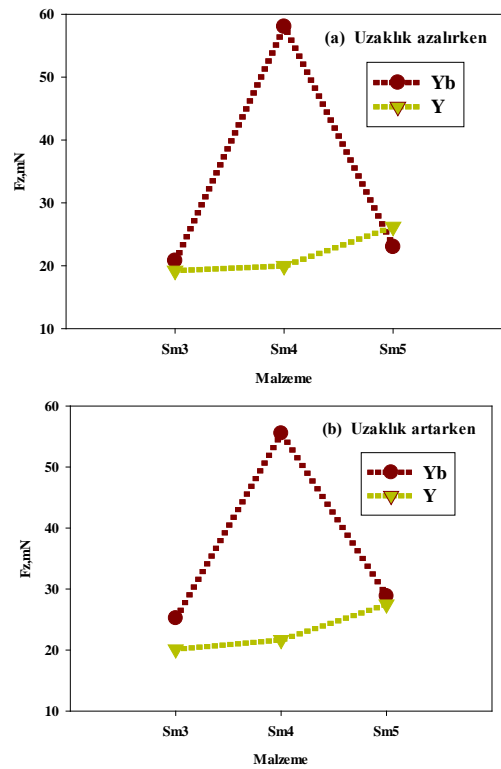
Yb123 ve Y123 süperiletkenlerinin kaldırma kuvveti ile uzaklık değişimi (a) uzaklık artarken (b) uzaklık azalırken deneySEL ölçüm sonuçlarına ait grafikler sırasıyla Şekil 5 ve Şekil 6' verilmektedir. Ölçümler, her iki süperiletken ailesine Sm katkısının bir histeresis oluşturduğu yani tersinmez davranış sergilediğini göstermektedir.



Şekil 5 Y123 süperiletkenlerinin kaldırma kuvveti ile uzaklık değişimi (a) uzaklık artarken (b) uzaklık azalırken.



Şekil 6 Yb123 süperiletkenlerinin kaldırma kuvveti ile uzaklık değişimi (a) uzaklık artarken (b) uzaklık azalırken.



Şekil 7 Yb123 ve Y123 süperiletkenlerinin 5mm'deki kaldırma kuvveti ile uzaklık değişimi (a) uzaklık azalırken (b) uzaklık artarken.

Kaldırma Kuvveti ile uzaklık değişimine ait verilerden 5mm uzaklığa ait veriler seçilerek Sm katkısının etkisi araştırılmıştır. Yb123 ve Y123 süperiletkenlerinin 5mm'deki kaldırma kuvveti ile uzaklık değişimi şekil 7(a-b) de verilmektedir. 5mm'deki uzaklığa ait verilerden elde edilen sonuçlar incelendiğinde;

i) Mesafe azalırken (şekil 7a); 5mm uzaklıkta Yb123 süperiletkeninin F_z 'in maksimum olduğu kuvvet büyüklüğü Yb4 malzemesinde 58,0297 mN iken Y123 süperiletkeninin de bu değer Y4 malzemesinde 19,9750 mN olarak ölçülmüştür. Mesafenin azalması durumunda 5mm'ye karşılık gelen en küçük kuvvet Yb123 süperiletkeninde Yb3 malzemesinde 20,8093 mN olarak ve Y123 süperiletkeninde ise 19,2160 mN olarak ölçülmüştür.

ii) Mesafe artarken (şekil 7b); Yb123 süperiletkeni için Yb4 malzemesi en büyük kuvvet olan 55,5317 mN değeri elde edilirken, Y123 süperiletkeni için bu değer Y5 malzemesinde 27,4860 mN 'a karşılık gelmektedir. Minimum kuvvetler ise grafikte görüldüğü gibi Yb için Yb3 malzemesinde 25,2311 mN ve Y123 süperiletkeni için ise bu değer Y3 malzemesinde 20,1230 mN 'a karşılık gelmektedir.

Bu sonuçlarda göstermiştir ki Sm katkılanmanın en büyük etkisi Yb4 malzemesinde Yb123 süperiletkeninde olumlu şekilde görülmüştür. Buna karşın Sm katkılanma Y123 süperiletkeninde de etkili olmasına rağmen Yb123 süperiletkeni ile karşılaştırıldığında oldukça az olmuştur.

Bu sonuçlara göre Sm katkılı Yb123 süperiletkenin manyetik özellik açısından teknolojik uygulamalar için daha elverişli olduğu görülmektedir.

Kaynaklar

- [1]J.S. Choi, S.D. Park, B.H. Jun, Y.H. Han, N.H. Jeong, B.G. Kim, J.M. Sohn, C.J. Kim, Levitation force and trapped magnetic field of multi-grain YBCO bulk superconductors, *Physica C* 468, 1473-1476, 2008.
- [2]S. Nariki, N. Sakai, M. Murakami, I. Hirabayashi, Effect of RE₂BaCuO₅ refinement on the critical current density and trapped field of melt-textured (Gd, Y)-Ba-Cu-O bulk superconductors, *Physica C* 439, 62-66, 2006.
- [3]K. Iida, N.H. Babu, T.D. Withnell, Y. Shi, S.Haindl, H. W. Weber, D.A.Cardwell, Enhanced Growth Rate of a YBCO Bulk in the Melt-Textured Process Under 1 atm Oxygen Pressure, *Physica C* 445-448, 277-281, 2006.
- [4]M. Murakami, N. Sakai, T. Higuchi, S.I. Yoo, *Supercond. Sci. Technol.* 9, 1015, (1996).
- [5]M. Kuznetsov, C. Krauns, Y. Nakaruma, T. Izumi, Y. Shiohara, *Physica C* 357-360, 1068- 1072 (2001).
- [6]A. Benlhachemi, S. Golec, and J. R. Gavarrı, *Physica C* 209, 353, 1993.
- [7] Cardwell, D.A. and Ginley, D.S., 2003. *Handbook of Superconducting Materials*, Volume II, IOP Publishing Ltd., U.K..
- [8] Karaca, I.(2017). II Tip süperiletkenlerde manyetik kaldırma kuvvetinin bir karşılaştırmalı çalışması. SAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 21 (6), 1-1. DOI: 10.16984/saufenbilder.273930.
- [9] Chun, Y. D., Lee, Ju., "Comparison of magnetic levitation force between a permanent magnet and a high temperature superconductor using different force calculation methods", *Physica C*, 372–376 1491–1494, 2002.
- [10] Karaca, I.(2009), Characterization of a Cylindrical Superconductor Disk Prepared by the Wet Technique with Microstructure Analysis and Levitation Force Measurements Using a Permanent Magnet, *Chinese journal of Physics* 47 (5), 690-696

DEVELOPMENT OF AVENTURINE GLAZE COMPOSITIONS IN TRIAXIAL GLAZE SYSTEMS

ÜÇLÜ SIR SİSTEMLERİNDE AVENTÜRİN SIR KOMPOZİSYONLARININ GELİŞTİRİLMESİ

Eda Taşçı^a, Keriman Pekkan^b, Kadir Öztaş^a, Suna Yılmaz^b

^aDumlupınar Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Kütahya, Türkiye:
eda.tasci@dpu.edu.tr

^bDumlupınar Üniversitesi Seramik ve Cam Bölümü, Kütahya, Türkiye, E-Mail: keriman.pekkan@dpu.edu.tr

Abstract

Aventurine glaze is a special type of an artistic glaze in which the separation of isolated individual crystals shimmering on the glaze surface. Crystals has the characteristic appearance of flitters, sheets or spangles suspended in a glassy phase. These types of glazes possess a high decorative and artistic value. Therefore, evaluating them on the ceramic bodies enhances the esthetical appearance and makes the final product unique. Generally aventurine effect is obtained by using high amounts of Fe₂O₃ in the chemical glaze composition. In this study, aventurine glazes are developed by contributing hematite ore raw material into the glaze formulation

instead of directly using Fe₂O₃. Newly studied glazes are wet milled in a porcelain jar for 20 min and then glaze slips were applied onto both pre-fired ceramic substrates and wall tile bodies. Firings were conducted firstly at laboratory conditions at 900-1000-1050-1150 °C in an oxidizing atmosphere and after that industrial fast firings were conducted at a peak temperature of 1150 °C at Altın Çini and Seramik Co. Inc. A possible aventurine effect was proposed to show the variation of glaze colour patterns with the increasing of firing temperature. All of the glaze surfaces were smooth and glossy after laboratory firings. Moreover, dark brown colour with yellowish transition effect on

the glaze surface was obtained under industrial fast firings. L*a*b values were measured by a spectrophotometer. Final surfaces of the aventurine glazes were characterized by a X-ray diffractometer (XRD). Glaze samples were visualized by scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive x-ray (EDX) techniques.

Keywords: Glaze, Aventürine glaze, Characterization.

1. GİRİŞ

Genellikle, artistik amaçlarla şekillendirilmiş seramik ürünlerin, sanatsal değerlerini arttırmak, form ile yüzeyi arasındaki ilişkiyi kurabilmek için özel sırlar tercih edilir. Bu özel sırlara "artistik sır" adı verilir ve endüstriyel amaçla kullanılmazlar. Artistik sırlar, sürpriz sonuçları renk, doku ve içerikleri ile seramikçilere daha fazla olanak sağlarlar.

Seramik endüstrisinde kullanılan, endüstriyel sırlarda ortaya çıkan sır hatalarından bazıları, artistik anlamda

değer kazanabilir. Fakat, artistik sırlar sadece, rastlantı olarak çıkan sır hatalarıyla elde edilmezler. Artistik sırların çoğu detaylı bir ön araştırma ve kendilerine özgü üretim yöntemlerinin uygulanmasıyla üretilirler. Sırlar, mat, renkli, saydam, temmoku, bitkisel kökenli kül, derikraklesi, krakle, krom kırmızısı, çin kırmızısı akıcı, toplanmalı, raku, lüsterli, seladon, kristal ve aventürin sırları olarak sınıflandırılmıştır [1].

Aventürin sırlar genellikle alkalili borlu kurşunlu ve alüminası az olan sır bünyelerinin metal oksitlerle doyurulmasıyla elde edilir. Sır içinde çözünen Fe₂O₃ sır soğurken kristaller şeklinde ayrışır. Aventürin sırlarda kristaller, kristal sırlardan farklı olarak yüzeyde değil sırrın içinde gömülmüş olarak oluşur. Aventürin sırlar kristal sır grubundadır. Fakat bu sırlarda kristaller çok küçük noktacıklar şeklinde sırrın içinde gömülü durumdadır. Çok güzel artistik görümlere sahip olan aventürin sırlar, metal oksitlerin sır bünyesi içinde fazlaca kullanılmasıyla oluşurlar. Bilinen bazı aventürin sır çeşitleri bakır, demir ve krom aventürin sırlarıdır. En yaygınını ise demir aventürinlerdir [2].

Bu çalışmada bor türevlerinden olan kalsine tinkalin (Na₂B₄O₇·10H₂O) kalsine soda (Na₂CO₃) ile aventürin sır bünyesinde hammadde olarak kullanımı araştırılmıştır. Kalsine soda (Na₂CO₃) ile karıştırıldığında sır bünyesinde kristallik ve parlaklığın artması ile olan etkileri araştırılmıştır. Seger piramidi baz alınarak 42 adet sır reçetesi hazırlanmıştır. Hazırlanan sır reçeteleri su ile öğütülüp akıtma yöntemi ile yer karası bisküvileri üzerine uygulanarak laboratuvar ve endüstriyel ölçekli olarak pişirime tabi tutulmuştur.

2. MALZEME VE YÖNTEM

Aventürin sır kompozisyonlarında kalsine tinkalin etkisinin araştırılmasında Etİbor Kırka Boraks işletmesinden temin edilmiş kalsine tinkalin kimyasal analizi çizelge 1'de verilmiştir.

Bu hammadde bileşenlerinden oluşan ve Şekil 1'de verilen üçlü diyagram esas alınarak temel sır reçeteleri oluşturulmuş ve denemeler bu bağlamda sürdürülmüştür. Üçlü diyagramda yer alan 42 adet sır reçetesi (Çizelge 2)'de ayrı ayrı tartılıp, 10 dakika süreyle öğütülmüştür. Hazırlanan reçeteler Altın Çini ve Seramik A.Ş'den temin edilen angoplu yer karoları üzerine akıtma yöntemi ile uygulanmıştır.

Çizelge 1. Kimyasal analiz sonuçları.

Oksitler	Yüzde değerleri(%)
Na ₂ O	54.13
SiO ₂	9.41
CaO	8.33
MgO	7.79
Al ₂ O ₃	1.03
SrO	0.78
K ₂ O	0.75
SO ₃	0.59
Fe ₂ O ₃	0.47
Cl	0.20
I	0.16
CuO	0.04
Ateş Kaybı	16.33



Şekil 1. Üçlü diyagram.

Hazırlanan sır numuneleri laboratuvar ortamında Protherm marka HLF60 model fırında 1050°C'de 330 dk pişirilmiştir. Ayrıca hazırlanan reçeteler Altın Çini A.Ş. firmasındaki tünel fırında 1050°C de 30 dk hızlı pişirmeye tabi tutulmuştur. Elde edilen 3'lü diyagram sonuçlarına sonrasında görsel anlamda aventürin etki gösteren reçeteler seçilerek bu reçeteler üzerinde iyileştirme çalışmaları yapılmıştır. Geliştirilmek üzere seçilen reçeteler Çizelge 2'de reçete kompozisyonları ile birlikte gösterilmiştir. Ayrıca Çizelge 3'de iyileştirilen reçete kompozisyonları üzerinden hazırlanan yeni reçete kompozisyonları verilmiştir.

Çizelge 2. Seçilen hızlı pişirim sır reçeteleri (%18 Demir,%1.5 Alümina).

Hammadde	Kuvars	Kalsine soda	Kalsine tinkal
15.reçete	%50	0	%50
21.reçete	%37.5	0	%62.5

Çizelge 3. İyileştirme çalışması yapılan sır reçete kompozisyonları.

Hammadde	Kuvars	Kalsine soda	Kalsine tinkal	Alümina	Fe-NBS
15.reçete	%50	0	%50	%1.5	%18
15.reçete/1	%40	0	%60	%1.5	%18
15.reçete/2	%50	0	%50	%1.5	%22
21.reçete	%37.5	0	%62.5	%1.5	%18
21.reçete/1	%30	0	%70	%1.5	%18
21.reçete/2	%37.5	0	%62.5	%1.5	%22

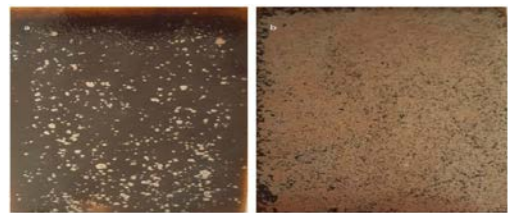
Karakterizasyon işlemleri iyileştirme çalışması yapılan sır reçete kompozisyonlarına hızlı ve yavaş pişirim karşılaştırması olarak yapılmıştır. İyileştirme sonrasında elde edilen pişmiş sır numune yüzeyleri NikonA100m marka ve AZ-STDM modellenli Polarize Optik mikroskop ile, faz gelişme incelemeleri ise Rigaku marka ve Miniflex modellenli X ışını difraktometresi (XRD) ile karakterize edilmiştir.

3.DENEY SONUÇLARI VE DEĞERLENDİRME

Aventürin sır kompozisyonlarında kalsine tinkalin etkisinin belirlenmesi amacıyla kullanılan üçlü diyagramda yer alan sır reçete kompozisyonlarının pişirim sonucu seçilen hızlı pişirim sır reçeteleri(15,21) ve yapılan iyileştirme sonuçları ise Şekil 2,3,4,5,6,7,'de verildiği gibidir.



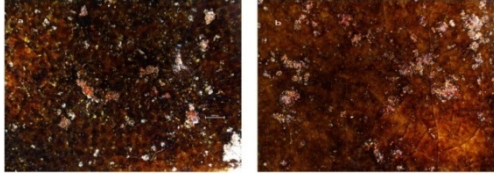
Şekil 2. 15.reçete hızlı pişirim(a), 21.reçete hızlı pişirim(b).



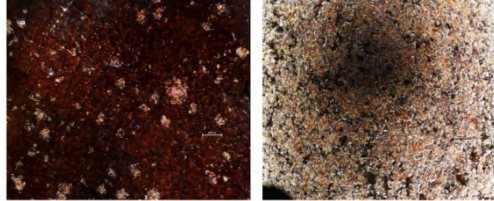
Şekil 3. 15/1.reçete hızlı pişirim(a), 15/2.reçete hızlı pişirim(b).



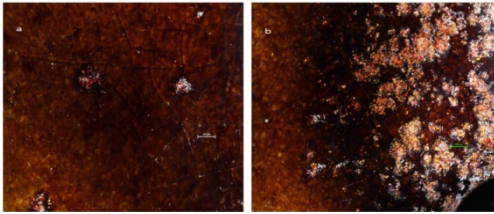
Şekil 4. 21/1.reçete hızlı pişirim(a), 21/2.reçete hızlı pişirim(b).



Şekil 5. 15.reçete hızlı pişirim optik mikroskop(a), 21.reçete hızlı pişirim optik mikroskop(b).



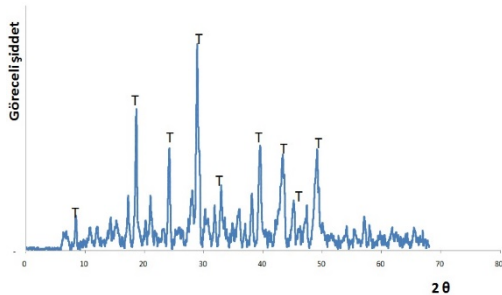
Şekil 6. 15/1.reçete hızlı pişirim optik mikroskop(a), 15/2.reçete hızlı pişirim optik mikroskop(b).



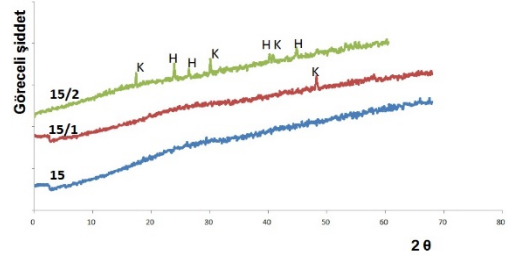
Şekil 7. 21/1.reçete hızlı pişirim optik mikroskop(a), 21/2.reçete hızlı pişirim optik mikroskop(b).

Optik mikroskop sonuçları incelendiğinde 15.reçetede kristallerin 15/1 de %10 oranında kalsine tinalın artırılması sonucu kristallenmenin daha fazla olduğu gözlemlenmiştir. %4 oranında Fe-NBS arttığında ise 15/2.reçetede tamamen kristallenme olduğu gözlemlenmiştir. 21.nolu reçete sonuçları incelendiğinde ise reçete kompozisyonlarında kristallenmenin olduğu fakat %7.5 oranında kalsine tinal arttığında 21/1 reçetede kristallenmenin azaldığı gözlemlenmiştir.%4 oranında Fe-NBS arttığında ise 21/2.reçetede 21.reçeteden daha fazla ve homojen kristallenme olduğu gözlemlenmiştir.

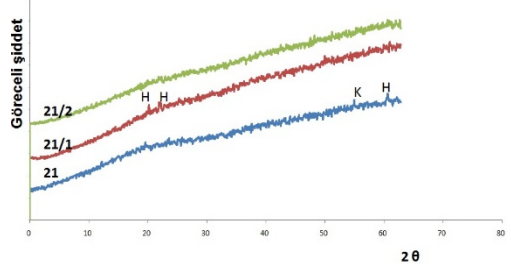
Faz gelişmeleri için Rigaku marka ve Miniflex modeli X ışını difraktometresi (XRD) uygulanmış ve sonuçlar Şekil 8,9,10,' de verilmiştir.



Şekil 8. Kalsine tinalınXRD sonuçları (T:tinkalkonit)



Şekil 9. 15.nolu reçetenin XRD sonuçları(K:low-quartz H:Hematite)



Şekil 10. 21.nolu reçeteninXRD sonuçları(K:Low-quartz H:Hematite).

XRD sonuçları incelendiğinde 15.Nolu reçetenin camısı faz oluşturduğu gözlemlenmiştir. 15/1 nolu reçetede ise artan %10 oranında kalsine tinalden dolayı hematit fazının olduğu gözlemlenmiştir. 15/2 nolu reçetede ise %4 oranında artan Fe-NBS sayesinde hematit ve low-kuars fazlarının olduğu gözlemlenmiştir. 21.nolu reçete 15.nolu reçete ile aynı özellik göstererek camısı faz oluşturmuştur.

Kaynakça

- [1]. Sarı H.Düşük dereceli (750 °C – 1020 °C) Kromatlı sırlar, 2010.
- [2]. Genç P.Aventürin oluşturulabilen bakır, demir ve krom oksitlerle yapılan sıraştırmaları, 1994.
- [3]. F. Oruç, E. Sabah, Z. E. Erkan. Türkiye'de Bor Atıklarının Sektörel Bazda Değerlendirme Stratejileri II.Uluslararası Bor Sempozyumu Eskişehir Türkiye, 2004.
- [4]. Çolak, M Etibank-Kırka Boraks İşletmesi Atıklarının Turgutlu Killeri ile Tuğla Kiremit denemesi VI11 Ulusal Kıl Sempozyumu Bildiriler Kitabı (Ed L Işık) Kütahya s 277-286, 1997.
- [5]. Karasu B., Kaya G., Yurdakul H., Etibor Kırka Boraks İşletmesi konsantre ve türev atıklarının duvar karosu bünye özelliklerine etkisi, 1. Uluslararası Bor Sempozyumu Kitabı, 3-4 Ekim, Kütahya, 224-228. 2002.
- [6]. Ediz, N, Tinkal Cevherinin Zenginleştirilmesi ve Borlu Suların Arıtılmasında Tek Kademeli Çözme Helezonu Kullanımı Doktora Tezi Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Maden Mühendisliği Anabilim Dalı Eskişehir s 47-55, 1999.

THE INVESTIGATION OF TEMPERATURE AND CONCENTRATION EFFECT ON THE CORROSION INHIBITION OF MILD STEEL BY A NEWLY SYNTHESIZED SCHIFF BASE DERIVATIVE CONTAINING ELECTRON-DONATING GROUPS IN ITS STRUCTURE

Demet ÖZKIR^{a,b}

^a Nigde Ömer Halisdemir University, Faculty of Arts & Sciences, Department of Chemistry, Nigde, Turkey

^b Nigde Ömer Halisdemir University, Ulukışla Vocational School, Ulukışla, Nigde Turkey, dozkir@ohu.edu.tr

Abstract

In the present study, according to literature methods, a novel Schiff base derived from heterocyclic amines and aldehydes namely (*Z*)-2-((2,5-dichlorophenylimino)methyl)-4-methoxyphenol (DMT) was synthesized and evaluated as corrosion inhibitor at different temperatures for mild steel in 1 M HCl by electrochemical technique such as potentiodynamic polarization (TAFEL extrapolation method). In order to understand the mechanism of inhibition, adsorption isotherms were tested. The adsorption of inhibitor on metal followed Langmuir's adsorption isotherm. The experiments showed that the inhibition efficiency values (IE%) relies on concentration of inhibitor and temperature of measurements. The % IE values vary 73.6-76.1% for 1×10^{-5} M DMT solution and 81.8-89.4% for 1×10^{-3} M DMT solution at temperatures ranging from 298-328K. The highest inhibition efficiency was observed 1×10^{-3} M DMT concentration at 298 K. The results revealed that DMT inhibits the corrosion of mild steel by adsorbing to a great extent, even at high temperatures. The thermodynamic parameters of adsorption such as adsorption equilibrium constant (K_{ads}), adsorption free energy (ΔG_{ads}) and activation energy (E_a) reveal that there is a strong interaction between inhibitor and mild steel. Potentiodynamic polarization measurements indicate that the inhibitor behave as cathodic-type. In order to get detailed information about the adsorbed molecules on the metal surface in 1.0 M HCl at 298 K after 120 h of immersion was examined by using scanning electron microscope (SEM) technique. SEM observations confirmed the existence of protective inhibitor film on the mild steel surface.

Keywords: Temperature effect, Schiff base, Corrosion inhibition, Potentiodynamic polarization, Adsorption.

1. Introduction

Mild steel is among the most widely used engineering materials such as metal-processing equipment, marine applications, nuclear and fossil fuel power plants, transportation, chemical processing, pipelines, mining and construction [1-3]. Inhibited acid solutions are commonly used to reduce the corrosive attack of acid on metals. The use of inhibitors is specific for different systems and thus it has to be used completely. These

kinds of inhibitors decrease the corrosion processes by increasing the anodic or cathodic polarization behaviour, reducing the movement or diffusion of ions

and increasing the electrical resistance of the metallic surface [4]. In recent times, Many studies are keeping on for the development of "green" corrosion inhibitors by using cheap, effective molecules with low or "zero" environmental impact [5-7]. Schiff bases are good corrosion inhibitors due to the presence of C=N (imine) group, an electron cloud on the aromatic ring, and the electronegative nitrogen and oxygen atoms in the molecule [8]. The heteroatoms can donate the electrons to the unoccupied d orbitals of the metal and hence can form a suitable barrier for corrosion mitigation [9]. Schiff bases are also reported as effective corrosion inhibitors for metals giving inhibition efficiency (80–97%) [10]. Increasing popularity of Schiff bases in the field of corrosion inhibition science relied on the ease of synthesis from relatively inexpensive starting materials and their eco-friendly or low toxic properties [11]. The action of such inhibitors depends on the specific interaction between the functional groups and the metal surface [12].

The purpose of this study is to attain some insight into the temperature effect of DMT given the chemical structure in Figure 1 on the corrosion of mild steel in 1.0 M HCl solution. Electrochemical measurements such as potentiodynamic polarization were carried out at two concentrations of DMT in 1.0 M HCl for four temperatures. The effect of temperature on adsorption behaviour of DMT molecule was presented with thermodynamic parameters. Mild steel surfaces were characterized by using SEM technique.

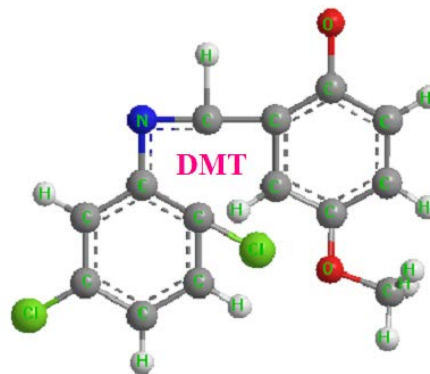


Figure 1. Chemical structure of the DMT inhibitor

2. Experimental Methods

2.1. Materials

Mild steel specimens having composition of (wt%): 0.08400 C, 0.21700 Cu, 0.06030 Cr, 0.01100 P, 0.10200 Si, 0.01100 V, 0.00222 Nb, 0.01040 Mo, 0.01900 S, 0.01620 Sn, 0.00198 Co, 0.07890 Ni, 0.40900 Mn and the remainder Fe (wt.%) were used for corrosion test. Mild steel rod was applied with its cross-sectional area of 0.5024 cm². The surface of the test electrode was mechanically abraded by emery papers with 150 up to 1000 grid to ensure the same surface roughness, degreased with acetone, and then washed with distilled water and finally dried before using.

2.2. Electrochemical measurements

The experiments were performed in 1.0 M HCl solution with and without 1x10⁻⁵ and 1x10⁻³ M DMT. The experiment cell consisted of a typical three electrode configuration where mild steel rod was used as working electrode. A platinum sheet which had a surface area of 1 cm² was used as a counter electrode and Ag/AgCl reference electrode by using a computer integrated CHI 660B model electrochemical analyser. The three-electrode cell was controlled thermostatically with a wear jacket at various temperatures (298, 308, 318 and 328 K) with and without DMT. Prior to the electrochemical measurements, one-hour stabilization period was allowed, which was proved to be sufficient to attain a stable value for the open circuit corrosion potential (E_{corr}). The potentiodynamic polarization curves were obtained by changing the electrode potential automatically from -350 up to +350 mV versus open circuit potential at a scan rate of 1 mV.s⁻¹. The linear Tafel segments of anodic and cathodic curves were extrapolated to corrosion potential to obtain corrosion current densities (i_{corr}).

2.3. Surface characterization

The SEM experiments were performed using a Leo 440 model computer controlled digital scanning electron microscope. In SEM micrographs, the specimens were exposed to the 1.0 M HCl in the absence and presence of DMT inhibitor (1x10⁻⁵ M and 1x10⁻³ M) under optimum conditions after 120 h of immersion.

3. Results and Discussion

3.1. Potentiodynamic polarization measurements

Polarization curves for mild steel electrode in the absence and the presence of DMT molecule with different concentrations (1x10⁻⁵ M and 1x10⁻³ M) at temperatures between 298 and 328 K are given in Figure 2. The related electrochemical parameters such as cathodic Tafel slopes ($-\beta_c$), corrosion potential (E_{corr}), corrosion current density (i_{corr}), and the inhibition efficiency (IE%) values are also listed in Table 1.

The corrosion current density values were determined by Tafel extrapolation of the cathodic Tafel lines. The inhibition efficiencies of DMT molecule have been

calculated from current density (i_{corr}) values through the following equation [13,14]:

$$IE(\%) = \left(\frac{i_{corr} - i'_{corr}}{i_{corr}} \right) \times 100 \quad (1)$$

where i_{corr} and i'_{corr} are uninhibited and inhibited corrosion current densities, respectively. The obtained data are also given in Table 1.

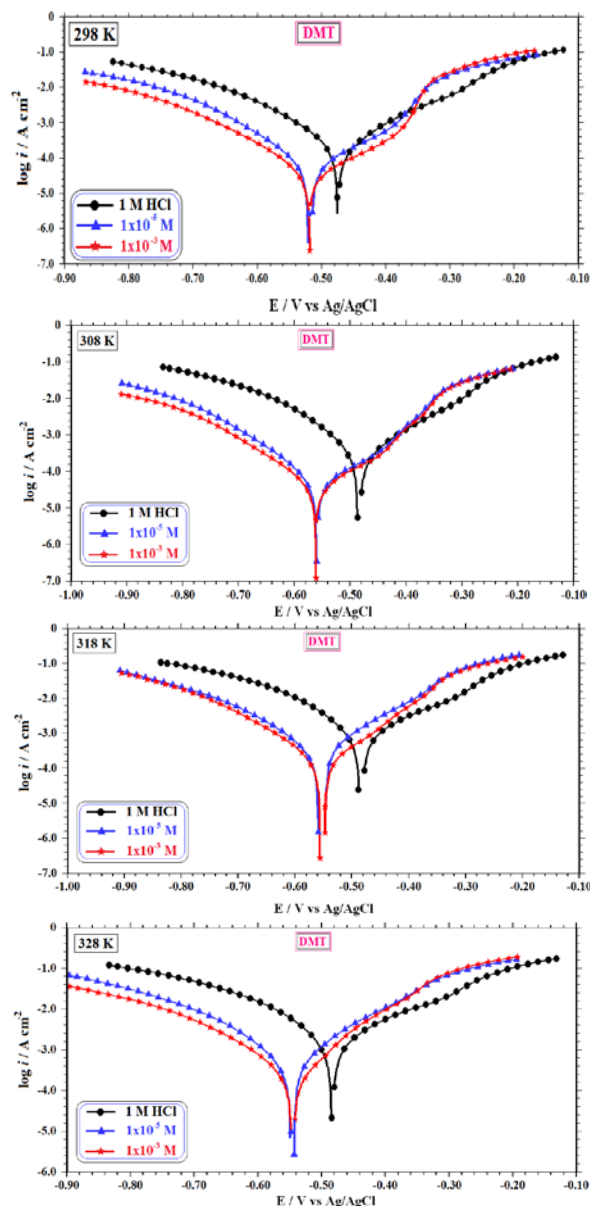


Figure 2. Cathodic and anodic potentiodynamic polarization curves obtained for mild steel in 1.0 M HCl for various concentrations of DMT at 298 K–328 K

In order to gain information about the kinetics of the dissolution process of the metal, the related electrochemical parameters, were calculated by extrapolation of linear region of cathodic potentiodynamic polarization curves to the corrosion potential. According to all polarization curves at each temperature, the increment of inhibitor concentration has decreased the cathodic current density values

when compared to the blank solution. Therefore, the DMT compound acted as a cathodic-type inhibitor at all temperatures. This confirmed that the addition of DMT has retarded the rates of cathodic; namely hydrogen evolution reactions.

It is seen that the increase in DMT concentration resulted in shifting the E_{corr} values to more negative values. Thus it can be pronounced that DMT is cathodic-type inhibitor.

Table 1. Potentiodynamic polarization parameters of mild steel in 1.0 M HCl solution containing different concentrations of DMT at 298 K–328 K.

DMT Conct. (M)	T (K)	E_{corr} (V/Ag/AgCl)	$-\beta_c$ (mV/dec)	i_{cor} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	IE (%)
1.0 M HCl (Blank)	298	-0.475	108	265	-
	308	-0.487	109	440	-
	318	-0.488	128	1296	-
	328	-0.484	157	2536	-
1.0×10^{-5}	298	-0.520	93	68	74.3
	308	-0.560	100	116	73.6
	318	-0.559	113	320	75.3
	328	-0.548	125	605	76.1
1.0×10^{-3}	298	-0.508	99	28	89.4
	308	-0.561	106	80	81.8
	318	-0.556	108	187	85.6
	328	-0.547	126	332	86.9

From Table 1, it is clearly seen that there is an increase in IE% with inhibitor concentrations at all temperatures. This finding indicates that the investigated inhibitor acts by adsorbing on the metal surface. Farsak et al. [14] have reported that the mode of inhibition is influenced by different type interactions of adsorbed inhibitors. Here, the corrosion inhibition can be clarified by the simple obstruction of active site of metal surface. In other words, reducing of the corroded area is realized with covering the surface by adsorbed organic molecules.

It is seen from Table 1, the slightly alteration IE% values at concentrations with the increase of temperature, notices the stronger adsorption of DMT on metal surface and very good protecting effect. The current density values examined were decreased from $265 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ to $28 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ (Fig. 2) at 298 K. The cathodic Tafel constant values ($-\beta_c$) did not change significantly but slightly changed at higher temperatures which shows that the hydrogen evolution mechanism have been little affected by DMT addition. The adsorption characteristic between mild steel surface and DMT molecules was not affected by rising the temperature or inhibitor concentration.

At higher temperatures, the calculated current density values of DMT were lower than that of the blank solution and have increased with temperature increment at two concentrations, because adsorption of the inhibitor occurs together with corrosion products on the metal surface at higher temperatures.

According to Table 1, it can be observed that DMT Schiff base has inhibitive properties at all temperatures as temperature increases. Hence, it can be said that the inhibition efficiencies are temperature dependent. The rise of temperature at almost all concentrations indicates the stronger adsorption of DMT inhibitor on mild steel surface and it can be evaluated that the results of inhibition efficiency tend to the chemisorption. The change of IE% values for mild steel in 1.0 M HCl in various concentrations of DMT for different temperatures is also given in Figure 3.

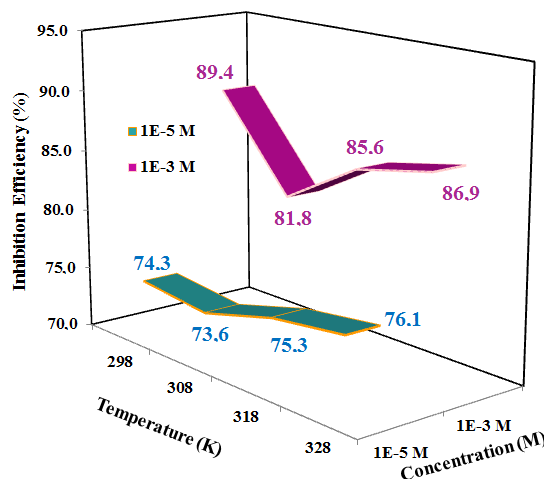


Figure 3. The change of IE% values for mild steel in 1.0 M HCl in various concentrations of DMT for different temperatures

3.2. Activation energy by Arrhenius equation

At higher temperature, as the adsorption and desorption process occur with little time gap, the metal surface will be exposed to the acidic environment for a longer period. Corrosion rate is related to temperature by the following Arrhenius type equation [15]:

$$\ln(i_{corr}) = \ln A - \frac{E_a}{RT} \quad (2)$$

where E_a represents the apparent activation energy, R is the gas constant, A is the pre-exponential factor and i_{cor} is the corrosion rate, obtained from the potentiodynamic polarization method. The all Arrhenius plots for the corrosion rate of mild steel are given in Figure 4.

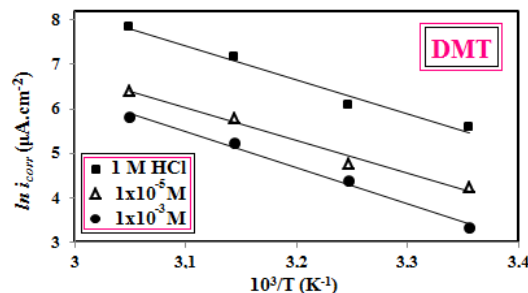


Figure 4. Arrhenius plots obtained with 1.0 M HCl and containing DMT at two concentrations

Values of E_a for the mild steel in 1.0 M HCl and in the presence of DMT were predicted by calculating the

slope of $\ln(i_{corr})$ vs. $1/T$. The calculated E_a values are given in Table 2.

Table 2. E_a^* values determined in inhibited and uninhibited 1.0 M HCl solutions (kJ / mol)

DMT	Inhibitor Concentration (M)		
	0	1.0×10^{-5}	1.0×10^{-3}
E_a (kJ/mol)	63.7	61.4	67.4

There are two possibilities: Firstly, ($E_{a,inh} > E_{a,HCl}$) the inhibitor is adsorbed on the most active adsorption sites (having lowest energy) and the corrosion process occurs predominantly on the active sites of higher energy. Secondly, ($E_{a,inh} < E_{a,HCl}$), the values of A are lower than that in pure HCl, i.e. a smaller number of more active sites remain uncovered which take part in the corrosion process. In cases of DMT concentration of 1×10^{-5} M, the activation energy values are slightly found lower when compared to 1.0 M HCl which is attributed to chemisorption. This may be interpreted that more DMT molecules are adsorbed to the active sites of the mild steel surface. In cases of DMT concentration of 1×10^{-3} M, the E_a values are found slightly greater than that of 1.0 M HCl. This situation may be interpreted that more DMT molecules are adsorbed to the most active sites of the mild steel surface. This increment in E_a value of inhibited solution shows the formation of higher energy barrier for corrosion process suggesting that adsorbed film of DMT film on mild steel surface prevents the charge/mass transfer reaction occurring on the surface.

3.3. Adsorption isotherms and temperature effect

Adsorption of the inhibitor molecules, on metal surface depends on charge and nature of the metal surface, namely electronic properties, interaction of ionic species and solvent molecules, temperature of corrosion reaction. The adsorption isotherm describes the interaction of inhibitor molecules with the metal surface which is important to evaluate the mechanism of the inhibition.

The adsorption process is a substitution reaction which occurs between the metal/solution interface by replacing adsorbed water molecules and organic molecules. Several adsorption isotherms were tested among which Langmuir isotherm gave the best fit with values of regression coefficient (R^2) very close to unity. According to this isotherm, θ is related to the inhibitor concentration $C_{(inh)}$. The Langmuir isotherm can be represented as follows [16].

$$\frac{C_{(inh)}}{\theta} = \frac{1}{K_{(ads)}} + C \tag{3}$$

where $C_{(inh)}$ is the DMT concentration and $K_{(ads)}$ is the adsorption equilibrium constant of the adsorption process (Fig. 5). In the present study, the adsorption free energy (ΔG_{ads}°) and $K_{(ads)}$ are calculated from Langmuir adsorption isotherm.

$$K_{ads} = \frac{1}{55.5} \exp\left(-\frac{\Delta G_{ads}^\circ}{RT}\right) \tag{4}$$

where, R is the universal gas constant, T is the absolute temperature and value 55.5 represent the molar concentration of water in acid solution.

Calculated $K_{(ads)}$ and ΔG_{ads}° values of DMT are listed in Table 3. Langmuir isotherm plots for DMT are also presented in Figure 5. Generally, values of ΔG_{ads}° (Table 3) up to -20 kJ/mol are consistent with the electrostatic interaction between the charged molecules and the charged metal (physisorption) while those which are more negative than -40 kJ/mol represents sharing or transfer of electrons from the inhibitor molecules to the metal surface to form a coordinate type bond (chemisorption).

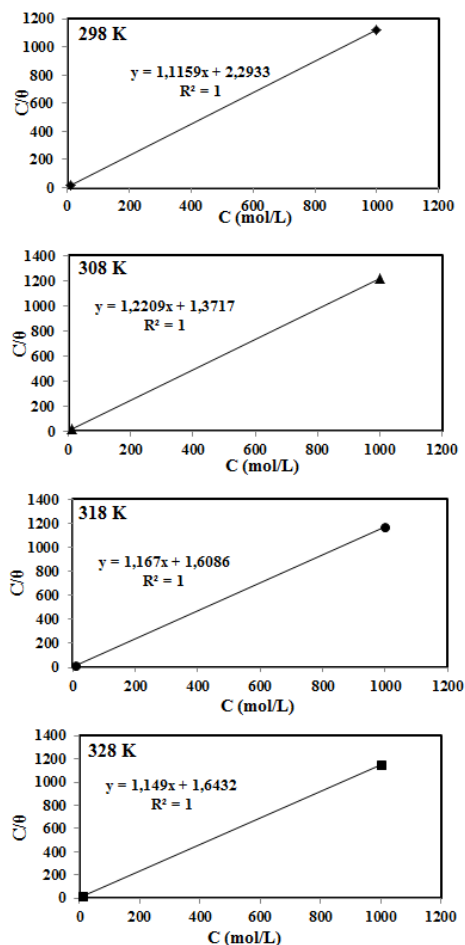


Figure 5. Langmuir isotherm plots for adsorption of DMT on mild steel in 1.0 M HCl at 298-328 K

According to Table 3, the calculated all ΔG_{ads}° values are more negative than -40 kJ/mol and stands for chemisorption which occurs by a coordinate type of metal bond by sharing or transfer of electrons from the inhibitor molecules to the metal surface (chemisorption).

Table 3. The values of K_{ads} and ΔG_{ads}° for mild steel in absence and presence of NBDCA in 1.0 M HCl at different temperature

T(K)	K_{ads}	ΔG_{ads}° (kJ/mol)
298	436052.9	-42.1
308	729022.4	-44.9
318	621658.6	-45.9
328	608568.7	-47.3

3.4. Morphological investigation of surface

The SEM experiments were carried out in order to verify the adsorption of DMT on the mild steel surface. The SEM micrographs obtained for the metal surface in the absence and presence of the 1×10^{-5} and 1×10^{-3} M concentration of DMT in 1.0 M HCl after 120 h of immersion time at 298 K are given in Figure 6. The mild steel surface in the absence of inhibitor is highly corroded due to aggressive acid solution and this surface that immersed in 1.0 M HCl was rough, full of metal imperfections like pits, cavities, voids and cracks. The images taken in the presence of 1×10^{-5} M DMT solution show a smoother surface consisting of fewer pits. At 1×10^{-3} M DMT solution, it can be seen that the rate of corrosion is suppressed, and there is little acid corrosion product on the steel surface and this surface property ensures a high degree of protection for the mild steel surface by DMT. This is due to the formation of a protective film hindering the dissolution of carbon steel surface after 120 h of exposure in 1×10^{-3} M DMT.

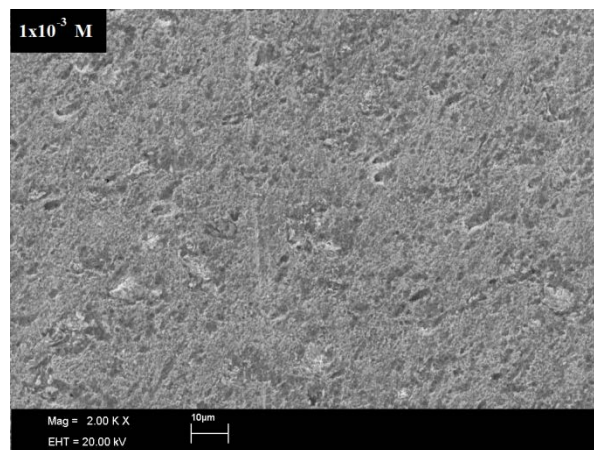
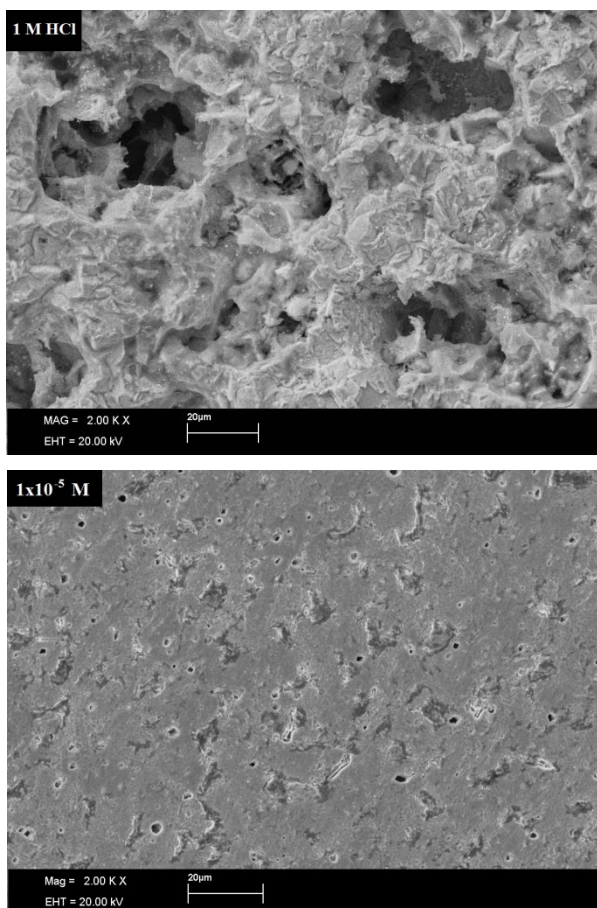


Figure 6. SEM images of blank, 1.0×10^{-5} M and 1.0×10^{-3} M DMT in 1.0 M HCl solution after immersion of 120 h

The potentiodynamic polarization and surface morphology results are in good agreement with each other.

4. Conclusions

A new Schiff base DMT was synthesized and studied as corrosion inhibitor on mild steel in 1.0 M HCl solution for temperature effect. The points of this study can be summarized as follows:

- 1) Tafel plots showed that DMT is completely cathodic-type inhibitor at all studied temperature.
- 2) DMT was displayed very good inhibition efficiency against mild steel in 1.0 M HCl solution by at temperatures ranging from 298 to 328 K.
- 3) Inhibition efficiency values increased with elevating DMT concentration, and it was found 89.4% of 1.0×10^{-3} M optimum concentration at 298 K.
- 4) The adsorption of DMT obeyed Langmuir adsorption isotherm model in all studied temperatures.
- 5) SEM images prove that mild steel still has a smooth surface after 120 h of immersed in 1.0 M HCl including DMT concentrations in comparison with blank solution.
- 6) The high values of K_{ads} and ΔG_{ads}° for mild steel in the presence of DMT in 1.0 M HCl at different temperature claimed that a strong adsorption of DMT take place on the metal surface due to the formation of a chemisorbed film.

5. Acknowledgements

Author gratefully thanks to Nigde Ömer Halisdemir University Scientific Research Projects Unit (Project Number: FEB 2013/41) for their financial support during this study.

References

- [1] Erbil, M., *Korozyon İnhibitöleri ve İnhibitör Etkinliklerinin Saptanması*, Segem, Ankara, 3–146, 1984.
- [2] Abd El-Raouf, M., El-Azabawy, O.E., and El-Azabawy, R.E., Investigation of adsorption and inhibitive effect of acid red GRE (183) dye on the corrosion of carbon steel in hydrochloric acid media, *Egypt. J. Petrol.*, 24, 233–239, 2015.
- [3] Özkır, D., and Bayol, E., Inhibition Efficiency of Benzidine for Mild Steel in Acidic Media, *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, 47, (4), 517–527, 2011.
- [4] Ansari, K.R., Quraishi, M.A., and Singh, A., Schiff's base of pyridyl substituted triazoles as new and effective corrosion inhibitors for mild steel in hydrochloric acid solution, *Corros. Sci.*, 79, 5–15, 2014.
- [5] Gupta, S.R., Mourya, P., Singh, M.M., and Singh, V.P., Synthesis, structural, electrochemical and corrosion inhibition properties of two new ferrocene Schiff bases derived from hydrazides, *Journal of Organometallic Chemistry*, 767, 136–143, 2014.
- [6] Karthik, G., and Sundaravadivelu, M., Studies on the inhibition of mild steel corrosion in hydrochloric acid solution by atenolol drug, *Egyptian Journal of Petroleum*, 25, 183–191, 2016.
- [7] Özkır, D., and Çıfıbaşı, Ö., Asidik ortamda yumuşak çeliğin korozyonuna inhibitör olarak 2.5-dikloroanilin türevli bir Schiff bazının adsorpsiyonunun elektrokimyasal yöntemlerle incelenmesi, *Engineering sciences*, 12, 97–107, 2017.
- [8] Xu, B., Yang, W., Liu, Y., Yin, X., Gong W., and Chen, Y., Experimental and theoretical evaluation of two pyridinecarboxaldehyde thiosemicarbazone compounds as corrosion inhibitors for mild steel in hydrochloric acid solution, *Corros. Sci.*, 78, 260–268, 2014.
- [9] Singh, A., Ansari, K.R., Kumar, A., Liu, W., Songsong, C., and Lin, Y., Electrochemical, surface and quantum chemical studies of novel imidazole derivatives as corrosion inhibitors for J55 steel in sweet corrosive environment, *J. All. Comp.*, 712, 121–133, 2017.
- [10] Singh, P., and Quraishi, M.A., Corrosion inhibition of mild steel using novel bis Schiff's bases as corrosion inhibitors: Electrochemical and surface measurement, *Measurement*, 86, 114–124, 2016.
- [11] Abd El-Lateef, H.M., Abu-Dief, A.M., Abdel-Rahman, L.H., Sañudo, E.C., and Aliaga-Alcalde, N., Electrochemical and theoretical quantum approaches on the inhibition of C1018 carbon steel corrosion in acidic medium containing chloride using some newly synthesized phenolic Schiff bases compounds, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 743, 120–133, 2015.
- [12] Ahamad I., Prasad R., and Quraishi M.A., Adsorption and inhibitive properties of some new Mannich bases of Isatin derivatives on corrosion of mild steel in acidic media, *Corros. Sci.* 52, 1472–1481, 2010.
- [13] Özkır, D., Kayakırılmaz, K., Bayol, E., Gürten, A.A., and Kandemirli, F., The inhibition effect of Azure A on mild steel in 1M HCl. A complete study: Adsorption, temperature, duration and quantum chemical aspects, *Corros. Sci.* 56, 143–152, 2012.
- [14] Farsak, M., Keleş, H., and Keleş, M., A new corrosion inhibitor for protection of low carbon steel in HCl solution, *Corros. Sci.* 98, 223–232, 2015.
- [15] Chaitra, T.K., Mohana, K.N.S., and Tandon, H.C., Thermodynamic, electrochemical and quantum chemical evaluation of some triazole Schiff bases as mild steel corrosion inhibitors in acid media, *J. Mol. Liq.*, 211, 1026–1038, 2015.
- [16] Albrimi, Y.A., Addi, A.A., Douch, J., Souto, R.M., and Hamdani, M., Inhibition of the pitting corrosion of 304 stainless steel in 0.5 M hydrochloric acid solution by heptamolybdate ions, *Corrosion Science*, 90, 522–528, 2015.

LOW-VELOCITY IMPACT BEHAVIOURS OF BORON PARTICLE REINFORCED IRON MATRIX COMPOSITES (Fe/B)

DEMİR MATRİSLİ BOR TAKVİYELİ KOMPOZİTLERİN (Fe/B) DÜŞÜK HIZLI DARBE DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

Mustafa HAMAMCI^a, Fehmi NAİR^b, A. Alper CERİT^c, Recep GÜNEŞ^d

^a Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Kayseri, Türkiye, mhamamci@erciyes.edu.tr

^b Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Kayseri, Türkiye, fnair@erciyes.edu.tr

^c Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Endüstriyel Tasarım Mühendisliği Bölümü, Kayseri, Türkiye, acerit@erciyes.edu.tr

^d Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Kayseri, Türkiye, recepg@erciyes.edu.tr,

Özet

Bu çalışmada, farklı takviye oranlarında bor (B) ile takviyelendirilmiş demir (Fe) matrisli kompozit malzemelerin toz metalurjisi ile üretilmesi sonrasında mikroyapı, sertlik ve porozite özellikleri ile düşük hızlı darbe davranışları araştırılmıştır. Dört farklı hacim oranında (%5-10-20-30) B ile takviyelendirilmiş kompozit numuneler sıcak preste kompaktlanmış ve koruyucu atmosfer altında 1000°C sıcaklıkta 30 ve 60 dakika süreyle sinterlenmiştir. Kompozitlerin içyapı incelemelerinden sonra porozite ve sertlik ölçümleri yapılmıştır. Düşük hızlı darbe deneyleri Charpy yöntemiyle uygulanmış, kırılma kuvveti ile kırılma enerjilerindeki değişimler %B takviye oranı ve sinterleme süresi bakımından mukayese edilmiştir. Mikroyapı özellikleri ile mekanik davranışları arasındaki ilişkiler de irdelenmiştir.

Takviye oranı arttıkça sertlik ve porozite artmış, gerçek yoğunluk azalmıştır. Sinterleme süresinin sertlik ve porozite üzerindeki etkisi çok az olmuştur. İç yapıda in-situ demir borür fazları (Fe₂B) görülmüştür. Bu ikincil fazlar kompozitlerin sertlik artışı üzerinde çok etkili olmuştur. Kırılma karakteristiği gevrek türde olmuştur. Takviye oranının artmasıyla kompozitlerin kırılma kuvvetleri ve kırılma enerjileri büyük oranda azalmıştır. Sinterleme süresinin darbe özellikleri üzerinde kayda değer bir etkisi gözlenmemiştir.

Anahtar kelimeler: Fe/B kompozitleri, Toz metalurjisi, İn-situ borür fazı (Fe₂B), Charpy darbe testi.

Abstract

In this study, microstructure, hardness, porosity and low velocity impact behaviours of iron (Fe) matrix composites reinforced with different ratios of boron (B) were investigated after fabricated by powder metallurgy method. Composites, reinforced with four different volume fractions (5-10-20-30%) of B, were compacted in hot press and then sintered at 1000°C temperature under protective atmosphere for 30 and 60 minutes. Hardness and porosity measurements were done after the microstructural examinations. Low-velocity impact

tests were carried out using the Charpy method. Fracture force and fracture energies variations were compared in terms of the reinforcement ratio of B and sintering time. Relations of microstructure properties and mechanical behaviors are also examined.

Hardness and porosity values were increased with increasing the reinforcement ratio of B, and real density was decreased. The effect of sintering time on hardness and porosity was found very slight. In-situ iron boride phases (Fe₂B) were observed in microstructure. This phases were very effective on the increase of hardness values of composites. The fracture character was in the form of brittle. Fracture forces and fracture energies of composites were decreased excessively as the increasing of reinforcement ratio. There was not significant effect of sintering time on impact behaviours.

Keywords: Fe/B composites, Powder metallurgy, In-situ boride phases (Fe₂B), Charpy impact test.

1. Giriş

Ağırlığı diğer döküm metallere göre daha düşük, mekanik özellikleri çok daha iyi olan seramik takviyeli metal matrisli kompozitler, yüksek özgül dayanımı, yüksek aşınma direnci ve gelişmiş termal yorulma dayanımları ile değişik türdeki birçok zorlanma altında çalışan makine elemanı ve konstrüktif yapılarda tercih edilmektedir. Yüksek erime noktası (2075°C), düşük yoğunluk (2,34 gr/cm³), yüksek korozyon ve aşınma direnci, yüksek özgül dayanımı, yüksek ısı direnci ve mekanik özellikleri ile endüstri için ideal bir malzeme olan bor (B), 9.3 Mohs sertliği (~45 GPa HV) ile elmas ve kübik bor nitrürden (CBN) sonra en yüksek sertliğe sahip bir ametaldir. Metalurjide, zırah uygulamalarında, metal yüzeylerinin sertleştirilmesinde, kesici takımlarda ve aşındırıcılarda, uzay ve kimya sanayisinde olmak üzere birçok kullanım alanına sahiptir.

Uygun sıcaklık ve belirli bir sürede Fe ve B arasındaki reaksiyon sonucunda oluşan Fe₂B ve FeB ikicil fazlarının etkisiyle yüzey sertleştirme işlemi olan borlama, borun demir matrise yayılımı esasına dayanan ve üzerinde yoğun olarak çalışılan bir alandır. Bu termokimyasal işlem ile metal yüzeyi yüksek sertlik, yüksek aşınma direnci ve düşük sürtünme katsayısına

sahip olurken iç kısım nispeten yumuşak ve tok yapıya sahip olur. Fe₂B ve FeB ikincil borür fazları 1100°C sinterleme sıcaklığında demir ve borun reaksiyona girmesiyle bor karbür çevresinde oluşmaya başlar [1]. Demir içerisine katılan az miktardaki bor elementi sinterlenebilirliği, plastisiteyi ve mukavemeti sıvı faz oluşturmadan artırır [2]. %3 Bor karbür takviyeli yapıda 1000-1200°C sıcaklık aralığında başlayan sıvı faz oluşumu sinterlemeyi hızlandırır. Sıvı faz demir tozlarının tane sınırlarından yapı içerisine doğru nüfuz ederek porozite miktarını azaltır [3]. Fe-B diyagramında ağırlıkça maksimum %8,83 B içeren yapıda üç faz görülmektedir; demir içinde katı bor çözültisi (çözülebilirlik limiti %0,0028), %3,8 B içeren Fe-Fe₂B ötektiği ve %8,83 B içeren Fe₂B intermetalığı. Yapıdaki B yüzdesinin değişimi Fe-Fe₂B ötektiğinin mikroyapı ve mekanik özelliklerini etkilemektedir. [4]. Fe/Fe₂B fazları alaşım elementlerinin etkisiyle daha yavaş ve ince tabakalı oluşur [5]. Borür fazlarının oluşumu üç aşamada değerlendirilmektedir. Öncelikle, Fe-B₄C partiküllerinin temas bölgesinde oluşup radyal doğrultuda yönelen ve ana metal yüzeyine doğru uzanan iğnemi Fe₂B kristalleri görülür. Son aşamada Fe₂B oluşumu iç kısımlara dikey doğrultuda yönelen ve tamamlanır ve en üstte FeB fazı oluşur [6]. 1000°C reaksiyon sıcaklığındaki tepkime sonunda yapıdaki fazla karbonun çökmesiyle iç yapıda FeB-B₄C-grafit üçlü faz yapısı meydana gelir [7]. Borlama sonunda borür tabakasının sertliği 1700 HV olmakta ve iç kısımlara doğru sertlik azalmaktadır [8]. Fe-B alaşımına %0.2-0.6 karbon ilavesiyle 1150° C'de ötektik Fe₂B+FeB fazlarının oluştuğu gözlenmiştir [9]. Fe-%10B yapısına %4 Al ve %0.3-0.6 C ilave edilerek 1120-1400°C sıcaklık aralığında sinterlenmesiyle oluşan FeB intermetalikleri çeliğe gevreklik kazandırmıştır [10]. Nowacki ve Klimek [11] 1100-1160°C'de sinterlenen Fe-B sermetinde oluşan Fe₂B fazının sertliğini 1800 HV, matris fazını ise 500 HV ölçmüşlerdir.

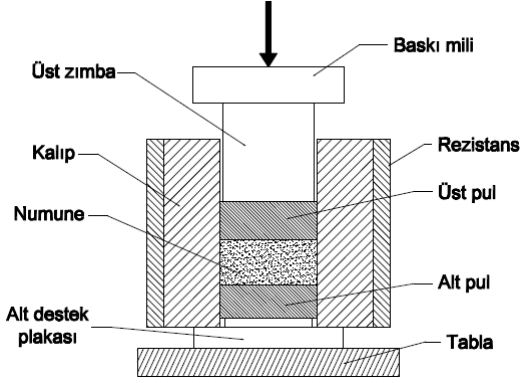
Farklı elemanlarla takviyelendirilmiş kompozitlerin düşük hızlı darbe davranışları yapılan farklı çalışmalarla incelenmiştir. Toz enjeksiyon yöntemiyle üretilmiş B₄C takviyeli alüminyum matrisli kompozitlerin darbe tokluğunu araştıran Ibrahim ve arkadaşları [12] kırılma sonrasındaki mikroyapı ve kırılma yüzeyi görüntülerini de incelemişlerdir. Kırık yüzeydeki çatlak oluşumlarının genellikle matris-partikül ara yüzeyinde başladığı, matrise veya B₄C partikülü içinden ilerlediği görülmüştür. 6061 Alüminyumunu B₄C ile takviyelendiren Karabulut ve arkadaşları [13] işlenebilirlik ve mekanik özellikleri araştırmışlardır. Toz metalurjisi ve sıcak ekstrüzyon yöntemiyle ağırlıkça %5-10-15 ve 20 oranında B₄C içeren kompozitlere V çentik açılmış, 3 tekrarlı Charpy darbe testi uygulanmış ve kırılma enerjilerinin ortalamaları alınmıştır. B₄C takviye oranı arttıkça sertlik artmış kırılma tokluğu azalmıştır. Havacılıkta kullanılan karbon fiber takviyeli Torayce

kompozitlerin çentiksiz Charpy darbe davranışlarını Hufenbach ve arkadaşları [14] farklı fiber yönleri için deneysel ve numerik olarak incelemişlerdir. Tanks ve arkadaşları [15] karbon fiber takviyeli polimer kompozitlerin Charpy darbe davranışlarını çentikli ve çentiksiz numuneler üzerinde incelemişlerdir. Otomobillerdeki direksiyon mafsallarının darbe davranışlarını inceleyen Sivananth ve arkadaşları [16] Al-Si matrix alaşımı içerisindeki TiC miktarının etkilerini araştırmışlardır. Charpy darbe deneyleri çentikli numuneler üzerinde 4 m/sn hızla oda sıcaklığında yapılmıştır. Toz metalurjisi ile üretilmiş Cr, Ni ve Mo içeren demir alaşımlarının sertlik değerleri arttıkça Charpy darbe enerjilerinin azaldığı görülmüştür [17]. SiC takviyeli Al matrisli kompozitlerin Charpy darbe davranışlarını -176 ile 300°C arasında inceleyen Sedat ve arkadaşları [18] sıcaklık değişiminin darbe enerjisi üzerinde etkili olmadığını belirtmişlerdir. Farklı çentik geometrileri ile kriyojenik ortam şartlarının Al-Al₂O₃-SiC hibrit kompozitlerin kırılma tokluğu üzerindeki etkileri Arun ve arkadaşları tarafından incelenmiştir [19]. Kırılma tokluğu sıcaklık azaldıkça artmıştır. Sıcaklık değişiminin (25-200°C) Al₂O₃-Al kompozitlerinin darbe özellikleri üzerindeki etkilerini inceleyen Bonollo ve arkadaşları [20] sıcaklık azaldıkça kırılma enerjisi değerinin çok az miktarda düştüğünü ifade etmişlerdir.

Farklı takviye elemanları ve matris malzemesi ile farklı yöntemler kullanarak üretilmiş kompozit malzemelerin mikro yapı ve mekanik özelliklerini konu alan bir çok çalışma bulunmaktadır. Fakat bor ile homojen dağılımlı takviyelendirilmiş demir matrisli kompozitlerin düşük hızlı darbe davranışlarını konu alan bir çalışma bulunmamaktadır. Bu çalışmada bor partikülleri demir matris içerisinde toz metalurjisi yöntemiyle homojen dağıtılmış, in-situ reaksiyonuyla Fe atomları yüzeyine homojen ve mikro boyutlarda difüze edilmiştir. İn-situ borür fazlarının oluşum mekanizmaları incelenmiş, kompozit numunelerin mikroyapı, sertlik ve düşük hızlı darbe davranışları üzerindeki etkileri araştırılmıştır.

2. Deneysel Çalışmalar

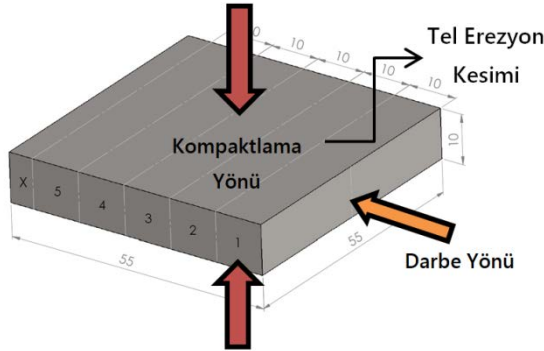
Kompozit numunelerin üretimi için 1-9 µm tane boyutuna sahip Fe tozu ile <40 µm boyuta sahip Bor tozu hacimce belirlenen yüzdelere için (%0-5-10-20-30) hassas terazi yardımıyla tartılarak hazırlanmıştır. Ardından bu karışımlar farklı kaplar içerisinde Turbula karıştırıcı içerisinde 100 dev/dk hızla 1 saat karıştırılmıştır. Toz karışımları, 55x55x10 mm ölçülerinde kare kalıp boşluğuna sahip AISI H13 takım çeliğinden üretilmiş kalıp içerisinde hidrolik pres ünitesinde tek yönlü sıkıştırılarak (Şekil 1) toz metalurjisi yöntemiyle üretilmiştir. Kalıp dış yüzeyinden 500°C sıcaklığa ısıtılarak 250 MPa basınç 30 dakika boyunca uygulanmıştır.



Şekil 1. Tek eksenli sıcak pres ile kompozit numune üretim metodu.

Kompaktlanan numuneler Protherm PTF18 yüksek sıcaklık tüp fırınında koruyucu Argon atmosferi altında, 8°C/dak ısıtma hızında, 1000°C sıcaklıkta 30 ve 60 dakika sinterlenmiştir. Sinterleme süresi sonunda numuneler fırın içerisinde oda sıcaklığına doğal soğutulmuştur. Daha sonra fırından çıkarılmış ve Şekil 2'de gösterildiği gibi tel erezyon yöntemi ile 55x10x10 mm ölçülerinde kesilmiştir.

Kesilen numunelerden birer tanesi mukayese amacıyla sinterlenmemiştir. Sinterlenen ve sinterlenmeyen numunelerden küçük bir parça alınarak metalografik muayene aşamalarına tabi tutulmuş ve yüzeyleri parlatılmıştır. Gerçek yoğunluk değerleri Arşimet yöntemi ile ölçülmüş, porozite değerleri hesaplanmıştır.



Şekil 2. Kompozit numunelerin üretimi ve darbe uygulama tekniği.

Parlatılan yüzeylerin iç yapı görüntüleri %5'lik Nital çözeltisi ile dağlandıktan sonra optik mikroskopla alınmıştır. Kırık yüzeylerin fraktografik analizleri ile iç yapı SEM görüntüleri ZEISS EVO LS10 elektron mikroskopunda alınmıştır. Darbe deneyleri öncesinde, numunelerin sertlik değerleri farklı Rockwell skalalarıyla ölçülmüştür.

Darbe deneyleri, ASTM E23-12C standardına göre toz istifleme doğrultusuna (presleme yönüne) dik yönde, Şekil 2'de gösterildiği gibi tatbik edilmiştir. Toz

metalurjisi ile üretilmiş olan numunelere ASTM B925 ve E23-12C standartları doğrultusunda çentik açılmamıştır. Charpy darbe fiştürüne konumlandırılan numuneler yine aynı standartlara göre üretilen vurucu kafa ile sabit darbe şartlarına maruz bırakılmıştır. CEAST Fractovis marka ağırlık düşürme test cihazı (Şekil 3) ile gerçekleştirilen deneylerde anti-rebound sistemi aktif hale getirilmiştir. ~20°C ortam sıcaklığında yapılan deneylerde sabit tutulan diğer parametreler; Darbe yükü: 5,2840 kg, Darbe hızı: 3,37 m/sn, Darbe yüksekliği: 579 mm ve Darbe enerjisi: 30 J'dür.

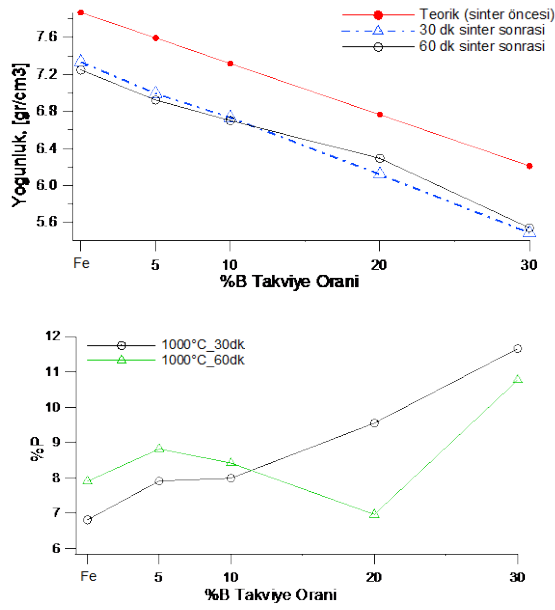
Deneyler aynı kompozisyondaki 2 numune üzerinde tekrarlı olarak, toplamda 20 darbe testi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen verilerin ortalamaları alınarak zamana bağlı kuvvet (F-t) ve enerji değişimi (E-t) grafikleri oluşturulmuştur.



Şekil 3. CEAST Fractovis düşük hızlı ağırlık düşürme darbe test cihazı.

3. Bulgular

Kompozit numunelerin sinterleme öncesindeki teorik yoğunluk değerleri ile sinterleme süresine bağlı gerçek yoğunluk değerlerine göre oluşturulan değişim eğrileri farklı takviye oranları için Şekil 4'deki grafikte gösterilmiştir. Teorik yoğunluğun ve gerçek yoğunluk değerlerinin Bor takviye oranının artmasıyla azaldığı açık şekilde görülmektedir. 30 ve 60 dakika sinterleme sonrasındaki gerçek yoğunluk değerlerinin ise teorik yoğunluk değerinden düşük olduğu görülmektedir. 30 dakika sinterlenen ve en yüksek yoğunluk değerine sahip (7.334 gr/cm³) takviyesiz Fe numunesinin yoğunluğu takviye oranı arttıkça azalmış ve %30 Bor takviyesinde %88.34 bağlı yoğunluk oranıyla en düşük değere (5.487 gr/cm³) düşmüştür.

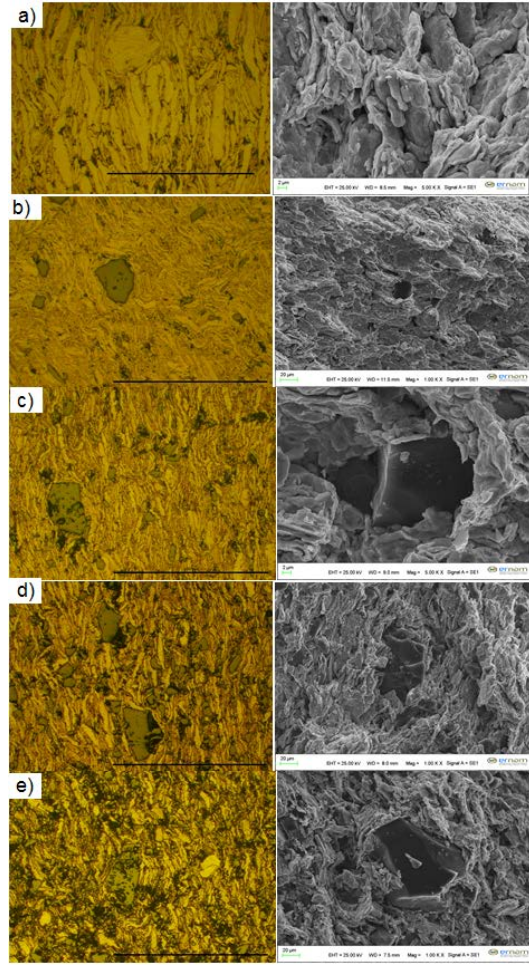


Şekil 4. Bor takviyeli kompozit numunelerin teorik ve sinterleme sonrası gerçek yoğunluk eğrileri ile %porozite değişim eğrisi.

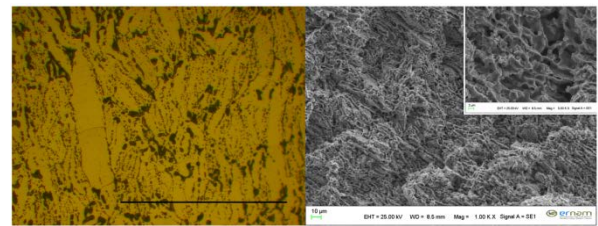
Sinterleme süresinin artmasıyla bor'un Fe matrise difüzyonu sonucu oluşan gözenekler, yoğunluğun düşmesinde az da olsa etkili olmuştur. Yoğunluk değişimi üzerinde takviye oranının daha etkili bir faktör olduğu görülmektedir. Karışım içerisindeki Fe tozuna göre sert B takviye elemanı oranının artmasıyla yapının ön kompaktlama basıncına karşı dirençli hale gelmesi, sıkıştırılabilirlik kabiliyetinin düşmesine ve dolayısıyla gerçek yoğunluğun artan bir ivmeyle azalmasına neden olmuştur.

Şekil 4'deki porozite değişim grafiği incelendiğinde, B takviye oranının artmasıyla %porozite oranının da arttığı görülmektedir. Bu durum her iki sinterleme süresi için de geçerli olmakla birlikte 60 dakika sinterlenen %20 B takviyeli kompozit numunenin porozite değeri farklı olarak ani şekilde azalmıştır.

Darbe davranışları üzerinde büyük etkiye sahip mikroyapı değişimleri %5 nital çözeltisiyle dağlanan yüzeylerden optik ve SEM fotoğrafları ile incelenmiştir. Sinterleme öncesindeki iç yapı görüntülerinde (Şekil 5) yapı içerisindeki takviye partiküllerinin homojen dağıldığı, herhangi topaklanma veya kümelenmenin oluşmadığı görülmektedir. Fakat, %10 ve üzeri B takviyeli kompozitlere ait mikroyapı görüntülerinde partiküllerde hasar oluşumları görülmüştür. Partiküllerdeki bu kırılmalar iç yapıdaki porozitenin artmasında etkili olmuştur. Takviyesiz Fe numunesinin 60 dakika sinterleme sonunda (Şekil 6) tane sınırlarının belirgin bir hal aldığı ve tanelerin irileştiği görülmektedir.

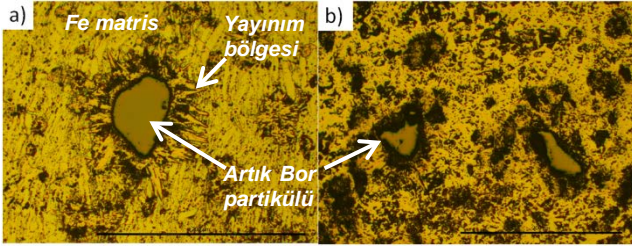


Şekil 5. Takviyesiz Fe-a), Fe+%5B-b), Fe+%10B-c), Fe+%20B-d) ve Fe+%30B-e) kompozit numunelerin sinter öncesi mikroyapı ve kırık yüzey SEM görüntüleri.

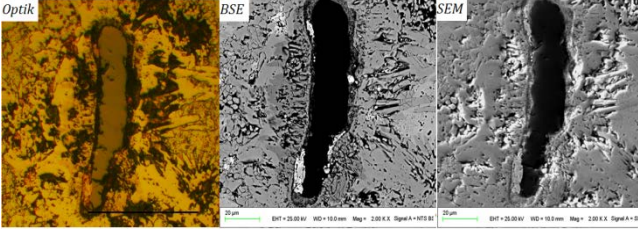


Şekil 6. 30 dakika sinterlenmiş takviyesiz Fe mikroyapı görüntüsü.

30 dakika sinterlenen Fe+%5B kompozitinde bor partiküllerinin matris yüzeyine difüzyonu sonucu düzensiz ve iğnemi geometriye sahip yayılım bölgeleri oluşmuştur (Şekil 7-a). Borca zenginleşen Fe matrise belirli bir orandan sonra bor yayılımı yavaşlamış ve kısmen çözünmüş B partikülleri yapı içerisinde kalmıştır (Şekil 7b). Büyük B partikülleri daha büyük yayılım bölgeleri oluşturmuştur.

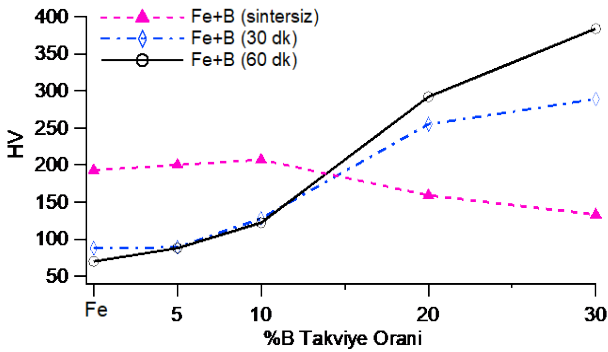


Şekil 7. Fe+%5B_30-a), Fe+%30B_60-b) kompozitlerinin mikroyapı görüntüleri.



Şekil 8. Fe+%10B_30 kompozitinin mikroyapı görüntüleri.

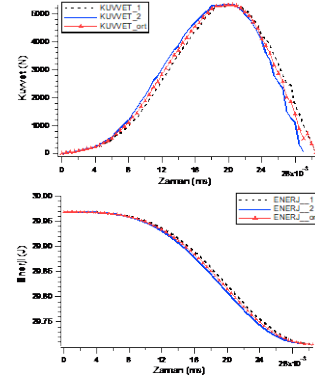
Şekil 8'de B partikülü civarında oluşan in-situ reaksiyonları sonucunda FeB ve Fe₂B ikincil faz bölgeleri kontrast farkı ile ayırd edilmektedir. Yapılan XRD analizlerinde ise yoğun Fe₂B fazına ait pikler görülmüştür. Şekil 9 grafiğindeki sertlik eğrilerine göre takviye oranının artmasıyla sertlik değerlerinde artış gözlenmiştir. Sertlik %30 takviye oranında maksimum değere ulaşmıştır. %20 takviye oranından sonra porozitenin artması sertlik değerinin azalan eğilim artmasına neden olmuştur.



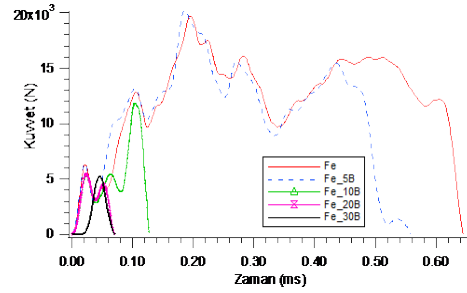
Şekil 9. Takviye oranı ve sinterleme süresine bağlı sertlik değişimi.

Tekrarlı yapılan darbe deneylerinden elde edilen zamana bağlı temas kuvveti ile vurucu kafanın kinetik enerjisindeki değişim verileri grafik üzerinde değerlendirilerek ortalama değerlerle karşılaştırılmıştır. Şekil 10 grafiğinde örnek eğriler gösterilmiştir. Tekrarlı deney verilerinin ortalama değerler ile oldukça uyumlu ve birbirine çok yakın olduğu, küçük farklar göz ardı edildiğinde tekrarlanabilirliğin iyi olduğu sonucu çıkarılabilir. Yapılan çalışmada belirlenen başlangıç darbe enerjisi (30J) numunelerin kırılma enerjilerinden

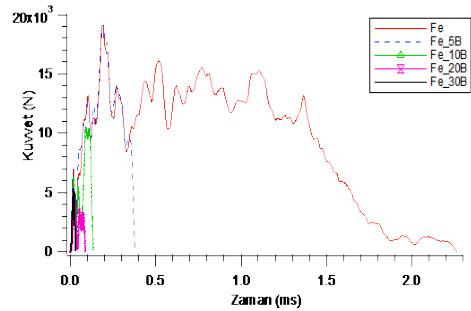
fazla olduğu için numunelerin hepsi kırılmıştır. Darbe testlerinden elde edilen verilerle oluşturulan zamana bağlı kuvvet (F-t) ve absorbe edilen enerji (E-t) grafikleri Şekil 11-14'te gösterilmiştir.



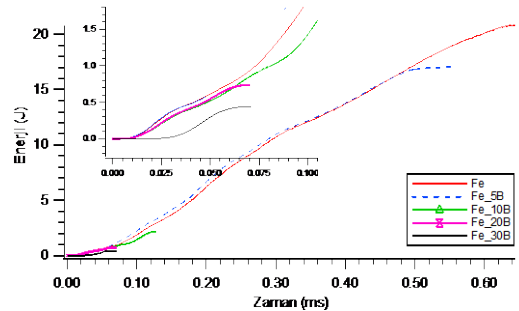
Şekil 10. Vurucu kafanın zamana bağlı temas kuvveti ve enerji değişimi ile ortalama eğrileri (Fe_30B_60dk).



Şekil 11. Fe+B_30dk kompozit numunelerin zamana bağlı kuvvet (F-t) değişim eğrileri.

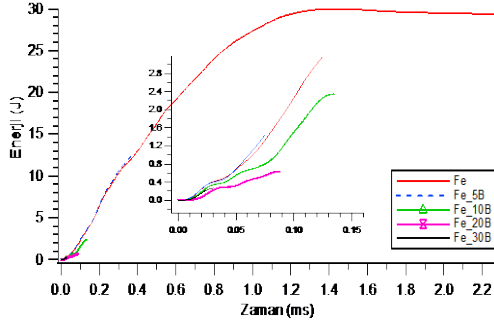


Şekil 12. Fe+B_60dk kompozit numunelerin zamana bağlı kuvvet (F-t) değişim eğrileri.

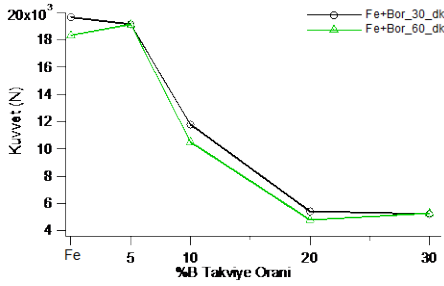


Şekil 13. Fe+B_30dk kompozit numunelerin zamana bağlı absorbe edilen enerji (E-t) değişim eğrileri.

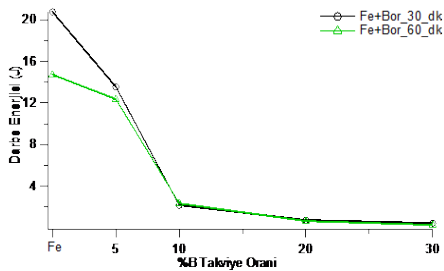
Grafikler incelendiğinde her iki sinterleme süresindeki numuneler üzerindeki temas kuvveti eğrilerinin yaklaşık olarak benzer profilde olduğu görülmektedir. Kuvvet-zaman grafiği çekme eğrisine benzetmekle beraber çok eksenli gerilmeler ve farklı çatlak ilerleme mekanizmaları temel farklılıkları oluşturmaktadır.



Şekil 14. Fe+B_60dk kompozit numunelerin zamana bağlı absorbe edilen enerji (E-t) değişim eğrileri.



Şekil 15. Kompozit numunelerin takviye oranına bağlı kırılma kuvveti (F_{max}) değişimi.

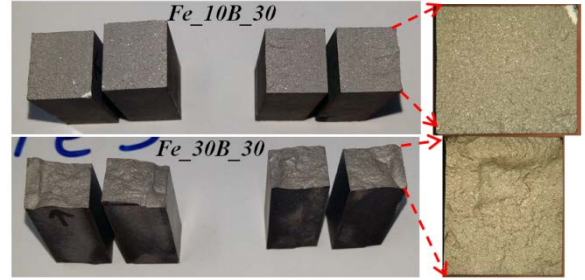


Şekil 16. Kompozit numunelerin takviye oranına bağlı kırılma enerjisi (E_k) değişimi.

Takviye oranının artmasıyla maksimum kuvvet değerinde numuneler ani olarak kırılmıştır. Maksimum kuvvet değerinde aniden başlayan çatlak hızlı şekilde ilerlemekte darbeye karşı direnç gösteren kesit alanı azalmakta ve temas kuvvet değeri düşmektedir. Çatlak oluşuktan sonra ilerlemesi esnasında çatlak hızı da sürekli olarak değişmekte ve kırılma yüzeyi görüntülerinde bu farklılık taneler arası veya tane içi kırılma türleri bakımından ayırd edilebilmektedir. Şekil

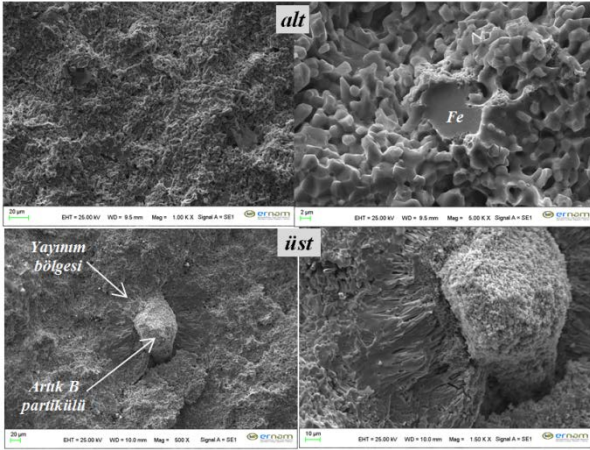
11-12 ile Şekil 15 grafikleri incelendiğinde kompozit numunelerin kırılması için gerekli maksimum kuvvet değerlerinin (F_{max}) B takviye oranı arttıkça azaldığı net olarak görülmektedir. Takviyesiz Fe numunesinde çatlak başlangıcı için gerekli maksimum kuvvet değeri diğer numunelere göre oldukça yüksektir. B takviyesinin kompozit numuneleri gevreklettiği ve kuvvet değerlerinin düşmesinde oldukça etkili olduğu görülmüştür. Artan sertlik değerleri, numunenin kırılması için gerekli kuvvet değerlerini düşürmüştür. Takviye oranının artmasıyla kırılma kuvvetinin düşmesinde, sertlik artışının getirdiği gevrekliğin yanı sıra iç yapıdaki porozitenin artmasının da büyük rolü vardır. Sinterleme süresindeki artışın kırılma kuvveti üzerinde fazla etkili olmadığı söylenebilir (Şekil 15).

Şekil 13-14'deki grafikler numunelerin kırılma hasarı gerçekleşene kadar absorbe ettikleri darbe enerjisi değişimini (E-t) göstermektedir. Bor oranının artmasıyla sertliği artan ve gevrek bir karakter kazanan numunelerin kırılma enerjileri azalmıştır. Sinterleme süresinin 60 dakikaya çıkarılması kayda değer bir farklılık oluşturmamış fakat genel olarak kırılma enerjilerinde azalmaya neden olmuştur (Şekil 16).



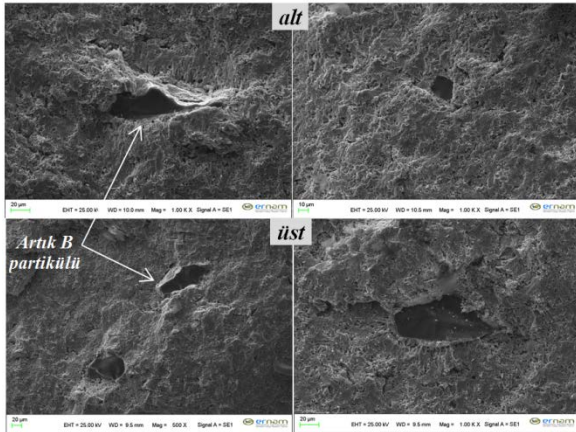
Şekil 17. Fe/B kompozitlerin darbe deneyleri sonrasındaki kırık yüzey makrofotografı.

Kırılma yüzeylerinden yapılan fraktografik analizlerde kırık yüzeylerin granüllü kumlu yapıda ve parlak olduğu, yan yüzeylerde herhangi bir yanaklaşmanın oluşmadığı görülmektedir. Bu haliyle kırılma karakteristiği genel olarak gevrek kırılmaya işaret etmektedir (Şekil 17).



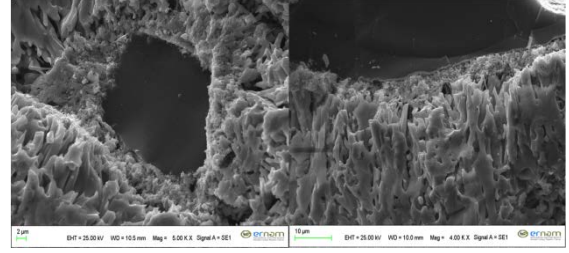
Şekil 18. Fe_20B_60 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüsü.

Şekil 18'deki SEM görüntülerinde darbenin uygulanmadığı alt yüzeyde çatlak ilerlemesinin nispeten yavaş ve boşluk oluşumlarının daha fazla görüldüğü kırılma hasarı gerçekleşmiştir. Darbenin uygulandığı üst yüzeyde hızlı çatlak ilerlemesi ile ani ayrılma sonunda hasarın oluştuğu görülmektedir. Matris ile sağlam arayüzey bağına sahip B partikülünün taneler arası kırılma sonunda yüzeyde difüzyon bölgesinin merkezinde kaldığı görülmektedir (Şekil 18). Bu oluşum genellikle iç yapıda tamamen difüze olmamış büyük B partiküllerinde gözlenmiştir. Artan takviye oranlarında yapıdaki artık B partiküllerine kırık yüzey SEM görüntülerinde de rastlanmıştır.



Şekil 19. Fe_30B_60 numunesine ait kırık yüzey SEM görüntüsü.

Güçlü arayüzey bağına sahip bazı partiküller taneler içi kırılma ile yarım parçaya ayrılmıştır (Şekil 19). Fe ile B arasındaki reaksiyon sonucunda oluşan ve iç yapıda genel olarak iğnemsî ve kolonsal yapıya sahip Fe₂B fazı kırılma yüzeyi görüntülerinde de benzer yapıyla ayırd edilebilmektedir (Şekil 20).



Şekil 20. Fe matris ile B partikülü arasında oluşan Fe₂B fazının kırılma sonrasındaki SEM görüntüsü.

4. Sonuç

B ile takviyelendirilmiş Fe matrisli toz metalurjisi kompozitlerin mikroyapısal değişimleri ile düşük hızlı darbe altındaki mekanik davranışlarının araştırıldığı bu çalışmada özet olarak aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

Kompozit numunelerin gerçek yoğunluk değerleri teorik yoğunluktan düşük çıkmıştır. Bor takviye oranı arttıkça her iki yoğunluk değeri de azalırken %porozite oranı artmış, teorik yoğunluğa kısmen yaklaşılabilmiştir. Sinterleme süresinin 60 dakikaya çıkarılması gerçek yoğunluk değerleri üzerinde önemli bir değişiklik oluşturmamıştır. %10 ve üzeri B takviyesinde partiküllerde kırılma ve parçalanma türü hasar oluşumları görülmüştür. Sinterleme sonrasında B partiküllerinin Fe matrise difüzyonu sonucu düzensiz ve iğnemsî geometriye sahip yayınım bölgeleri oluşmuştur. Yayınım bölgelerinin Fe-B arasındaki in-situ reaksiyonları sonucunda yoğun Fe₂B ikincil fazlarından oluştuğu bu bölge civarında yapılan EDX ve XRD analizleri ile doğrulanmıştır. Büyük B partikülleri daha büyük yayınım bölgeleri oluştururken kısmen çözülmüş B partikülleri yapı içerisinde artık olarak kalmıştır. Sertlik değerleri takviye oranının artmasıyla artmış ve %30 takviye oranında maksimum olmuştur. %10 B takviye oranı sertlik artışında kritik nokta olmuştur.

Kompozit numunelerin kırılması için gerekli maksimum kuvvet değerleri (F_{max}) B takviye oranı arttıkça azalmıştır. Takviyesiz Fe numunesinde çatlak başlangıcı için gerekli kuvvet değeri takviyeli numunelere göre yüksek çıkmıştır. B takviyesinin kompozit numuneleri gevreklettiği ve kuvvet değerlerinin düşmesinde oldukça etkili olduğu görülmüştür. Ayrıca artan sertlik de (F_{max}) kuvvet değerlerini düşürmüştür. Kırılma kuvvetinin düşmesinde, sertlik artışının getirdiği gevrekliğin yanı sıra iç yapıdaki porozitenin artması da büyük rol oynamıştır. Bor oranının artmasıyla numunelerin (E_k) kırılma enerjileri de azalmıştır.

Yapılan fraktografik analizlerde kırık yüzeylerin granüllü kumlu yapıda ve parlak olduğu, yan yüzeylerde herhangi bir yanaklaşmanın oluşmadığı, kırılma karakteristiğinin genel olarak gevrek kırılma türünde olduğu belirlenmiştir. Fe matris ile yayınım bölgelerinin farklı kırılma karakteristiklerine sahip oldukları

anlaşmıştır. Kırılma esnasında karşı yüzeyden ayrılan artık B partikülü veya yüksek sertlikteki difüzyon bölgeleri yerinde çukur oluşumları görülmüştür. Fe matrisine tam yayınamayan ve zayıf arayüzey bağına sahip artık B partikülleri taneler içi kırılma ile ayrılmıştır.

Teşekkür

Bu çalışmaya vermiş oldukları maddi desteklerinden dolayı (FOA-2014-4997) Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne teşekkür ederiz.

Kaynaklar

- [1] Turov, Y.V., Khusid, B.M., Voroshnin, L.G., Khina, B.B., Kozlovskii, I.L., Gas transport processes in sintering of an iron-boron carbide powder composite, *Soviet Powder Metallurgy and Ceramics*. vol. 28, 8, 618-622, 1989.
- [2] Korolkov, V.V. and Kibak, B., Sintering mechanism of iron powder with microadditions of boron, *Powder Metallurgy and Ceramics*. vol. 36, 9-10, 470-473, 1997.
- [3] Turov, Y.V., Khusid, B.M., Voroshnin, L.G., Khina, B.B., Kozlovskii, I.L., Structure formation in intersing iron-boron carbide powder composite, *Powder Metallurgy and Ceramics*. vol. 32, 1, 82-85, 1993.
- [4] Nowacki, J. and Klimek, L., Structure and properties of Fe-Fe₂B cermets, *Journal of Materials Science*. vol. 27, 3651-3656, 1992.
- [5] Campos, I., Torres, R., Ramirez, G., Ganem, R., Martinez, J., Growth kinetics of iron boride layers: dimensional analysis, *Applied Surface Science*. vol. 252, 8662-8667, 2006.
- [6] Martini, C., Palombarini, G., Carbuicchio, M., Mechanism of thermochemical growth of iron borides on iron, *Journal of Materials Science*. vol. 39, 933-937, 2004.
- [7] Mizrahi, I., Raviv, A., Dilman, H., Aizenshtein, M., Dariel, M.P., Frage, N., The effect of Fe addition on processing and mechanical properties of reaction infiltrated boron carbide-based composites, *Journal of Materials Science*. vol. 42, 16, 6923-6928, 2007.
- [8] Ozdemir, O., Usta, M., Bindal, C., Ucisik, A.H., Hard iron boride (Fe₂B) on 99.97 wt% pure iron, *Vacuum*. vol. 80, 1391-1395, 2006.
- [9] Filonenko, N.Y., Beryoza, O.Y., Bezrukava, O.G., The effect of carbon on phase composition and phase transformations in Fe- B system alloys, *Problems of Atomic Science and Technology*. vol. 5, 87, 168-172, 2013.
- [10] Abenojar, J., Velasco, F., Martinez, M.A., Influence of carbon and aluminium additions on the Fe-10%B (wt.) system, *Journal of Materials Processing Technology*. vol. 144, 28-33, 2003.
- [11] Nowacki, J. and Klimek, L., The mechanism of reaction sintering of iron-iron boride cermets, *Journal of Materials Science*. vol. 28, 3939-3944, 1993.
- [12] Ibrahim, M.F., Ammar, H.R., Samuel, A.M., Soliman, M.S., Samuel, F.H., On the impact toughness of Al-15 vol.% B₄C metal matrix composites, *Composites. Part B*, vol. 79, 83-94, 2015.
- [13] Karabulut, Ş., Karakoç, H., Çitak, R., Influence of B₄C particle reinforcement on mechanical and machining properties of Al6061/B₄C composites, *Composites. Part B*, vol. 101, 87-99, 2016.
- [14] Hufenbach, W., Marques Ibraim, F., Langkamp, A., Böhm, R., Hornig, A., Charpy impact tests on composite structures-An experimental and numerical investigation, *Composites Science and Technology*. vol. 68, 2391-2400, 2008.
- [15] Tanks, J., Sharp, S., Harris, D., Charpy impact testing to assess the quality and durability of unidirectional CFRP rods, *Polymer Testing*. vol. 51, 63-68, 2016.
- [16] Sivananth, V., Vijayarangan, S., Rajamanickam, N., Evaluation of fatigue and impact behavior of titanium carbide reinforced metal matrix composites, *Materials Science & Engineering A*. vol. 597, 304-313, 2014.
- [17] Shanmugasundaram, D., Chandramouli, R., Tensile and impact behaviour of sinter-forged Cr, Ni and Mo alloyed powder metallurgy steels, *Materials and Design*. vol. 30, 3444-3449, 2009.
- [18] Özden, S., Ekici, R., Nair, F., Investigation of impact behaviour of aluminium based SiC particle reinforced metal-matrix composites, *Composites: Part A*. vol. 38 484-494, 2007.
- [19] Arun, K.V., Kumar, S.D., Bagodi, V., Fracture toughness of Al/Al₂O₃/SiC MMC with varied temperature and crack configurations-an experimental study, *International Journal of Material Science Innovations*. vol.1(5), 256-270, 2013.
- [20] Bonollo, F., Ceschini, L., Garagnani, G.L., Mechanical and impact behaviour of (Al₂O₃)_p/2014 and (Al₂O₃)_p/6061 Al metal matrix composites in the 25-200°C range, *Applied Composite Materials*. vol. 4, 173-185, 1997.

FIRE BEHAVIOUR ASSESSMENT OF RIGID POLYURETHANE FOAMS CONTAINING NANOCCLAY AND INTUMESCENT FLAME RETARDANT BASED ON CONE CALORIMETER TESTS

Bilal AYDOĞAN^a and Nazım USTA^b

^a Mehmet Akif Ersoy University, Burdur, Turkey, E-mail: baydogan@mehmetakif.edu.tr

^b Pamukkale University, Denizli, Turkey, E-mail: n_usta@pau.edu.tr

Abstract

In this study, nanoclay was incorporated into rigid polyurethane foams at different loadings, namely 5, 10 and 15 wt %, to enhance the fire resistance of the foams. In addition, an intumescent flame retardant composed of ammonium polyphosphate/pentaerythritol was also added with the nanoclay to generate synergistic positive effects on the fire resistance of the foams. Fire behaviors of the foams containing nanoclay with and without the intumescent flame retardant were investigated by using a cone calorimeter which is one of the most useful bench-scale equipment simulating real-world fire conditions. The experimental results showed that the fire resistance of the foams can be enhanced with increasing the nanoclay loading in the foam. Furthermore, it was found that the nanoclay had a good synergistic effect with the intumescent flame retardant in the rigid polyurethane foams in terms of fire resistance.

Keywords: Polyurethane, clay, fire behavior, intumescent flame retardant, cone calorimeter.

1. Introduction

Rigid polyurethane foams are widely used in heat insulation applications due to their low thermal conductivities [1-6]. However, due to their chemical composition, these foams are easily flammable, they can easily decompose and burn with high heat release rates and generating smoke / toxic gases, when they are exposed to a small flame or heat source [7]. Therefore, different studies have been performed to enhance the fire resistance of them [8-12].

Although, the rigid polyurethane foam forms a charred layer during its burning, this charred layer is not enough for enhancing the fire resistance [11,13-15]. So, different flame retardants, especially intumescent flame retardants composed of a carbon catalyst (or acid source), a char forming agent and a blowing agent, have been used to form better charred layer acting as a barrier to heat, air and pyrolysis products. In this way, the char yield reduces the combustible volatile gases, heat generation and protects the underlying material from the heat and flame. Inorganic acids or precursor of the acids such as ammonium polyphosphate are used as carbon catalysts in the intumescent flame retardants [16]. Meanwhile, hydroxyl-containing compounds, such as pentaerythritol are used as char forming agents. Blowing agents which can produce non-inflammable gases on heating should be used to form the intumescent flame retardants [10, 11,17-20].

In addition, different fillers such as clay, talc and calcite are added into the rigid polyurethane foams and other polymers to improve the fire resistance and the thermal decomposition [21-31]. Furthermore, the fillers may be incorporated with the flame retardants to generate synergistic positive effects on the fire resistance of materials. Meanwhile it should be pointed out that the size of a filler is very important for the positive effects. It was reported that nano-sized fillers can enhance the performance of intumescent flame retardant systems by generating nanostructured char forming polymer [32].

The authors added nanoclay / an intumescent flame retardant composed of ammonium polyphosphate and pentaerythritol up to 15 % in the total mass into the rigid polyurethane foams [30]. The effects of nanoclay and intumescent flame retardant additions on the cell size, the coefficient of thermal conductivity, the thermal degradation and the fire resistance (UL94) were investigated. It was found that although the incorporation of nanoclay / the intumescent flame retardant resulted in slightly increasing in thermal conductivity of the foams, the thermal stability and fire resistance of the foams were enhanced with the nanoclay/the intumescent flame retardants. Since limited information could be obtained about the fire resistance of the materials with UL 94 tests, cone calorimeter tests were required to clarify the effects of nanoclay and the intumescent flame retardant materials on the fire resistance and generation of smoke and other gases. Therefore, in this accompanying study, fire behavior of rigid polyurethane foams containing nanoclay and *intumescent flame retardant* composed of ammonium polyphosphate and pentaerythritol were investigated by using cone calorimeter tests.

2. Materials and Methods

2.1. Materials

Polyol (Evopour 1122-28) and isocyanate PMDI 92140 polymeric diphenyl methane diisocyanate were purchased from TEKPOL (Technic Polyurethane Ltd., Turkey). The density and viscosity of the polyol at 25 °C are 1130 kg/m³ and 300 mPas, respectively. Meanwhile, the density and viscosity of the isocyanate at 25 °C are 1230 kg/m³ and 210 mPas, respectively. NCO content of isocyanate is 31.2 % [33]. Montmorillonite nanoclay (NCL) which is mainly composed of 53.28 % SiO₂, 20.67 % Al₂O₃, 6.13 % Fe₂O₃, 2.82 % MgO and 1.71 % CaO was purchased from NANOCCLAY Company (Turkey). The average particle size (d₅₀) of the nanoclay was approximately 50 nm. Ammonium polyphosphate (n >1000, phase II) was kindly supplied by FR-MASTER. Its average particle

size (d_{50}) was approximately 8 μm . Pentaerythritol (PER) was kindly supplied by MKS (Marmara Chemistry Company) and has particle size below 75 μm .

2.2. Sample Preparation

The rigid polyurethane foams (PUR) were produced using a laboratory-scale batch process. Formulations of the foam samples are listed in Table 1. The polyol/isocyanate ratio was adjusted as 1/1.18. The amounts of the polyol and the isocyanate were adjusted to obtain the foams with the density of $40 \pm 0.5 \text{ kg/m}^3$. The intumescent flame retardant (IFR) composed of ammonium polyphosphate (APP) as an acid source/blowing agent and pentaerythritol (PER) as a carbonific agent in (2/1) ratio was used in the foam productions [10,34]. The nanoclay was added in 5, 10 and 15 % in the foams. In addition, the nanoclay was added with IFR into the foams. Since, the amounts of raw materials were reduced as the amount of NCL and IFR loadings, it was not possible to produce the desired foam with more than 15 % of NCL or NCL/IFR loadings [30].

Table 1. Compositions of the foam materials

Sample name	Polyol (%)	Isocyanate (%)	NC L (%)	IF R (%)	Total (%)
PUR	46.0	54.0	-	-	100
PUR+	43.7	51.3	5	-	100
05NCL					
PUR+	41.4	48.6	10	-	100
10NCL					
PUR+	39.1	45.9	15	-	100
15NCL					
PUR+	41.4	48.6	5	5	100
05NCL+05IFR					
PUR+	39.1	45.9	5	10	100
05NCL+10IFR					

Nanoclay, APP and PER were dried in the oven at 100 °C for 24 hours before using them. A rotor-stator type of mechanical homogenizer (Heidolph Silent Crusher M Model) with a speed range up to 26,000 rpm was used to disperse nanoclay into the polyol and then an ultrasonic homogenizer (20 kHz) was used to have more homogeneous mixture and to break down the aggregates. IFR was incorporated into the polyol/nanoclay mixture by using the mechanical homogenizer. Polyol/NCL/IFR and isocyanate mixture was mixed with a mechanical stirrer at 3000 min^{-1} for 12 s. Then the mixture was poured into the aluminum mold which was preheated at 40 °C and the mold was put under a heated press to keep the temperature at 40 °C for 30 min. The samples were removed from the mold after completing the curing process. The samples were put into a conditioning device at the temperature 23 °C and relative humidity 50 % for 48 hours prior to the tests. Samples were cut at the size of 100 mm x 100 mm x 50 mm for cone calorimeter tests.

2.3. Cone Calorimeter

A cone calorimeter manufactured according to ASTM E-1354 [35] and ISO-5660 [36] standards was used to investigate the fire behavior of PUR with and without NCL/IFR. The cone calorimeter includes Siemens Ultramat 23 and Siemens Oxymat 6 emission equipment for measuring CO , CO_2 , NO , and O_2 , respectively. The sample was prepared at the size of 100 mm x 100 mm x 50 mm and five faces of the sample was wrapped in aluminum foil. The face of the sample which was not wrapped in aluminum foil was exposed horizontally to an external heat flux of 35 kW/m^2 corresponding a common heat flux in mild fire scenario [37-39]. O_2 , CO_2 , CO , NO , temperatures, mass loss and smoke production were recorded simultaneously with the special software in 1 s increment. The important parameters which are time to ignition (TTI), heat release rate (HRR), total heat released (THR), average heat release rate (AHRR), peak heat release rate (PHRR) and fire performance index (FPI) were determined by using the measurements. These parameters were used to investigate the combustion behaviors of PUR, PUR/NCL and PUR/NCL/IFR. The parameters given in this study were average of three replicated experiments. The accuracies of the measurements and the uncertainties in the calculated results are shown in Table 2. The detailed information about the calculations was given in the standards and previous study of the author [10, 35, 36].

Table 2. The accuracies of the measurements and the uncertainties in the calculated results

Measurements/ Calculated Results	Accuracy / Uncertainty
O_2	$\pm \% 1$
CO	$\pm \% 1$
NO	$\pm \% 1$
Temperature	$\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$
Residue Mass	$\pm \% 0.8$
TTI	$\pm 1 \text{ s}$
HRR	$\pm \% 4$

AHRR	± % 4
THR	± % 4
Smoke	± % 3

3. Results and Discussion

The fire behaviors of PUR, PUR/NCL and PUR/NCL/IFR samples were characterized by cone calorimeter tests. Figure 1 shows the HRR curves of PUR and PUR/NCL foams with the respect to time at a heat flux of 35 kW/m². Burning characteristics of PUR and PUR/NCL foams were similar to those of thermally thick charring materials [10, 40]. In other words, there was an initial increase in the HRR until an efficient char layer was formed and thickened on the surface of the sample. The char layer caused slowing down the burning and decreasing in HRR. It should be pointed out that the reduction in HRR was mainly due to the physical processes instead of chemical process in the condensed phase [10]. Comparing with the pure rigid polyurethane foam, PHRR values were not affected significantly with the addition of NCL. However, the addition of NCL resulted in slight delays in the ignition times of the foams. The TTI value of PUR was 22 s and it delayed 3 s with the addition of 15 wt % NCL. This delay may be explained with the barrier and catalyst effects of the clay [41]. Among them, 15 % NCL addition presented minimum heat release rates.

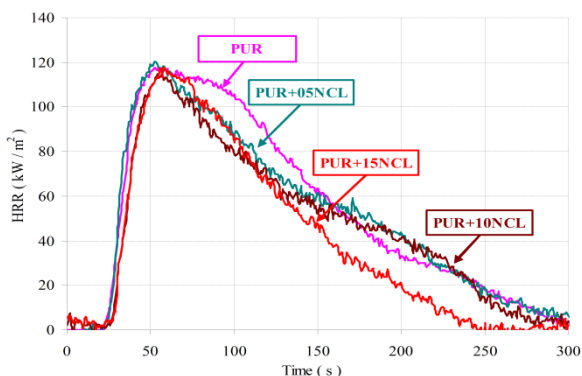


Figure 1. Heat release rates of PUR/NCL nanocomposites

The HRR curves of PUR/NCL/IFR foams with respect to time are shown in Fig. 2. There are two samples including both of NCL and IFR. These are PUR+05NCL+05IFR and PUR+05NCL+10IFR. 5 wt % NCL + 5 wt % IFR addition showed similar trend with 10 wt % NCL addition. In other words, 5 wt % IFR usage instead of 5 % NCL did not affect the HRR of the foam. However, there were significant fire resistance with 5 wt % NCL + 10 wt % IFR addition resulting in 18 % reduction in the PHRR value and the TTI value delayed 8 s in comparison with PUR. In addition, the HRR values of PUR+05NCL+10IFR were lower than those of PUR+15NCL. It is thought that early decomposition of IFR resulted in the production of a strong char layer with nanoclay on the foam surfaces and the strong char layer partially hindered the decomposition of the material and prevented the penetration of air into the substrate of the foams [30].

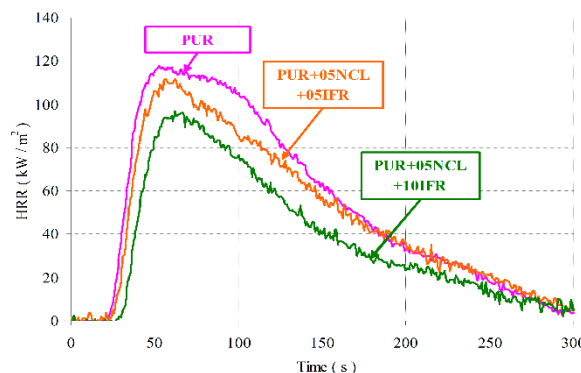


Figure 2. Heat release rates of PUR/NCL/IFR nanocomposites

Total heat released (THR) curves of the PUR/NCL and PUR/NCL/IFR materials with the respect of time are shown in Figures 3 and 4, respectively. The THR of PUR was determined as 15.86 MJ/m². It can be clearly seen from the figures that both addition of NCL and NCL/IFR reduces the THR values. THR values decreased with increasing loading of NCL indicating better flame resistance performance of the foams. Furthermore, the lowest THR value (11.15 MJ/m²) was observed for the sample including 5 wt % NCL+10 wt % IFR. In other words, there was approximately 30 % reduction in the THR with 5 wt % NCL+10 wt % IFR addition. As it was mentioned above, this may be explained with the earlier-formed nanoclay reinforced intumescent structure which slowed down the burning of the material and then extinguished the flame [10, 42, 43].

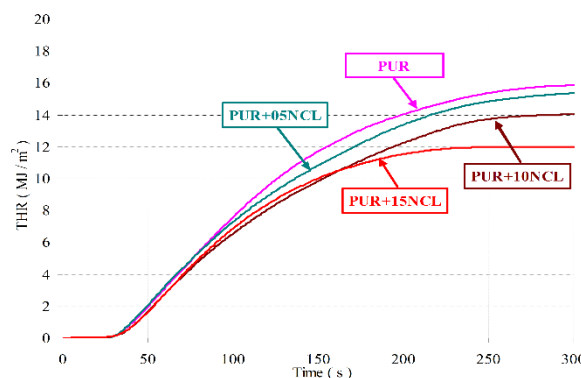


Figure 3. Total heat releases of PUR/NCL nanocomposites

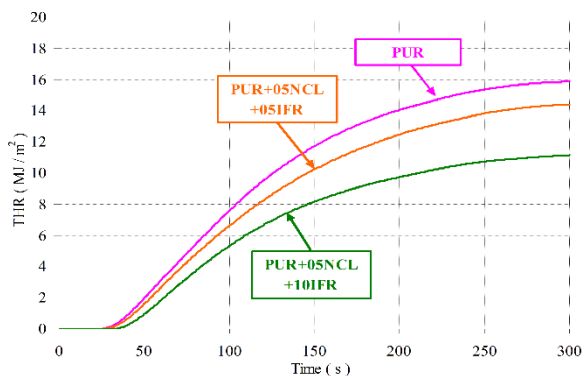


Figure 4. Total heat releases of PUR/NCL/IFR nanocomposites

Fire performance index (FPI), which is defined as the ratio of the time to ignition (TTI) to PHRR, indicates safety rank of materials [10]. When the value of FPI of a material is higher, it can be said that its fire risk is lower [42]. The nanoclay addition into the rigid polyurethane foam resulted in increasing of FPI value. Although the FPI value of PUR was 0.171 m².s/kW, 15 wt % NCL addition increased the value to 0.207m².s/kW. The highest FPI value (0.313 m².s/kW) was obtained with the sample containing 5 wt % NCL and 10 wt % IFR. Average heat release rate (AHRR) for the first 180 s was decreased with the addition of both NCL and NCL/IFR. Comparing with the PUR, the maximum decrease in AHRR value was obtained as about 30 % with the addition of 5 wt % NCL + 10 wt % IFR.

Figures 5 and 6 represent the mass loss rates of PUR/NCL and PUR/NCL/IFR nanocomposites with respect to the time, respectively. It can be clearly seen from the figures that there were significant mass loss rates in the first 200 s and slight mass loss rates between 200 and 300 s during the combustion. In other words, it can be surely said that big part of combustion process was completed in the first 200 s. The residue of PUR was 24.3 wt % in the 300 s. As the NCL content in the foam was increased, the mass loss rates of the foams decreased and the residual mass increased. When 15 wt % NCL added into the foam, the residual mass increased to 55.3 wt %. The residue of the sample including 5 wt % NCL/10 wt % IFR was 48.1 wt % which was lower than that of the foam including 15 wt % NCL. This may be explained with the thermal stability of NCL and high amount of NCL [30,41,44]. The test results mentioned above are listed in Table 3.

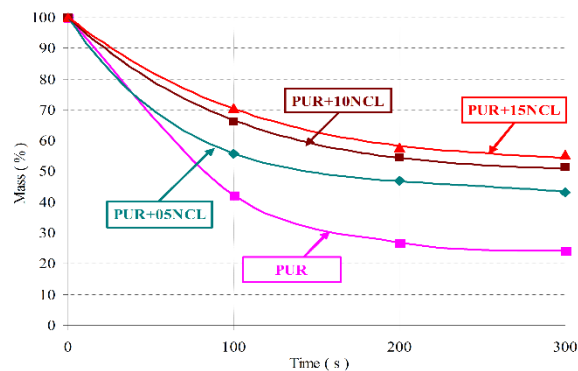


Figure 5. Mass losses of PUR/NCL nanocomposites

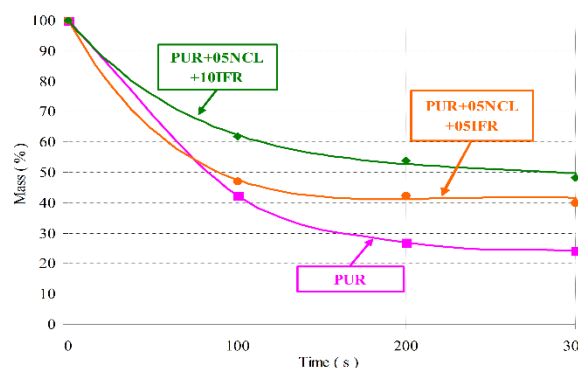


Figure 6. Mass losses of PUR/NCL/IFR nanocomposites

Table 3. The results of cone calorimeter tests

Sample name	TTI s	PHRR kW/m ²	AHRR (180 s) kW/m ²	THR (300 s) MJ/m ²	Residue (300 s) %
PUR	22	117	72.85	15.86	24.3
PUR+ 05NCL	22	118	69.21	15.34	43.0
PUR+ 10NCL	24	113	63.13	14.03	51.2
PUR+ 15NCL	25	117	61.49	11.99	55.3
PUR+ 05NCL +05IFR	24	111	64.87	14.40	40.1
PUR+ 05NCL + 10IFR	30	96	51.05	11.15	48.1

Smoke and CO emissions which are generated because of incomplete combustion of materials are significant parameters in fire safety studies [45]. As it is known that smoke and CO generations increase more risk of suffocation and poisoning in real fires. The amounts of smoke and CO mainly depend on the conditions of fire and properties of materials [10,46,47]. Figures 7 and 8 show the extinction coefficients representing smoke emissions of PUR/NCL and PUR/NCL/IFR nanocomposites, respectively. Meanwhile, CO emissions of PUR/NCL and PUR/NCL/IFR nanocomposites were given in Figures 9 and 10, respectively. In general, the changes of CO emissions have similar tendencies with those of the smoke. The smoke and CO generations of PUR/NCL and PUR/NCL/IFR were lower than those of PUR. This can be explained with the reduction of combustible material content in the foam and the char layer on the surface of the foams generated by NCL and IFR [48, 49].

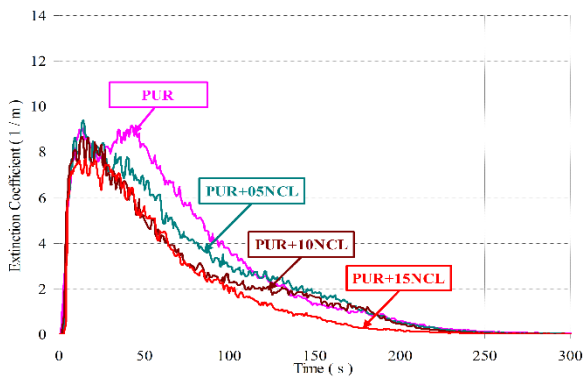


Figure 7. The extinction coefficients of PUR/NCL nanocomposites

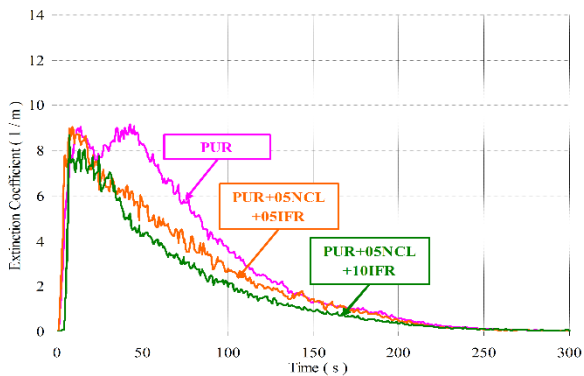


Figure 8. The extinction coefficients of PUR/NCL/IFR nanocomposites

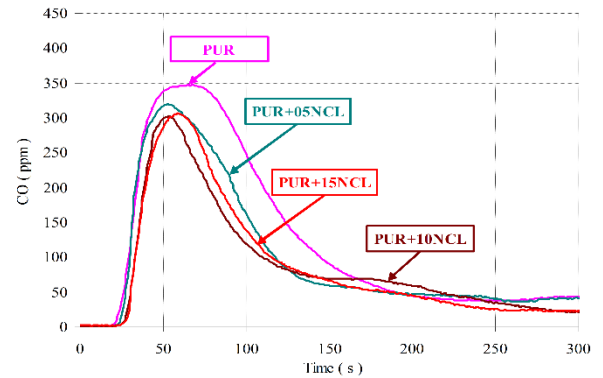


Figure 9. The CO emissions of PUR/NCL nanocomposites

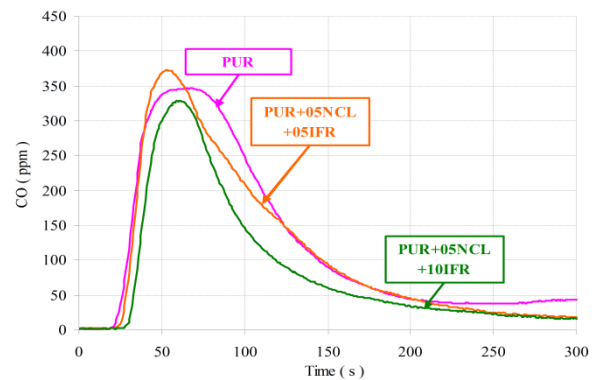


Figure 10. The CO emissions of PUR/NCL/IFR nanocomposites

The CO₂ emissions of PUR/NCL and PUR/NCL/IFR nanocomposites are shown in Figures 11 and 12, respectively. It can be clearly seen that CO₂ emissions of PUR/NCL and PUR/NCL/IFR nanocomposites were lower than that of the neat rigid polyurethane foam. As Valencia et al. [50] reported in their research, HRR and CO₂ curves shows similar trends. The reduction of combustible material with addition of NCL into the foam can be pointed out as a reason of CO₂ emission reduction. Moreover, both NCL and IFR additions into the foam represented lower CO₂ generation due to the intumescent effect which results in slowing and stopping the burning of the foam.

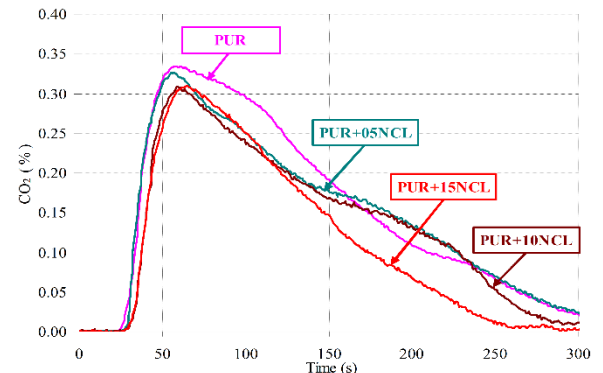


Figure 11. The CO₂ emissions of PUR/NCL nanocomposites

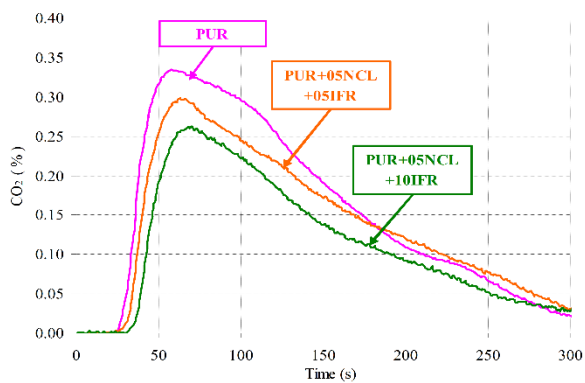


Figure 12. The CO₂ emissions of PUR/NCL/IFR nanocomposites

Nitrogen element presents in the isocyanate chain and nitrogen content of the foam is very low in rigid polyurethane foams. It was reported that among the nitrogenated compounds, namely hydrogen cyanide (HCN), ammonia (NH₃), nitrous oxide (N₂O), nitrogen oxide (NO) and nitric dioxide (NO₂), only NO was significantly determined in the gas emissions during the combustion of polyether polyurethane foam at different irradiance levels [50]. Figures 13 and 14 show the NO emission curves of PUR/NCL and PUR/NCL/IFR nanocomposites, respectively. As it is known that NO generation in combustion mainly due to the nitrogen content in the material and the high temperatures during combustion [10]. In general, NCL addition slightly decreased NO emissions. Minimum NO generation was occurred with the highest loading of NCL (15 %). This may be explained with two reasons. NCL addition into the PUR decreased the polyurethane content of the foam and resulted in the lower HRR. Thus, temperature during combustion was lower than that of PUR. Furthermore, adding both NCL and IFR into the PUR represented lower NO emissions in comparison with NCL addition due to similar reasons.

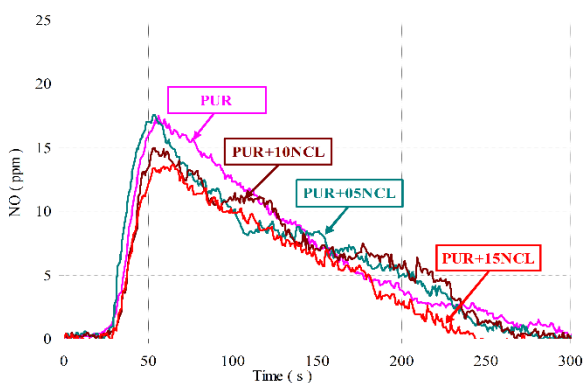


Figure 13. The NO emissions of PUR/NCL nanocomposites

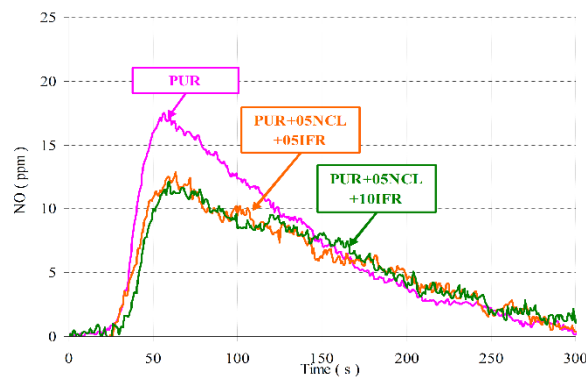


Figure 14. The NO emissions of PUR/NCL/IFR nanocomposites

Fig. 15 shows the digital camera images of three residual chars, namely PUR, PUR+15NCL and PUR+05NCL+10IFR, formed in the cone calorimeter tests. There were obvious differences on the surface of these residues. As it is seen on Fig.15a, there were cracks on the surface of PUR residue char, which is closely related with its poor flame retardant performance and thermal stability.



(a)



(b)



(c)

Figure 15. Digital images of char residues after cone calorimeter tests: (a) PUR, (b) PUR+15NCL, (c) PUR+05NCL+10IFR

Meanwhile, 15 wt % NCL addition resulted in better layer on the surface but there were still fewer cracks on the surface (Fig. 15b). However, the surface of the foam including 5 wt % NCL+10 wt % IFR seems to be smooth and there were small fragments without significant openings or cracks. This indicates a strong char layer on the surface implying the synergistic effect between NCL and IFR.

4. Conclusions

In this study, the fire behavior of rigid polyurethane foams containing NCL and NCL/IFR was investigated by using the cone calorimeter tests. It was found that NCL as a filler may be incorporated into the rigid polyurethane foam up to 15 wt % and the fire resistance of the foam can be increased with the nanoclay loadings. However, it was found that it is required to use NCL with IFR to enhance the fire resistance of the rigid polyurethane foam significantly. In other words, NCL had a good synergistic effect with the IFR in the rigid polyurethane foams. Therefore, it is suggested that the incorporation of IFR into PUR/NCL foam can lead to the formation of more compact and strong char layer and improving the flame retardancy and reducing the smoke, CO, CO₂ and NO releases. In conclusion, the experimental results indicated that 5 wt % NCL/10 wt % IFR addition should be preferred instead of 15 % NCL addition in terms of better fire resistance.

Acknowledgements

The authors would like to thank Pamukkale University for supporting this study under Project Contract No. 2014FBE026. Also, the authors would like to thank The Scientific and Technological Research Council of Turkey (TUBITAK) for providing the cone calorimeter under Project Contract No. 108T246.

References

- [1] Amaral JS, Sepulveda M, Cateto CA, Fernandes IP, Rodrigues AE, Belgacem MN, Barreiro MF(2001) Fungal degradation of lignin-based rigid polyurethane foams. *Polym. Degrad. Stab.* 97: 2069-2076.
- [2] Pauzi NNPN, Majid RA, Dzulkifli MH, Yahya MY (2014) Development of rigid bio-based polyurethane foam reinforced with nanoclay. *Compos. Part B-Eng* 67: 521-526.
- [3] Yang C, Fischer L, Maranda S, Worlitschek J (2015) Rigid polyurethane foams incorporated with phase change materials: a state-of-the-art review and future research pathway. *Energ. Building* 87: 25-36.
- [4] Lorenzetti A, Roso M, Bruschetta A, Boaretti C, Modesti M (2016) Polyurethane-graphene nanocomposite foams with enhanced thermal insulating properties, *Polym. Adv. Technol.* 27: 303-307.
- [5] Arencon D, Antunes M, Realinho V, Velasco JI (2015) Influence of chemical nature, expansion ratio and cellular morphology on the fracture behaviour of flexible polyolefin-based foams assessed by the essential work of fracture. *Polym. Test* 43: 163-172.
- [6] Aydoğan B, Usta N (2015) Experimental investigations of thermal conductivity, thermal degradation and fire resistance of rigid polyurethane foams filled with nanocalcite and intumescent flame retardant. *Isi Bilimi ve Teknigi - Journal of Thermal Science and Technology.* 35: 63-74.
- [7] Lefebvre J, Bastin B, Le Bras M, Duquesne S, Ritter C, Paleja R, Poutch F (2004) Flame spread of flexible polyurethane foam: comprehensive study. *Polym. Test* 23: 281-290.
- [8] Hirschler MM (2008) Polyurethane foam and fire safety. *Polym. Adv. Technol.* 19: 521-529.
- [9] Mariappan T, Khastgir D, Singha NK, Manjunath BS, Naik YP (2009) Effect of a nanoclay on the mechanical, thermal and flame retardant properties of rigid polyurethane foam. *J. Macromol. Sci. Pure* 46: 704-712.
- [10] Usta N (2012) Investigation of fire behavior of rigid polyurethane foams containing fly ash and intumescent flame retardant by using a cone calorimeter. *J. Appl. Polym. Sci.* 124, 3372-3382.
- [11] Mariappan T, Wilkie CA (2012) Combinations of elements: a new paradigm for fire retardancy. *Macromol. Chem. Physic.* 213: 1987-1995.
- [12] Chattopadhyay DK, Webster DC (2009) Thermal stability and flame retardancy of polyurethanes. *Prog. Polym. Sci.* 34: 1068-1183.
- [13] Zhang L, Zhang M, Zhou Y, Hu L (2013) The study of mechanical behavior and flame retardancy of castor oil phosphate-based rigid polyurethane foam composites containing expanded graphite and triethyl phosphate. *Polym. Degrad. Stab.* 98: 2784-2794.
- [14] Tang Z, Maroto-Valer MM, Andresen JM, Miller JW, Listemann M, McDaniel PL, Morita DK, Furlan WR (2002) Thermal degradation behavior of rigid polyurethane foams prepared with different fire retardant concentrations and blowing agents. *Polymer* 43: 6471-6479.
- [15] Xu Q, Zhai H, Wang G (2015) Mechanism of smoke suppression by melamine in rigid polyurethane foam. *Fire Mater.* 39: 271-282.
- [16] Lim K, Bee S, Sin L, Tee T, Ratnam CT, Hui D, Rahmat AR (2016) A review of application of

- ammonium polyphosphate as intumescent flame retardant in thermoplastic composites. *Compos Part B-Eng.* 84: 155-174.
- [17] Siat C, Le Bras M, Bourbigot S (1998) Combustion behaviour of ethylene vinyl acetate copolymer-based intumescent formulations using oxygen consumption calorimetry. *Fire Mater.* 22: 119-128.
- [18] Lu H, Wilkie CA (2010) Study on intumescent flame retarded polystyrene composites with improved flame retardancy. *Polym. Degrad. Stab.* 95: 2388-2395.
- [19] Muller M, Bourbigot S, Duquesne S, Klein RA, Giannini G, Lindsay CI (2013) Measurement and investigation of intumescent char strength: Application to polyurethanes. *J Fire Sci* 31: 293-308.
- [20] Alongi J, Han Z, Bourbigot S (2015) Intumescence: Tradition versus novelty. A comprehensive review. *Prog. Poly. Sci.* 51: 28-73.
- [21] Jang BN, Costache M, Wilkie CA (2005) The relationship between thermal degradation behavior of polymer and the fire retardancy of polymer/clay nanocomposites. *Polymer* 46: 10678-10687.
- [22] Donate-Robles J, Marti'n-Marti'nez JM (2011) Comparative properties of thermoplastic polyurethane adhesive filled with natural or precipitated calcium carbonate. *Macromol. Symp.* 301: 63-72.
- [23] Leong YW, Abu Bakar MB, Mohd. Ihsak ZA, Arifin A (2005) Effects of filler treatments on the mechanical, flow, thermal, and morphological properties of talc and calcium carbonate filled polypropylene hybrid composites. *J. Appl. Polym. Sci.* 98, 413-426.
- [24] Wang L, He X, Wilkie CA (2010) The utility of nanocomposites in fire retardancy. *Materials* 3: 4580-4606.
- [25] Yi D, Yang R, Wilkie CA (2014) Full scale nanocomposites: Clay in fire retardant and polymer. *Polym. Degrad. Stab.* 105: 31-41.
- [26] Madaleno L, Pyrz R, Crosky A, Jensen LR, Rauhe JCM, Dolomanova V, Timmons AMMVD, Pinto JJC, Norman J (2013) Processing and characterization of polyurethane nanocomposites foam reinforced with montmorillonite-carbon nanotube hybrids. *Compos. Part A- Appl. S.* 44: 1-7.
- [27] Fereidoonnia M, Barmar M, Barikani M (2008) Influence of a reactive organoclay on polymerization and properties of polyurethane nanocomposites. *Polym.-Plast. Technol.* 48: 90-96.
- [28] Pashaei S, Siddaramaiah, Syed AA (2010) Thermal degradation kinetics of polyurethane/organically modified montmorillonite clay nanocomposites by TGA. *J. Macromol. Sci. Chem.* 47: 777-783.
- [29] Widya T, Macosko CW (2005) Nanoclay-modified rigid polyurethane foam. *J. Macromol. Sci. Phys.* 44: 897-908.
- [30] Aydođan B, Usta N (2015) Investigation the effects of nanoclay and intumescent flame retardant additions on thermal and fire behaviour of rigid polyurethane foams. *J. Fac. Agr. Gazi U.* 30: 9-18.
- [31] Almeras X, Le Bras M, Poutch F, Bourbigot S, Marosi G, Anna P (2003) Effects of fillers on fire retardancy of intumescent polypropylene blends. *Macromol. Symp.* 198: 435-447.
- [32] Bourbigot S, Le Bras M, Duquesne S, Rochery M (2004) Recent advances for intumescent polymers. *Macromol. Mater. Eng.* 289: 499-511.
- [33] BASF The Chemical Company (2005), Technical Data Sheet for Elasto-Foam I 4501/109 and ISO PMDI 92040.
- [34] Demir H, Arkis E, Balkose D, Ulku S (2005) Synergistic effect of natural zeolites on flame retardant additives. *Polym. Degrad. Stab.* 89: 478-483.
- [35] ASTM E1354-14 (2004) Standard test method for heat and visible smoke release rates for materials and products using an oxygen consumption calorimeter. ASTM International, West Conshohocken, PA, U. S. A.
- [36] ISO 5660-1 (2002) Reaction to fire tests heat release, smoke production and mass loss rate, part 1: heat release rate (cone calorimeter method).
- [37] Beyer G (2005) Flame retardancy of nanocomposites-from research to technical products. *J. Fire Sci.* 23: 75-87.
- [38] Bourbigot S, Samyn F, Turf T, Duquesne S (2010) Nanomorphology and reaction to fire of polyurethane and polyamide nanocomposites containing flame retardants. *Polym. Degrad. Stab.* 95: 320-326.
- [39] Wang Z, Cai G, Matusinovic Z, Wilkie CA (2014) Effect of nano cadmium sulfide on combustion and thermal decomposition of polystyrene and poly(methyl methacrylate). *Polym. Adv. Technol.* 25: 380-387.
- [40] Scharfel B, Hull TR (2007) Development of fire-retarded materials-interpretation of cone calorimeter data. *Fire and Mater.* 31: 327-354.
- [41] Zhao C, Qin H, Gong F, Feng M, Zhang S, Yang M (2005) Mechanical, thermal and flammability properties of polyethylene/clay nanocomposites. *Polym. Degrad. Stab.* 87: 183-189.
- [42] Lu C, Liu L, Chen N, Wang X, Yang D, Huang X, Yao D (2015) Influence of clay dispersion on flame retardancy of ABS/PA6/APP blends. *Polym. Degrad. Stab.* 114: 16-29.
- [43] He X, Zhang W, Yi D, Yang R (2016) Flame retardancy of ammonium polyphosphate-montmorillonite nanocompounds on epoxy resin. *J. Fire Sci.* 2016; 34: 212-225.
- [44] Modesti M, Lorenzetti A, Besco S, Hrelja D, Semenzato S, Bertani R, Michelin RA (2008) Synergism between flame retardant and modified layered silicate on thermal stability and fire behaviour of polyurethane nanocomposite foams. *Polym. Degrad. Stab.* 93: 2166-2171.
- [45] Chen X, Li M, Zhao J, Ma C, Jiao C (2016) Influence of Fe₂O₃ on smoke suppression and thermal degradation properties in intumescent flame-retardant silicone rubber. *J. Therm. Anal. Calorim.* 123: 439-448.
- [46] Chen X, Jiang Y, Jiao C (2014) Smoke suppression properties of ferrite yellow on flame retardant thermoplastic polyurethane based on ammonium polyphosphate. *J. Hazard. Mater.* 266: 114-121.
- [47] Bei P, Liwei C, Chang L (2012) An experimental study on the burning behavior of fabric used indoor. *Procedia Eng.* 43: 257-261.
- [48] Liu H, Wang X, Wu D (2015) Preparation, isothermal kinetics and performance of a novel epoxy thermosetting system based on phosphazene-cyclomatrix network for halogen-free flame retardancy and high thermal stability. *Thermochim. Acta* 607: 60-73.
- [49] Zhao W, Liu J, Peng H, Liao J, Wang X (2015) Synthesis of a novel pepa-substituted polyphosphoramidate with high char residues and its performance as an intumescent flame retardant for

- epoxy resins. *Polym. Degrad. Stab.* 2015; 118: 120-129.
- [50] Valencia LB, Rogaume T, Guillaume E, Rein G, Torero JL (2009) Analysis of principal gas products during combustion of polyether polyurethane foam at different irradiance levels. *Fire Safety J.* 44: 933-940.

INVESTIGATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF WELD METAL OF HIGH ALLOY STEELS IN DIFFERENT QUALITIES

FARKLI KALİTEDE YÜKSEK ALAŞIMLI ÇELİKLERİN KAYNAĞI SONRASI MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Bünyamin ÇİÇEK^a, Ferdi YILDIRIM^b, Levent ELEN^c, Şenol LİMAN^d

^a Hitit Üniversitesi, Çorum, Türkiye, bunyamincicek@hitit.edu.tr

^b Aksaray Üniversitesi, Aksaray, Türkiye, ferdiyildirim@aksaray.edu.tr

^c Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye, leventelen@karabuk.edu.tr

^d Efor End. Tes. Montaj, Ankara, Türkiye, sliman@eforendustriyel.com.tr

Özet

Bu çalışmada farklı kalitelere sahip alaşımlı çeliklerin mekanik özelliklerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla yüksek alaşımlı iki farklı kalitedeki plaka malzeme GTAW kaynak yöntemi ile kaynatılmıştır. Kaynak işlemi sırasında ana malzemelerin kimyasal analizlerine uygun ilave metal kullanılmıştır. Kaynak süresince değişken kaynak parametreleri takip edilmiştir. Yüksek alaşımlı 13CrMo4-5 (13C) ve 14MoV6-3 (14M) kalite çelikler ilgili kaynak yöntemine göre ön hazırlıkları yapıldıktan sonra kaynak işlemine alınmıştır. Alanında sertifikalı kaynak personeli tarafından kaynak işlemi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra kaynak metaline kaynak sonrası gerilim giderme ısıl işlemi (PWHT) uygulanmıştır. Bu ısıl işlem ile kaynak bölgesinde oluşan düzensiz sertlik geçişlerinin giderilmesi amaçlanmıştır. PWHT sonrası kaynak bölgesine hem hacimsel hem de yüzeysel tahribatsız muayene yöntemleri uygulanmıştır. Uygulanan tahribatsız muayene işlemleri sonrasında ilgili standartlara göre onay alan kaynaklı malzemeler mekanik testlere tabi tutulmuşlardır. Mekanik özellikleri incelemek adına malzemelere çekme, eğme, darbe çentik ve sertlik testleri uygulanmıştır. Sonuç olarak farklı kalitelere sahip iki farklı yüksek alaşımlı çelik malzemenin kaynak sonrası değerleri incelenmiş ve kaynak edilebilirlikleri analiz edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Kaynak, Cr-Mo çelikleri, mekanik testler.

Abstract

The aim of this study was to investigate the mechanical properties of welded 13CrMo4-5 and 14MoV6-3 steels. For this purpose, steel plate made out of two different materials with high alloying were welded using GTAW welding method. The welding of the alloys were conducted using filler materials which have suitable chemical compositions for the intended material. Before the welding process, all the welding preparation requirements were met. Right after the welding process, the materials were exposed to a post weld heat treatment (PWHT) to eliminate the stress stored in the weld zone. In addition, it is known that the application of PWHT eliminates the sharp hardness variations observed throughout the weld zone. After the PWHT, both volume and surface non-destructive inspection methods (NDT) were applied to the welding

area. The welded materials which had the quality to pass the NDTs were subjected to mechanical tests. The mechanical behavior of the metals was evaluated using tensile, bending, notch impact, and hardness tests. The obtained results were used to analyze the weldability and welding behavior of the two alloyed steels. Furthermore, the mechanical properties of the samples were compared.

Keywords: Welding, Cr-Mo steels, mechanical tests

1. Giriş

Termik, nükleer ve kimyasal enerji santrallerinin yüksek ısı altındaki bölgelerinde sürünme direnci yüksek Cr-Mo çelikleri kullanılmaktadır. Bu santrallerde ısı oranının yükseldiği yanma odası, kazan duvarı ve reaktör geçişlerinde bu çelikler ön plana çıkmaktadır. Bu çelikler krom ve molibden elementlerinin düşük karbonlu çeliklere farklı oranlarda eklenmesiyle oluşturulmaktadır. Bu elementlere ilaveten diğer elementlerinde (V, W, Ni, Ti, Nb, B, N) kullanılmasıyla yeni alaşımlar üretilmektedir. Bu çelikler bütün elementlerin ilavesiyle AISI (P11, P22) ve Avrupa (13CrMo4-5, 10CrMo9-10) normlarında farklı isimlerle anılmaktadır [1, 2].

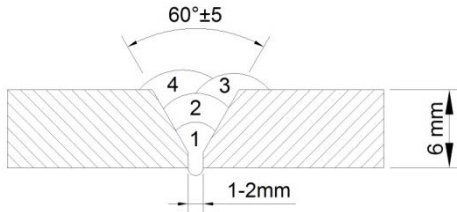
Cr-Mo alaşımlı malzemelerin istenen servis şartlarını karşılamasına ek olarak kaynak sonrası kaynak metalinin ve ısı tesiri altındaki (ITAB) bölgenin de aynı servis şartlarını karşılaması gerekir [2]. Kaynaklı birleştirmeye ek olarak kaynak sırasındaki parametrelerin takibi ve bu çeliklere uygulanan kaynak sonrası ısıl işleminin (PWHT - EN12952-5'e göre) süreci çok önemlidir [3, 4]. Bu çalışmada üretim aşamasında farklı faz yapılarına sahip 13C (ferrit+perlit) ve 14M (beynit+ferrit) çelikleri kullanılmıştır [5, 6]. Çalışmamızda farklı faz yapısına sahip iki farklı çeliğin kaynaklanması sonrası mekanik değerleri incelenmiştir.

2. Malzeme Seçimi ve Deneyler

Çalışmamızda kullanılan 13C ve 14M çelikleri Cr ve Mo içeren ve bunlara ek olarak alaşım elementleri ile alaşımlandırılmışlardır. GTAW kaynak yöntemi ile kaynaklanan malzemelere kaynak sonrasında PWHT işlemi uygulanmıştır. Sonrasında ise hazırlanan numuneler çekme, eğme, darbe çentik ve sertlik testlerine tabi tutulmuştur.

2.1. Malzeme Seçimi ve Kaynaklanma Süreci

Genelde yüksek ısı altındaki bölgelerde kullanılan ve bir sıcaklık seviyesinden başka bir sıcaklık seviyesine geçişlerde birbirine kaynaklanmak zorunda kalınan EN 15608 standardına göre farklı gruptaki 13C ve 14M çelikleri çalışmamızda ele alınmıştır. Her iki malzemede çalışmamızda 6 mm plaka olarak hazırlanmış ve üretim verilerine göre listelenen kimyasal birleşimleri Tablo 1'de verilmiştir. GTAW (DC akımda) kaynak yöntemi ile yapılan kaynaklanma işleminde Şekil 1'de verilen kaynak ağzı detaylarına göre kaynak yapılmış ve kaynak 4 paso şeklinde tamamlanmıştır. Kimyasal bileşime göre C eşdeğerlik verisi dikkate alınarak ön ısıtma değeri 200°C ve pasolar arası geçiş sıcaklığı 300°C seviyelerinde tutulmuştur. EN 9606-1 standardına göre sertifikalandırılmış kaynakçılar tarafından kaynaklanmış ve Tablo 1'de kimyasal bileşimi verilen ilave metal (W-CrMo2Si) (FM – Ø 2,4 mm) kullanılmıştır. Kaynak süresince değişiklik gösteren kaynak parametreleri Tablo 2'de verilmiştir. Kaynak işlemi sonrasında kaynak bölgesine Tablo 3'de detayları verilen PWHT işlemi (EN 12952-5'e göre) uygulanmıştır. Tüm kaynaklanma süreci sonrasında kaynak bölgesine yüzeysel (penetrant testi - PT) ve hacimsel (radyografik test - RT) olarak tahribatsız muayene testleri (NDT) uygulanmış ve NDT aşamasından onay alan numuneler mekanik testlere alınmıştır.



Şekil 1. Kaynak ağzı detayları ve paso sırası

Çizelge 1. Kimyasal bileşimler

	Ağırlıkça %		
	13C	14M	FM
C	0,120	0,130	0,091
Mn	0,450	0,500	0,490
Si	0,230	0,260	0,578
P	0,005	0,005	0,007
Cr	0,830	0,443	2,474
Ni	0,090	0,156	0,114
Mo	0,500	0,600	0,995
Cu	0,100	0,277	0,080
V	-	0,250	0,007
Al	0,010	0,003	0,003

Çizelge 2. Kaynak parametreleri

Paso	Akım (A)	Voltaj (V)	Hız (cm/dk.)	Isı Girdisi (Kj/mm) ¹
1	90	11	3,48	1,04
2	125	11	3,90	1,26
3	100	11	5,94	0,67
4	100	11	5,99	0,65

$$A \cdot V \cdot 60 \cdot FD / (cm/dk.) / 10.000 = \text{Isı Girdisi (Kj/mm)}$$

(AWS D1-1)

Not: FD GTAW için 0,6 (EN 1011-1) alınmıştır.

Çizelge 3. PWHT şartları

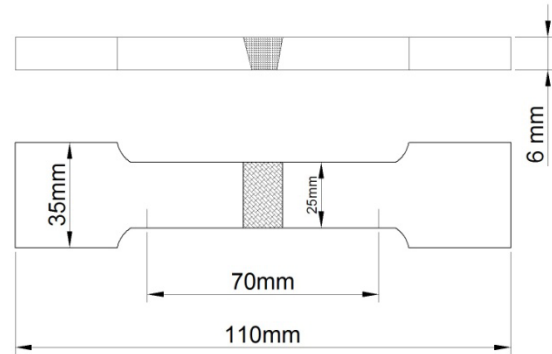
Isıtma Hızı (°C/saat)	Bekleme Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	Soğutma Hızı (°C/saat)
200	700 ± 20	30	200

2.2. Mekanik Testler

Kaynak ve PWHT işlemleri sonlanan malzemeler çekme, eğme, darbe çentik ve sertlik testlerine tabi tutulmuşlardır.

2.2.1. Çekme Testi

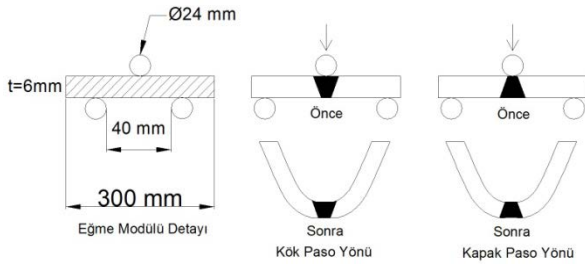
EN 4136 standardına bağlı olarak hazırlanan çekme numunelerinin detay resimleri Şekil 2'de gösterilmiştir. Plaka malzemeden hazırlanan numunelerde kaynak bölgesi çekme numunesinin orta kısmında kalacak şekilde test uygulanmıştır. Kaynakta kök ve kapak bölgesinin herhangi bir çentik etkisi oluşturulmaması adına numuneler her iki taraftan talaşlı olarak işlenmiştir. Çekme testleri Instron 5989 marka çekme cihazında yapılmıştır.



Şekil 2. Çekme numunesi ölçüleri

2.2.2. Eğme Testi

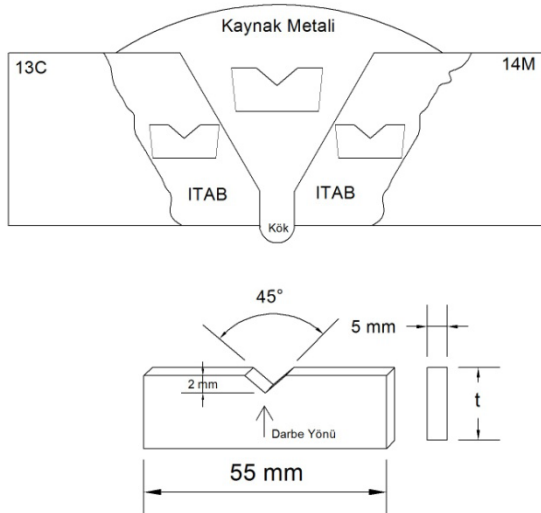
EN 5173 standardında geçen numune ve deney düzeneği ölçülerine göre yapılan eğme testine ait numune detayları Şekil 3'de gösterilmiştir. 3 nokta eğme yöntemiyle yapılan deneyde çubuk tarzında numune kullanılmıştır. Deneyde kök ve kapak paso olmak üzere her iki yönden de eğme işlemi yapılmıştır. Eğme işlemi yapılan numunelere test sonrası çatlak kontrolü adına yüzeysel tahribatsız muayene (PT) uygulanmıştır. Çatlak muayene kontrolü EN 5817-B kalite seviyesine göre yapılmıştır. Eğme testleri Instron 5989 marka çekme cihazında ters çalıştırma ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. Eğme testi detayları

2.2.3. Darbe Çentik Testi

Kaynak bölgesini oluşturan kaynak metal ve farklı malzemelerin ITAB bölgesinden alınan numunelere uygulanan darbe çentik testi EN 9016 standardında geçen detaylara göre yapılmıştır. Darbe çentik deneyleri Instron 450MPX marka cihazda oda sıcaklığı şartlarında gerçekleştirilmiştir. Deney süresince kullanılan numune bölgeleri ve ölçülerine ait teknik resim Şekil 4'te gösterilmiştir.



Şekil 4. Darbe çentik testi detayları

2.2.4. Sertlik Testi

Kaynaklı malzemede farklı bölgelerde (ITAB ve kaynak metal) oluşan sertlik dağılımını izlemek adına EN 9015-1 standardına göre mikro sertlik ölçümü yapılmıştır. Mikro sertlik ölçümü Qness Q10M marka cihazda Vickers cinsinden gerçekleştirilmiştir. Metalografik olarak hazırlanan yüzeylerdeki bölgeleri görebilmek için Nital10 (%10 HNO₃ + %90 Alkol) dağılayıcı reaktif kullanılmıştır. Sertlik ölçüm bölgeleri Şekil 6'da verilmiştir.

3. Sonuçlar ve Tartışma

Kaynak metalinin kabul edilebilir olarak oluşumunu sağlamak için en önemli değişkenler kaynak havuzu ölçülerinin ve soğuma süresinin kontrollü bir şekilde takip edilmesidir [7]. Yapılan çalışmamızda da kaynak havuzu ölçüleri kaynak parametreleri ile ve soğuma süresi de kaynak sonrası işlemler ile takip edilmiştir. Benzer olmayan iki farklı kalitede çeliğin kaynatılması ve kaynaklı numunelerin mekanik testleri sonucunda aşağıdaki veriler kaydedilmiştir.

3.1. Çekme Testi

İlgili standart baz alınarak hazırlanan numunelere uygulanan çekme testi sonucunda elde edilen veriler Tablo-4'te verilmiştir. Çekme testi sonucunda malzemelerde kaynak bölgesi dışından ve 13C malzemesi tarafından kopma yaşanmıştır. Kaynak metal hiçbir deformasyona uğramamıştır. 2 kez tekrarlanan deneyde sonuçlar birbirine yakın değerler göstermiştir.

Çizelge 4. Çekme testi sonuçları

Numune	Toplam Yük (N)	Çekme Dayanımı (N/mm ²)	Uzama (%)
1	16680	499	8,3
2	17300	521	10,9

Çekme deneyi sonuçlarına göre malzemelerden ziyade kaynak yöntemine (GTAW) bağlı kalarak kaynak bölgesinde oluşan toplam ısı girdisi ile mikro yapıda önemli değişiklikler meydana gelebilmektedir [7]. Kaynak sonrası soğuma süresi içerisinde ($t_{8/5}$) kaynak metal ve ITAB bölgesinde oluşan tane yapısı ve genel mikroyapı düzeni mekanik özellikleri etkilemektedir [8]. Deney sonrasında kopma 13C kalite çelik tarafından gerçekleştirildiği için kaynak metal yeterli dayanımı göstermiş ve düşük çekme dayanımına sahip malzemeden daha fazla dayanım göstererek sürekliliğini korumuştur.

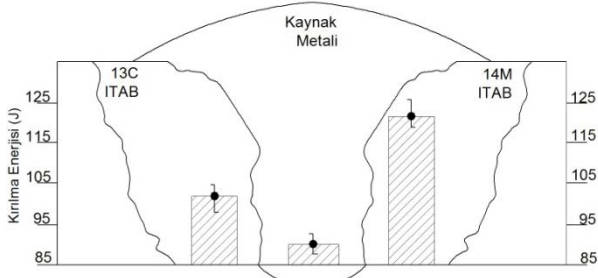
3.2. Eğme Testi

Malzemenin ve kaynak bölgesinin kaynak sonrası şekil değiştirebilme durumunu görebilmek adına uygulanan eğme deneyi sonucunda kaynak bölgesinde herhangi bir çatlak ve/veya kırılmaya rastlanmamıştır. Kaynak metalini çift taraflı kontrol edebilmek için hem kök hem de kapak paso tarafından eğme işlemi yapılmış ve kaynak bölgesi yüzeysel tahribatsız test (PT) ile incelenmiştir. Tahribatsız muayene sonrasında herhangi bir hata tespit edilmemiştir.

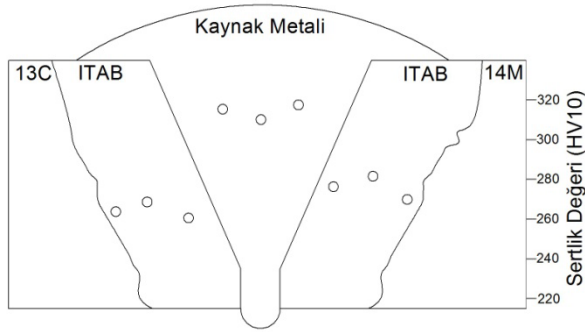
Kaynak işleminde ITAB ve kaynak metal bölgelerinde oluşan toplam ısı girdisi sonucunda mikro yapısal değişimler meydana gelmektedir [7]. Yapılan benzer çalışmalara göre kaynak bölgesinde mikroyapı değişimine rağmen fazla paso sayısından dolayı yapının tekrar temperlenmesi ile düşük şekillendirme faktörü değeri ortaya çıkmaktadır ve eğme testi sonucunda kaynak bölgesinde deformasyon oluşmamaktadır [8, 9]. Çalışmamızda da birden çok paso uygulanmış ve oluşan düşük şekil değiştirme faktörü değeri nedeniyle kaynak bölgesinde herhangi bir deformasyon meydana gelmemiştir.

3.3. Darbe Çentik ve Sertlik Testi

Her bölge için 3 adet numuneye uygulanan darbe çentik testi sonucunda kaydedilen verilerin ortalaması Şekil 5' de karşılaştırılmalı olarak verilmiştir. Test sonuçlarına göre sertlik değeri yüksek olan kaynak metalinin kırılma enerjisi diğer bölgelere göre daha düşüktür. Sertlik değerinin yüksek olması kaynak metalinin tokluk değerinin düşük olduğunu göstermektedir [10]. Sertlik testinin sonuçları ise Şekil 6'da bölgesel olarak gösterilmiştir.



Şekil 5. Darbe çentik testi sonuçları



Şekil 6. Sertlik testi değerleri ve ölçüm bölgeleri

Sonuç olarak bu iki deney birbirini karşılamaktadır. Her pasoda yeniden re-kristalize olan [8] ITAB bölgesinde ise malzemelerin kalitesine göre kırılma enerjisi ve sertlik değerleri değişiklik göstermiştir.

4. Sonuçlar

Farklı kalitedeki çelik malzemelerin kaynak metaline uygulanan ve standartlara bağlı kalarak yapılan mekanik testler ile aşağıda sonuçlara ulaşılmıştır.

- 1- Çekme testi sonucunda 13C malzemesi tarafından ve kaynak metali dışından kopma yaşanmıştır.
- 2- Eğme testi sonucunda kaynağın hem kök hem de kapak paso tarafında herhangi bir deformasyona rastlanmamıştır.
- 3- Darbe çentik ve sertlik testinin sonuçları birbirine tutarlı davranış göstermiş olup tokluk-sertlik ters orantısı gözlemlenmiştir.

Kaynaklar

- [1] J. Michel, M. Buršák, M. Vojtko, Microstructure and mechanical properties degradation of CrMo creep resistant steel operating under creep conditions, Journal of Materials Engineering 18 (2011) 57-62.
- [2] J. Hilkes, V. Gross, Welding CrMo steels for power generation and petrochemical applications-past, present and future, Biul. Inst. Spawal 1(11) (2013).
- [3] J. Chang, B. Kim, N. Heo, Stress relief cracking on the weld of T/P 23 steel, Procedia Engineering 10 (2011) 734-739.
- [4] N. Tammasophon, W. Homhrajai, G. Lothongkum, Effect of postweld heat treatment on microstructures and hardness of TIG weldment between P22 and P91 steels with Inconel 625 filler metal, Journal of metals, materials and minerals 21(1) (2011) 93-99.
- [5] A. Zieliński, J. Dobrzański, M. Dziuba-Kaluza, Structure of welded joints of 14MoV6-3 and 13CrMo4-5 steel elements after design work time under creep conditions, Archives of Materials Science and Engineering 61(2) (2013) 69-76.
- [6] L. Domovcová, P. Beraxa, M. Mojžiš, M. Weiss, M. Fujda, L. Parilák, Microstructure and Mechanical Properties of Steel Grade 14MoV6-3, Materials Science Forum, Trans Tech Publ, 2014, pp. 137-140.
- [7] B. Jin, M. Soeda, K. Oshima, Control of weldpool width and cooling time in TIG welding using a neural network model, Welding international 10(8) (1996) 614-621.
- [8] R. Gomes Moojen, I.G. Machado, J. Antonio Esmério Mazzaferro, A. Ruben Gonzalez, Cooling rate effects in the welding of API 5L-X80 steel, Welding International 31(2) (2017) 100-110.
- [9] D.W. Figueirôa, I.O. Pigozzo, R.H.G.e. Silva, T.F.d.A. Santos, S.L. Urtiga Filho, Influence of welding position and parameters in orbital tig welding applied to low-carbon steel pipes, Welding International 31(8) (2017) 583-590.
- [10] T. Kasuya, N. Yurioka, M. Okumura, Methods for predicting maximum hardness of heat-affected zone and selecting necessary preheat temperature for steel welding, Nippon Steel Technical Report (1995) 7-14.

INVESTIGATION OF EFFECTS ON THE RESULTS OF DIFFERENT TEST RATES IN METALLIC MATERIALS

METALİK MALZEMEDE FARKLI DENEY HIZLARININ SONUÇLAR ÜZERİNE ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Bülent AYDEMİR^a, Hasan TAŞCAN^b, Cemalettin ÇAMYURDU^c, Onur BARAN^d, Ali TEMİZ^e

^a TÜBİTAK UME, Gebze-Kocaeli, Turkey, bulent.aydemir@tubitak.gov.tr

^b TÜBİTAK MAM ME, Gebze-Kocaeli, Turkey, hasan.tascan@tubitak.gov.tr

^c TÜBİTAK MAM ME, Gebze-Kocaeli, Turkey, cemalettin.camyurdu@tubitak.gov.tr

^d TÜBİTAK MAM ME, Gebze-Kocaeli, Turkey, onur.baran@tubitak.gov.tr

^e POSCO ASSAN, İzmit-Kocaeli, Turkey, ali.temiz@poscoassan.com

Özet

Metalik malzemeler çekme deney standardı EN ISO 6892-1 standardı 2016 yılında revize edildi. Revizyonunda en önemli değişiklik hız değerlerinin seçimi konusudur. Çekme deney hızının sonuçlara etki ettiği kitaplarda verilmektedir. Ancak hızın sonuçlar üzerinde etkisinin ne seviyelerde olduğu konusunda bir tanımlama bulunmamaktadır.

Bu çalışmada, aynı çelik sac malzemeden çok sayıda numune alınmıştır. Bunlara aynı çekme test makinasında farklı hız kademelerinde çekme deneyleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar değerlendirilerek hızın çekme deney sonuçlarına etkisi verilmiştir.

Anahtar kelimeler: Çekme deneyi, ISO 6892-1, Çekme hızı

Abstract

The tensile test standard EN ISO 6892-1 for metallic materials was revised in 2016. The most important change in the revision is the choice of test speed (rate) values. Tensile tests are given in books where the speed of the test affects the results. However, there is no definition of what the effect of speed is on the results.

In this study, a large number of samples were prepared from the same steel sheet material. They were subjected to tensile tests at different test speeds in the same tensile testing machine. The obtained results were evaluated and the results of the pulling tests were affected.

Keywords: Tensile test, ISO 6892-1, Test rate, Test speed

1. Giriş

Metalik malzemelerde çekme deneyi yaygın olarak kullanılan bir deneydir. Metal malzemelerin oda sıcaklığında çekme deney standardı olarak karşınıza EN ISO 6892-1(2016) ve ASTM E8/8M (2016) çıkar[1,2]. Ülkemizde çekme deneyinden akredite olan laboratuvarların kapsamlarında en yaygın EN ISO 6892-1 standardı ile karşılaşılr[3].

Oda sıcaklığında yapılan metalik malzeme çekme deneyini EN ISO 6892-1 standardı detaylı olarak açıklar. Standartta, testin yapılmasında kullanılması gereken ekipmanların tanımlanmasının yanı sıra, deneyde uygulanacak metodu, seçilecek deney hızlarını, kullanılan hesaplamaları, raporlanacak sonuçlar gibi pek çok konu detaylı ifade edilir.

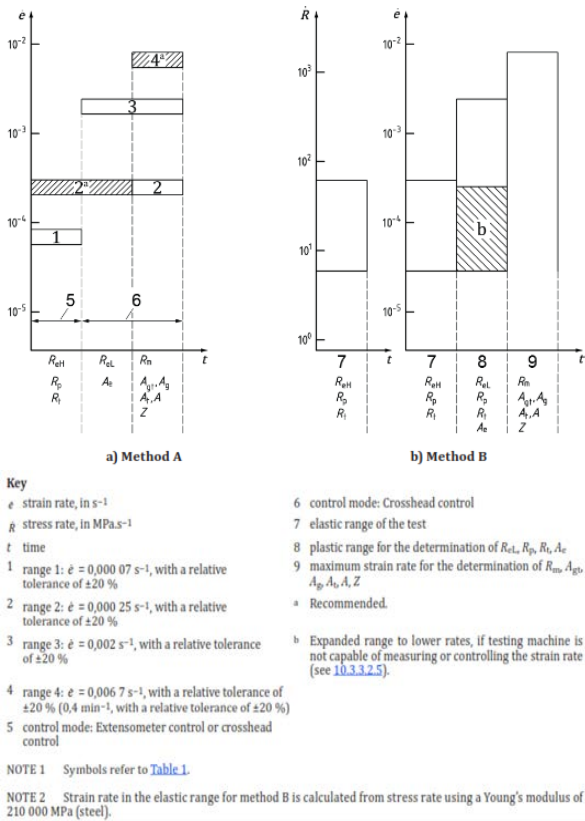
Deney hızları ile ilgili bilgiler EN ISO 6892-1:2016 standardın 10.3 bölümünde test hızları başlığı altında detaylandırılmıştır. Temel olarak 2 tip hız tanımlanmış; birincisi gerinme (uzama) hızı, ikincisi gerilme hızıdır. EN ISO 6892-1 standardının 2009 versiyonunda Metod A olarak tanımlanan gerinme (uzama) hızı, 2016 versiyonun da iki metod olarak revize edilmiştir. Metod A1 (Kapalı çevrim gerinme kontrolü) ve Metod A2 (Açık çevrim gerinme kontrolü) olarak ifade edilir. Standartta verilen deney hızları şekil 1 de görülmektedir. Çekme deney hızının sonuçlara etki ettiği literatürde verilmektedir. Ancak hızın sonuçlar üzerinde etkisinin ne seviyelerde olduğu konusunda çok fazla çalışma bulunmamaktadır[3-7].

Bu çalışmada, aynı çelik sac malzemeden çok sayıda numune hazırlanmıştır. Bunlara, aynı çekme test makinasında, farklı hız değerlerinde çekme deneyleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar değerlendirilerek hızın çekme deney sonuçlarına etkisi tespit edilmiştir.

2. Deney numuneleri ve deney hızlarının belirlenmesi

Numuneler POSCO ASSAN TST Çelik San. A.Ş. firması tarafından aynı grup malzemeden alınarak EN ISO 6892-1 standartlarında verilen numune şekline uygun olarak hazırlanmıştır. Deneyleri yapılması esnasında gerekli şartlar için, EN ISO 6892-1 standartlarında verilen parametreler kullanılmıştır.

EN ISO 6892-1 standardında verilen deney hızları grafiği şekil 1 de görülmektedir. Ayrıca standartta tanımlanan Metod A ve Metod B için deney hız değerleri ise Tablo 1 ve 2 de verilmiştir. Bu çalışmada, deney hızları EN ISO 6892-1 standartlarında tanımlanan deney hızlardan yararlanılarak metod A1 ve metod B için Tablo 3 ve 4 de verildiği şekilde belirlenmiştir. Hızlar belirlenirken standardın tanımladığı minimum ve maksimum noktalara yakın değerler tercih edildi.



Şekil 1. EN ISO 6892-1 standardında verilen çekme deney hız grafiği

Tablo 1. EN ISO 6892-1 de verilen Metod A gerinme hızı değerleri

Standard	Hız kademeleri (1/s)	Gerinme Hızı (1/s)	
		Değeri	Toleransı
ISO 6892-1	Kademe 1	0,00007	$\pm \% 20$
	Kademe 2	0,00025	$\pm \% 20$
	Kademe 3	0,002	$\pm \% 20$
	Kademe 4	0,0067	$\pm \% 20$

Tablo 2. EN ISO 6892-1 de verilen Metod B gerilme hızı değerleri

Standard	Malzemenin Elastiklik modülü (MPa)	Gerilme Hızı (MPa/s)	
		minimum	maksimum
ISO 6892-1	< 150000	2	20
	≥ 150000	6	60

Tablo 3. Metod A1 için deney hızları

Metod A1	Akma gerilmesi (Rp0.2) dahil hız değeri 1/s	Akma gerilmesi (Rp0.2) sonrası hız değeri 1/s
	Hız 1	0,00007
Hız 2	0,00007	0,002
Hız 3	0,00025	0,002
Hız 4	0,00025	0,0067

Tablo 4. Metod B için deney hızları

Metod B	Hız (MPa/s)
	6
12	
24	
48	

3. Deneyin gerçekleştirildiği cihaz

Deneyler tablo 3 ve 4 te verilen hızlarda EN ISO 6892-1 standardına uygun olarak TÜBİTAK MAM Malzeme Enstitüsü mekanik testler laboravaruında Zwick marka Z250 model çekme cihazında gerçekleştirilmiştir. Cihaz ISO 7500-1 standardına göre kalibre edilmiş 250 kN kapasiteli kuvvet dönüştürücüye ve ISO 9513 standardına göre kalibre edilmiş ekstansometreye sahiptir[8,9]. Numenelere cihazın pnömomatik tahrikli hidrolik çene ekipmanı kullanılarak çekme deneyi uygulandı.(şekil 2)



Şekil 2. Çekme deneyi makinası ve numunenin pozisyonu

4. Ölçüm Sonuçları

Standarda uygun olarak hazırlanan numuneler tablo 3 ve tablo 4 de verilen hızlar kullanılarak çekme deneyi uygulandı. Her hız değeri için 3 adet numune test edildi.

EN ISO 6892-1 göre Metod B deney hızlarında elde edilen sonuçlar aşağıdaki Tablo 5,6,7,8 de verilmiştir.

Tablo 5. Akma gerilmesi (Rp 0.2) değerlerindeki değişim miktarları

Hız	Ortalama	Standart sapma
MPa/s	MPa	MPa
6	290,7	0,7
12	292,5	1,4
24	294,5	1,5
48	298,9	2,0

Tablo 6. Çekme gerilmesi (Rm) değerlerindeki değişim miktarları

Hız	Ortalama	Standart sapma
MPa/s	MPa	MPa
6	683,8	4,4
12	674,0	2,6
24	671,7	3,7
48	667,9	5,3

Tablo 7. Yüzde Uzama (A) değerlerindeki değişim miktarları

Hız	Ortalama	Standart sapma
MPa/s	%	%
6	54,7	0,4
12	53,5	0,8
24	53,5	0,8
48	53,0	0,4

Tablo 8. Elastik modül (E) değerlerindeki değişim miktarları

Hız	Ortalama	Standart sapma
MPa/s	MPa	MPa
6	193953,3	5877,7
12	194538,0	1372,2
24	196068,2	2563,1
48	195951,7	1913,0

EN ISO 6892-1 göre Metod A1 deney hızlarında elde edilen sonuçlar aşağıdaki Tablo 9,10,11,12 de verilmiştir.

Tablo 9. Akma gerilmesi (Rp 0.2) değerlerindeki değişim miktarları

Hız	Ortalama	Standart sapma
MPa/s	MPa	MPa
Hız 1	284,6	2,8
Hız 2	283,7	2,6
Hız 3	287,0	0,8
Hız 4	287,6	2,8

Tablo 10. Çekme gerilmesi (Rm) değerlerindeki değişim miktarları

Hız	Ortalama	Standart sapma
MPa/s	MPa	MPa
Hız 1	722,3	10,9
Hız 2	726,1	15,6
Hız 3	714,3	2,6
Hız 4	674,1	3,3

Tablo 11. Yüzde Uzama (A) değerlerindeki değişim miktarları

Hız	Ortalama	Standart sapma
MPa/s	%	%
Hız 1	41,9	1,7
Hız 2	62,0	2,5
Hız 3	61,1	0,4
Hız 4	54,7	0,7

Tablo 12. Elastik modül (E) değerlerindeki değişim miktarları

Hız	Ortalama	Standart sapma
MPa/s	MPa	MPa
Hız 1	201091,3	3975,9
Hız 2	198481,3	1247,0
Hız 3	195738,0	4076,2
Hız 4	193490,3	5783,7

5. Sonuçların Değerlendirmesi

EN ISO 6892-1 standardı Metod A1 ve Metod B deney hızlarında elde edilen tüm ortalama sonuçlar aşağıdaki Tablo 13, 14 de verilmiştir.

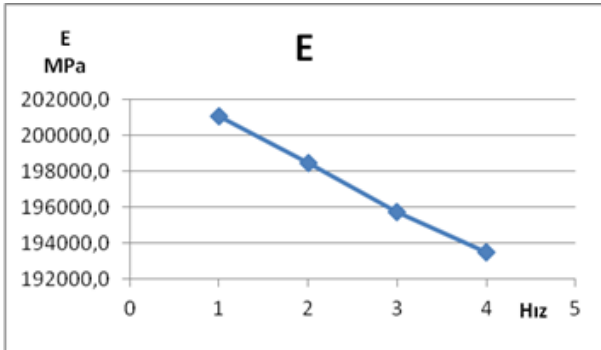
Tablo 13. EN ISO 6892-1 Metod A1 göre farklı deney hızlarında elde edilen ölçüm sonuçları

Hız	E	Rp 0.2	Rm	A
	MPa	MPa	MPa	%
	ortalama	ortalama	ortalama	ortalama
Hız 1	201091,3	284,6	722,3	41,9
Hız 2	198481,3	283,7	726,1	62,0
Hız 3	195738,0	287,0	714,3	61,1
Hız 4	193490,3	287,6	674,1	54,7

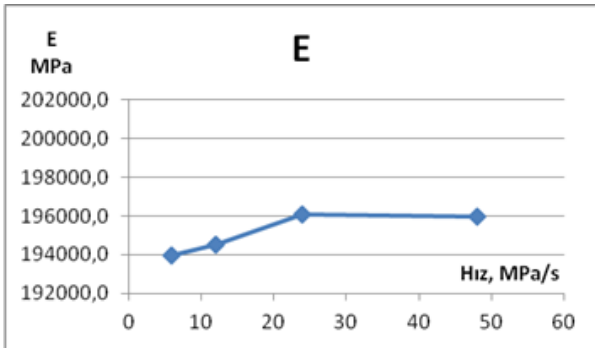
Tablo 14. EN ISO 6892-1 Metod B göre farklı deney hızlarında elde edilen ölçüm sonuçları

Hız	E	Rp 0.2	Rm	A
	MPa	MPa	MPa	%
	ortalama	ortalama	ortalama	ortalama
6	193953,3	290,7	683,8	54,7
12	194538,0	292,5	674,0	53,5
24	196068,2	294,5	671,7	53,5
48	195951,7	298,9	667,9	53,0

Elde edilen sonuçların grafikleri aşağıdaki şekillerde verilmiştir.

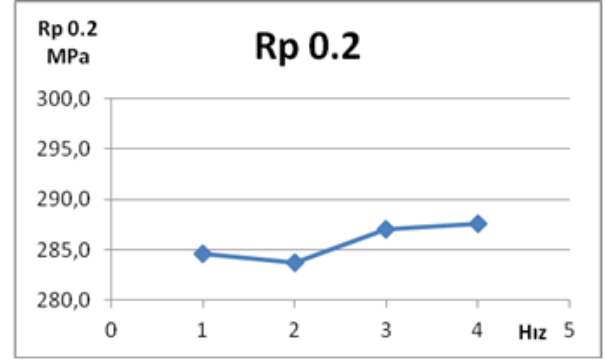


Metod A1

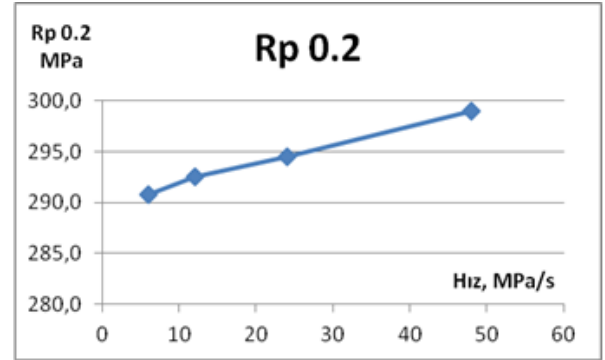


Metod B

Şekil 3. EN ISO 6892-1 göre farklı deney hızlarında Elastik modül (E) değerlerindeki değişim grafikleri

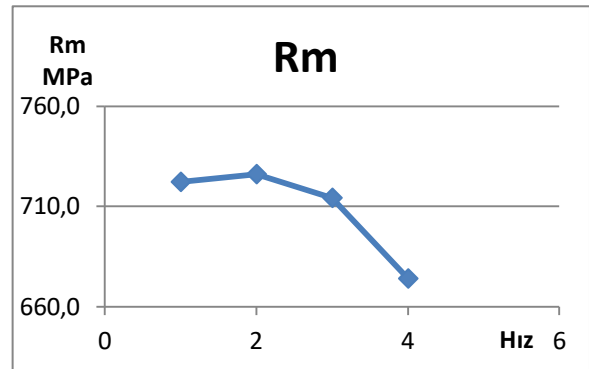


Metod A1

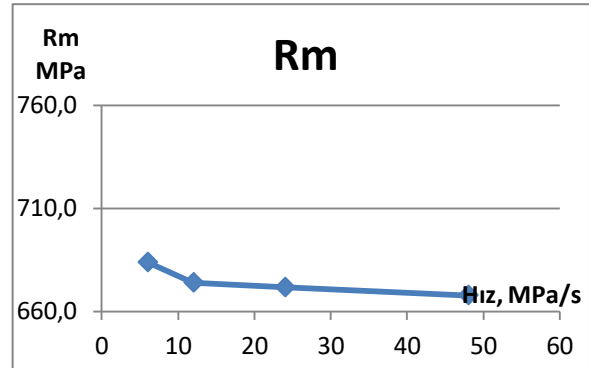


Metod B

Şekil 4. EN ISO 6892-1 göre farklı deney hızlarında Akma gerilmesi (Rp 0.2) değerlerindeki değişim grafikleri

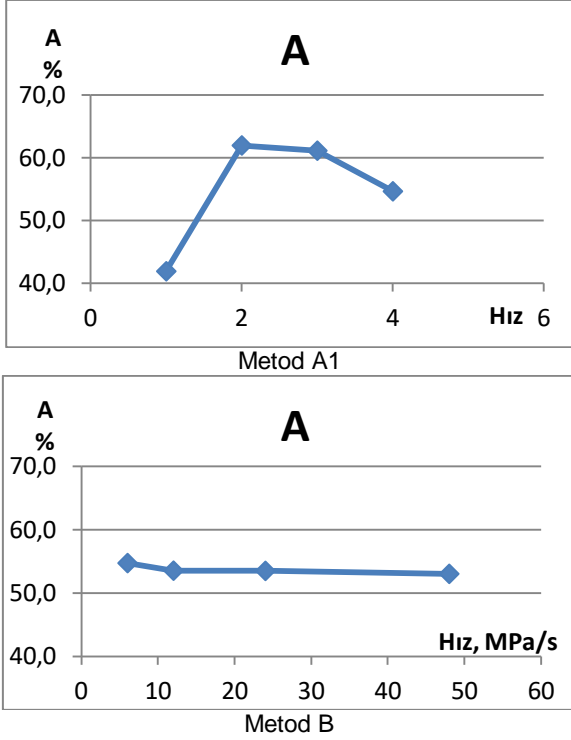


Metod A1



Metod B

Şekil 5. EN ISO 6892-1 göre farklı deney hızlarında çekme gerilmesi (Rm) değerlerindeki değişim grafikleri



Şekil 6. EN ISO 6892-1 göre farklı deney hızlarında yüzde uzama (A) değerlerindeki değişim grafikleri

Elastiklik modül (E) değerleri incelendiğinde, EN ISO 6892-1 Metod A1 de gerçekleştirilen 4 farklı hız kademesinde % 3,9 seviyesinde sonuçlarda değişim elde edilmiştir. EN ISO 6892-1 Metod B 4 farklı hız kademesinde gerçekleştirilen deneylerde ise değişim oranı % 1,1 bulunmuştur.

Akma gerilmesi (Rp 0.2) sonuçları değerlendirildiğinde, EN ISO 6892-1 Metod A1 de gerçekleştirilen 4 farklı hız kademesinde % 1,4; EN ISO 6892-1 Metod B 4 farklı hız kademesinde gerçekleştirilen deneylerde ise % 2,8 seviyesinde sonuçlarda saçılma elde edilmiştir.

Çekme gerilmesi (Rm) değerleri incelendiğinde, EN ISO 6892-1 Metod A1 de gerçekleştirilen 4 farklı hız kademesinde % 7,3 seviyesinde sonuçlarda değişim elde edilmiştir. EN ISO 6892-1 Metod B 4 farklı hız kademesinde gerçekleştirilen deneylerde ise değişim oranı % 2,4 bulunmuştur.

Numunelerin kopma sonrası kopma yerleri incelendiğinde bir grup numune dışında tüm numunelerin ekstansometre çatallarının arasından koptuğu görülmüştür (şekil 7). Yalnız EN ISO 6892-1 Metod A1 Hız 1 kademesinde numunelerde tutma çenelerine yakın noktadan şekil 8 de görüldüğü gibi kopma gerçekleşmiştir. 3 numunede de aynı kopma gözlenmiştir. Bu sebepten Hız 1 numune grubunun yüzde uzama değerleri diğer hız gruplarına göre yaklaşık %30 daha düşük bir değer elde edilmiştir. Ekstansometre çatalları arasından kopma gerçekleşmemesi sebebiyle Metod A1 Hız 1 grubu yüzde uzama (A) sonucu değerlendirmede dikkate alınmıştır.

Numunelerin yüzde uzama sonuçları farklı hızlar için kıyaslandığında EN ISO 6892-1 Metod A1 3 farklı hız grupları arasındaki değişim % 12,3 iken; EN ISO 6892-1 Metod B de 4 farklı hız grupları arasındaki değişim % 3,2 seviyesindedir.



Şekil 7. Ekstansometre çatalları arası kopma gözlemlenen numuneler



Şekil 8. Ekstansometre çatalları arası kopma gerçekleşmeyen numuneler

6. Sonuçlar ve Öneriler

Sonuçlar incelendiğinde akma gerilmesi (Rp 0.2) dışındaki E, Rm ve A parametrelerinde EN ISO 6892-1 standardı Metod B hızları kullanılarak yapılan deneylerde hıza göre değişimi EN ISO 6892-1 standardı Metod A1 hızları kullanılarak yapılan deneylere göre çok daha az saçılma gösteren sonuçlar elde edilmiştir. Yalnız akma gerilmesinde bu durumun tersi gerçekleşmiştir. Akma gerilmesi sonuçlarındaki saçılma EN ISO 6892-1 standardı Metod B hızları kullanılarak yapılanlar ile Metod A1 hızı kullanılarak yapılan deneyler arasında 2 katı olduğu tespit edilmiştir.

Yapılan deneyler sonucunda bu malzeme için, akma gerilemesinin tespitinin önemli olduğu durumlarda EN ISO 6892-1 standardı Metod A1 de önerilen hızların seçilmesi daha uygun olacaktır. Elastiklik modülü, çekme gerilemesi ve % uzama özelliklerinin önemli olduğu durumlarda ise EN ISO 6892-1 metod B hız kademelerinin kullanılması sonuçlardaki saçılmaları azaltacağı düşünülebilir. Bu çalışma sadece bir malzeme grubu için yapılmış olup, farklı malzemelerde aynı yorumların yapılması mümkün olmayacaktır.

Kaynaklar

- [1]. EN ISO 6892-1, Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of test at room temperature, 2016
- [2]. ASTM E8, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, 2016
- [3]. Kavruk, M., Aydemir, B., Analysis of Accredited Laboratories in the Steel Sector in Turkey, 2017, 3rd Iron and Steel Symposium (UDCS'17), 3-5April 2017, Karabuk-TURKEY, S.178-183
- [4]. Aydemir, B., The Changes in ISO 6892-1:2016 Metallic Materials Tensile Testing Standard, 2017, 3rd Iron and Steel Symposium (UDCS'17), 3-5April 2017, Karabuk-TURKEY, S.163-166
- [5]. Aydemir, B., ISO 6892-1:2016 Metalik malzemeler çekme deneyi standardındaki değişiklikler ve etkileri, 2017, Metal Dünyası, Sayı 283, S.68-72, İstanbul
- [6]. Aydemir, B., Taşcan, H., Camyurdu, C., Baran, O., Metalik malzemedeki farklı deney hızlarında gerçekleştirilen çekme deneyi sonuç raporu, UME-KV-17-02, Tübitak UME, 08.2017
- [7]. B. Aydemir, H. Taşcan, C. Camyurdu, "Çekme deneyinde farklı uzama ölçme yöntemlerinin etkilerinin incelenmesi", 2015, Metal Dünyası, Sayı 266, S.44-50, İstanbul
- [8]. ISO 7500-1, Metallic materials -Calibration and verification of static uniaxial testing machines Part 1: Tension/compression testing machines-Calibration and verification of the force-measuring system, 2015
- ISO 9513, Metallic materials - Calibration of extensometer systems used in uniaxial testing, 2012

EFFECT OF COOLING RATE ON MARTENSITIC TRANSFORMATION TEMPERATURE OF SHAPE MEMORY CoNiAlSi ALLOY

Kemal ALDAŞ^a, Murat ESKİL^b, Eyyüp Seval^b

^a Aksaray Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Aksaray, Türkiye, E-posta: eskil@aksaray.edu.tr

^b Aksaray Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Aksaray, Türkiye, E-posta: kaldas@aksaray.edu.tr

Abstract

In this study, a polycrystalline CoNiAlSi alloy was prepared by vacuum arc melting. Three samples of this alloy were heated to 1000 °C and cooled in three media: water+ice bath, air+liquid nitrogen and liquid nitrogen bath. The martensitic transformation behavior and transition temperatures in Co based shape memory alloys (SMAs) are strongly influenced by thermal treatments. The martensitic transformation temperatures of CoNiAlSi SMA measured by differential scanning calorimetry (DSC) were investigated with different cooling conditions and cooling rates. The results showed that the cooling condition has strong influence on the martensitic transformation temperatures during transformation.

Keywords:

Martensitic transformation temperatures, Cooling rate

Özet

Bu çalışmada, polikristal CoNiAlSi alaşımı vakum arc eritme yöntemi ile elde edilmiştir. Bu alaşımlara ait numuneler 1000C de homojenize edilip su+buz,, hava+sıvı azot ve sıvı azot banyolarına tabi tutulmuştur. Kobalt bazlı şekil hafızalı alaşımlarda martensitik dönüşüm davranışı ve geçiş sıcaklıkları kuvvetli bir şekilde termal işlemlerden etkilenmiştir. Diferansiyel Termal Kalorimetre tarafından ölçülmüş olan CoNiAlSi Şekil hafızalı alaşımların martensitik dönüşüm sıcaklıkları farklı soğutma ortamları ve hızları için ölçülmüştür. Sonuçlar, dönüşüm esnasında martensitik dönüşüm sıcaklıklarının üzerinde soğutma ortamlarının güçlü bir etkisi olduğunu göstermiştir.

Keywords: Martensitik Dönüşüm Sıcaklıkları, Soğutma Hızı

1. Introduction

SMAs are metallic alloys that can undergo martensitic phase transformations as a result of applied thermomechanical loads and are capable of recovering from apparently permanent strains when heated above a certain temperature [1]. Martensitic transformation is a shear dominated lattice deformation where atoms move cooperatively so the transformation is a diffusionless transformation [2]. Recently, the Co–Ni–Al system has been explored as a new member of magnetic SMAs, which is characterized by good ductility, high magnetocrystalline anisotropy energy, large pseudoelastic temperature window and two-way shape memory effect [3]. Martensitic transformations

and lattice reorientation processes in ferromagnetic SMAs can be triggered not only by changes in temperature and stress, as in conventional SMAs, but also by applying an external magnetic field [4]. The magnetic shape memory effect can be triggered by two different mechanisms;

First, the application of a magnetic field can lead to a reorientation of martensite twins by twin-boundary motion, in analogy to the stress-induced deformation in a conventional twinned martensitic shape memory alloy. Second, it can result from a magnetic field-induced phase transformation. However, the required magnitude of the magnetic field for the latter is often too large for actual ferromagnetic SMA applications [5; 6]

Depending on the temperature, a SMA can be austenite, martensite or a mixture of them [7]. The Co-based Heusler alloys with shape memory effect exhibit complex phase formations among three possible phases, including an fcc-type disordered γ phase, the γ' phase, which has a Ni₃Al-type L1₂ structure, and the β phase, which has a bcc-type B2 ordering of (Ni,Co)Al [8]. Martensite phase was identified as non-modulated L1₀ structure with c/a = 0.78 ratio, nevertheless its amount decreased with increasing Co content in the alloys [9]. The $\beta + \gamma$ two-phase constitution appears over a large composition range of Co–Ni–Ga and Co–Ni–Al systems. The introduction of the fcc second phase γ phase is greatly favored to the enhancement of ductility [10]. By the thermoelastic martensitic transformation from the parent β phase with B2 structure into the martensite phase with L1₀ structure is a necessity for the shape memory effect [11]. The γ phase can be removed by a heat treatment after rolling or shaping the specimens [12]. The martensitic transformation temperature and magnetic transition temperature can be individually controlled in a wide range of temperature by adjusting composition, thermal treatments and stress [3].

The aim of the present work is to investigate the effect of some of the transformation behaviours such as transformation temperatures so CoNiAl alloys was investigated by changing the conditions of cooling conditions and rates.

2. Experimental Procedure

The CoNiAlSi shape memory alloy was prepared by conventional vacuum arc melting. The melted ingot was cut into test specimens by a spark-cutting apparatus for DSC (Perkin-Elmer Pyris-6) investigations and then solution-treated at 1000 °C for 1 h followed by different cooling procedures. The labeling of the specimens and heat-treatment conditions are summarized in Table 2. The masses of the DSC specimens are 45.1 mg, 47.5 mg and 46.5 mg for A, B and C specimens,

respectively. All the specimens are sealed in an aluminum pan during DSC testing. A matching empty specimen pan with crimped lid was used as the reference. Transformation temperatures and thermodynamic values of the specimens were measured by different cooling rate from 5 °C/min to 25 °C/min under a constant nitrogen flow in the DSC apparatus. From the DSC curves, the transformation start and finish temperatures were determined by the intersection of a base line and the tangent to a peak.

Table 1 The chemical compositions and e/a ratios of the alloys

	Co	Ni	Al	Si	e/a ratio
Atomic (%)	38	36	23	3	7.83
Weight (%)	44,32	41,36	12,09	2,61	

Table 2 Cooling conditions and labels of the specimens.

Specimen	Homogenization	Cooling Condition
A	1000 °C 1 hour	Cooled in Ice+Water
B	1000 °C 1 hour	Cooled in Air → Liquid Nitrogen
C	1000 °C 1 hour	Cooled in Liquid Nitrogen

3. Results and Discussion

In order to investigate the effect of cooling condition on the martensitic transformation temperatures of CoNiAlSi specimens, the transformation behavior of solution-treated and cooled to different conditions with different specimen were determined by DSC at cooling rates ranging from 5 °C/min to 25 °C/min. The masses of DSC specimens were kept closer because of the fact that the larger specimen size leads to a greater temperature gradient from the center to the surface of the specimen when it is cooled or heated at a constant rate. Therefore, the cooling rate effect on the M_s

temperatures is more significant when a heavier specimen is used in DSC measurement [13]. Fig. 1 shows the cooling curves of the specimens A, B and C, respectively. The austenite-to-martensite (A→M) transformation is accompanied by the release of heat corresponding to a change in the transformation enthalpy or exothermic phase transformation [1]. The peaks seem to be nearly smooth. This is because training generates dislocation arrays and residual stress in the parent phase in such a way that preferential martensite variants would be nucleated and grown with preferential direction during cooling treatment. As a result, nearly no bumps can be observed at all peaks [14].

The changes on transformation temperatures of Specimens A, B and C deduced from the DSC curves are summarized in Figure 2, 3 and 4. For SMAs, the transformation temperatures M_s , M_f , M_{max} and the difference $M_s - M_f$ are important factors in characterizing shape memory behavior [1, 7]. In addition, the $M_s - M_f$ difference becomes wider at higher stress levels [15]. $M_s - M_f$ difference is approximately close to each other for specimen A, B and C but by rising cooling rates $M_s - M_f$ difference increases. This suggests that the driving force needed for the transformation is bigger for higher cooling rates [14]. It can be seen that the effects of cooling rate on the transformation temperatures are remarkably different among the specimens. For all Specimens, M_s temperature almost decreases at all cooling rates. However, according to Figure 2, M_f is plotted against the temperature interval in the multi-step tests, M_f first becomes pretty stable but it decreases at 25°C/min for specimen A. $M_s - M_f$ increases with the increase in cooling rate for all specimens.

As shown in Table 3, 4 and 5, the cooling rate effect is more significant and causes higher changing rates of the Martensitic transformation temperatures on specimen B and C. This means the cooling condition temperature gradient makes cooling rate effects more sensitive. In addition the specimen cooled at a high temperature entails the formation of the martensitic phase earlier as M_s moves towards higher values. At low heat-treatment conditions; all the Martensitic transformation temperatures are below room temperature. Beside this results M_f and M_{max} temperatures are below 0 for specimen B as illustrated in Table 4. Therefore, all these results show that we might chose to cool the materials at ice+water condition, which have the critical transformation temperatures near room temperature for adapting SMA component to a machine working at room conditions.

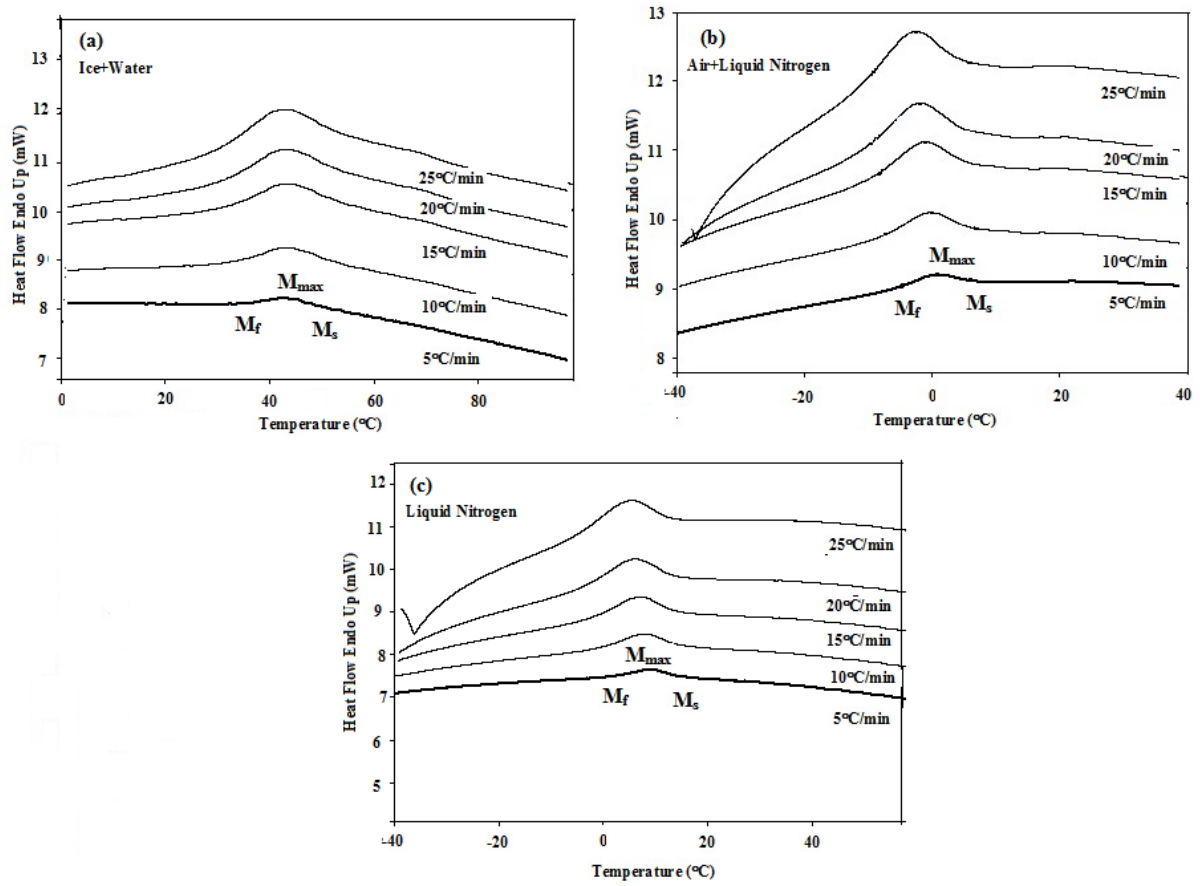


Fig. 1 - The measured M_s temperatures from DSC results of CoNiAlSi specimens measured at different cooling rates. (a) for specimen A, (b) specimen B and (c) specimen C.

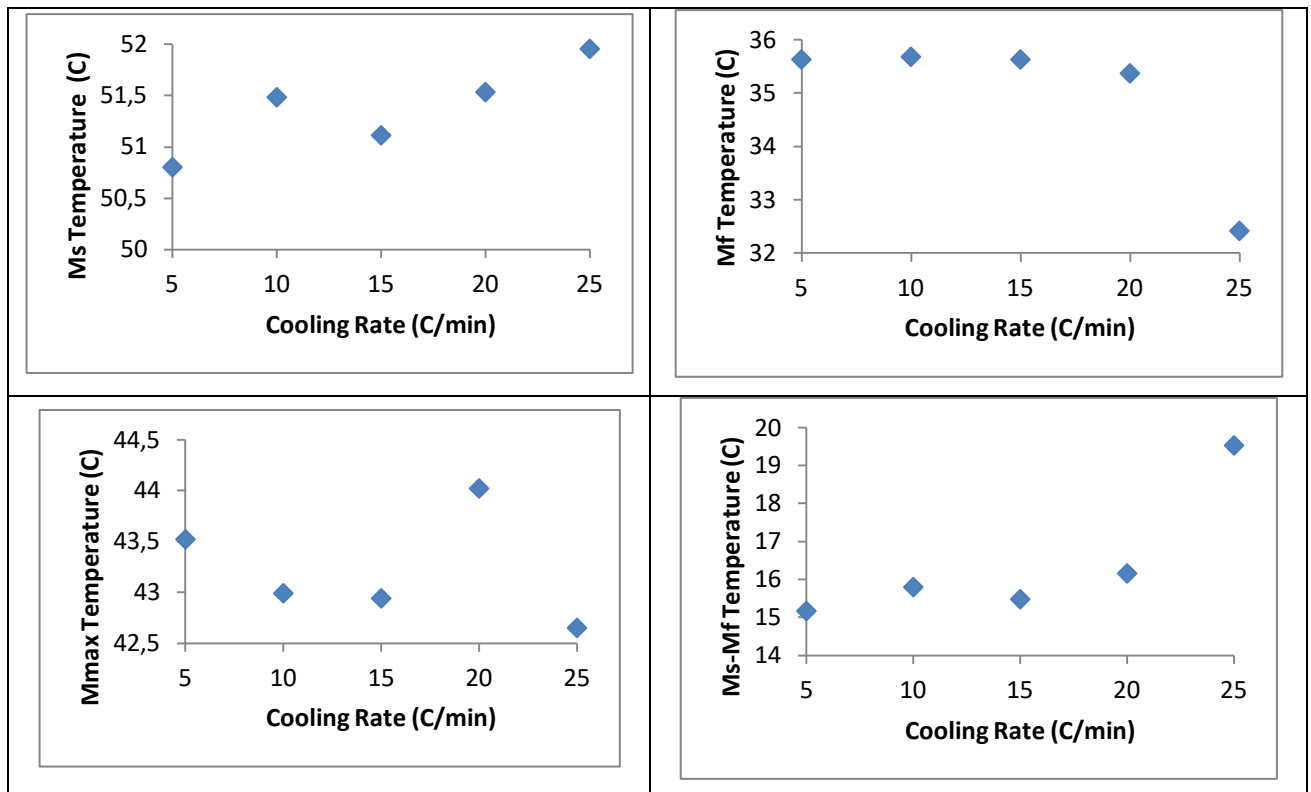


Fig. 2 - Martensitic transformation temperatures from DSC results of specimen A as a function of cooling rate.

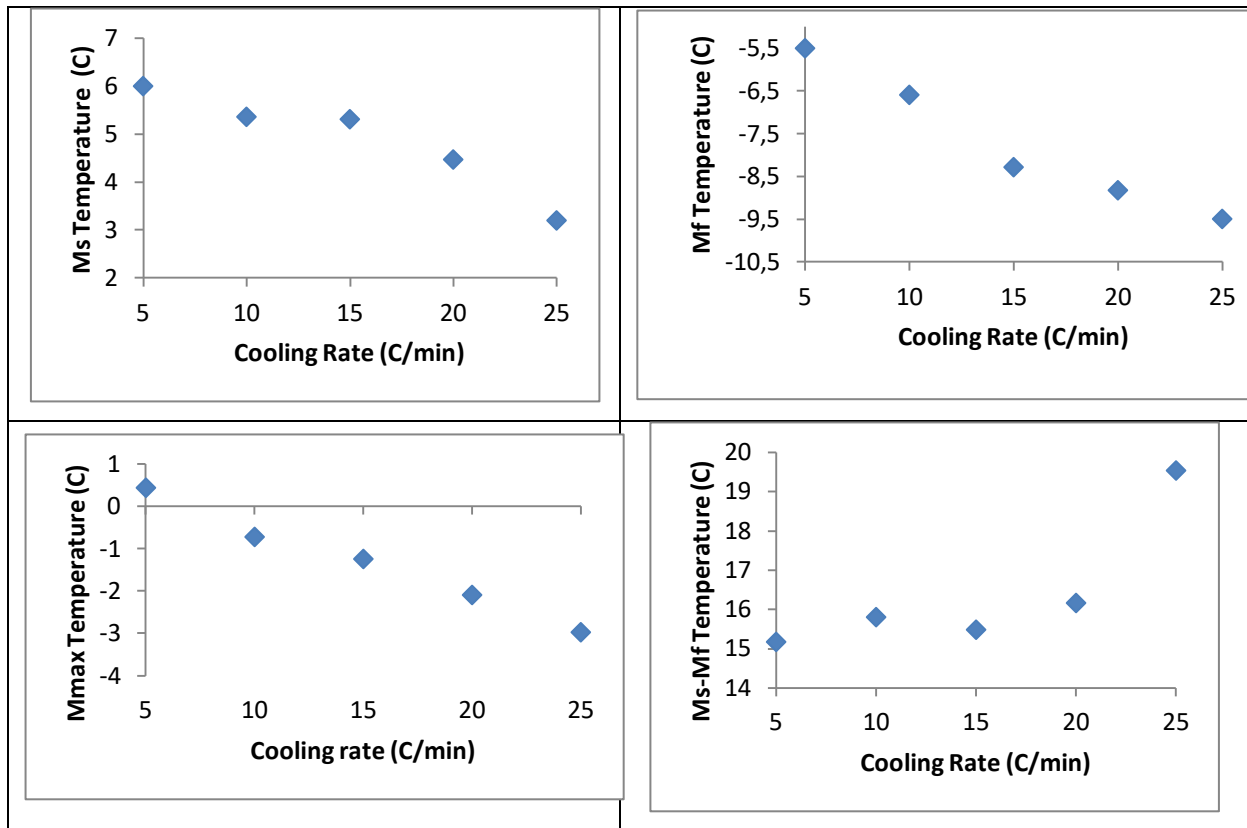


Fig. 3 - Martensitic transformation temperatures from DSC results of specimen B as a function of cooling rate.

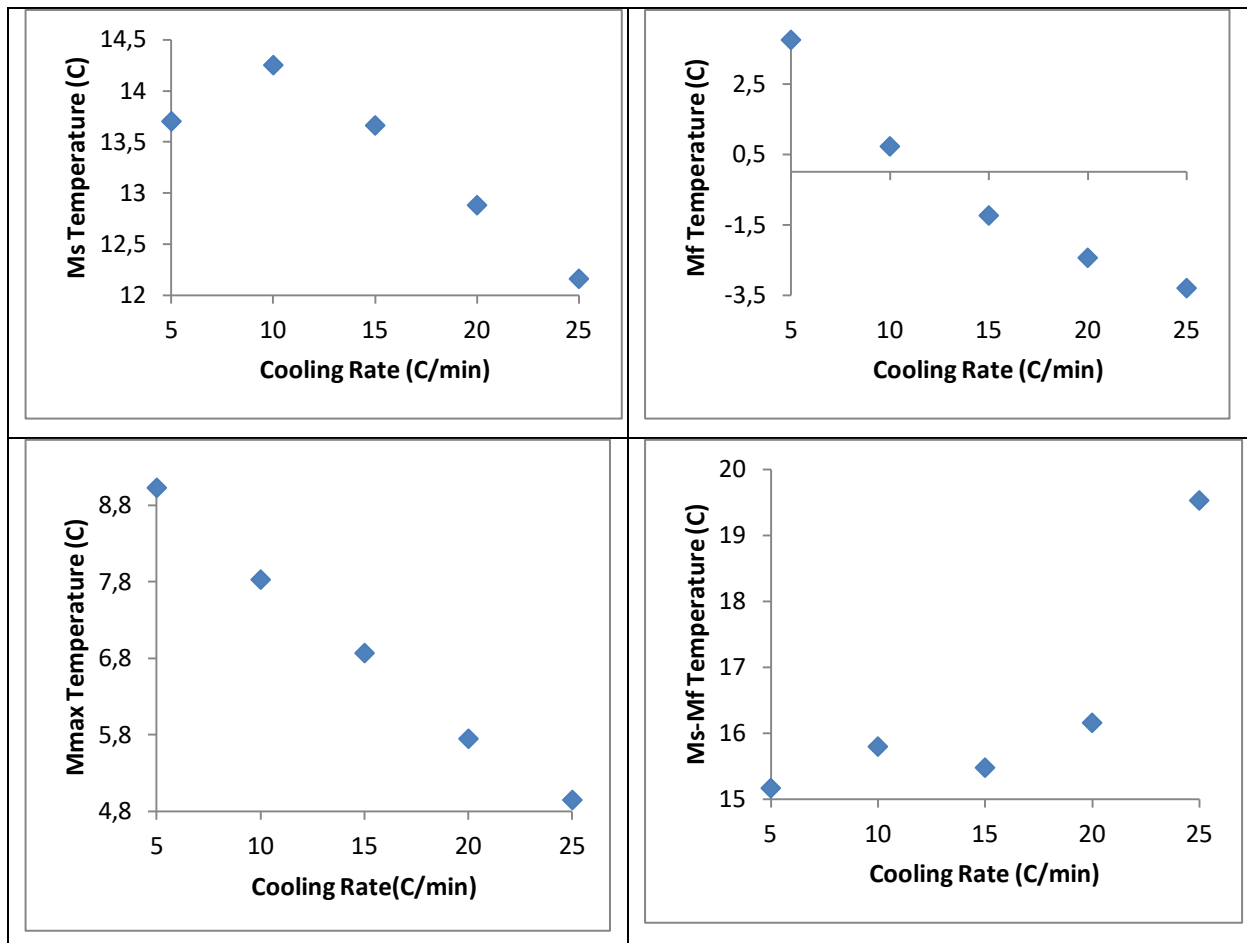


Fig. 4 - Martensitic transformation temperatures from DSC results of specimen C as a function of cooling rate.

Table 3 - The Martensitic transformation temperatures of specimen A with different cooling rates measured by DSC.

	5 °C/dk	10 °C/dk	15 °C/dk	20 °C/dk	25 °C/dk
M_s (°C)	50,8	51,48	51,11	51,53	51,95
M_f (°C)	35,63	35,68	35,63	35,37	32,42
M_{max} (°C)	43,52	42,99	42,94	44,02	42,65
M_s-M_f (°C)	15,17	15,8	15,48	16,16	19,53

Table 4 - The Martensitic transformation temperatures of specimen B with different cooling rates measured by DSC.

	5 °C/dk	10 °C/dk	15 °C/dk	20 °C/dk	25 °C/dk
M_s (°C)	6	5,36	5,31	4,47	3,2
M_f (°C)	-5,5	-6,59	-8,28	-8,82	-9,49
M_{max} (°C)	0,44	-0,72	-1,24	-2,09	-2,97
M_s-M_f (°C)	11,5	11,95	13,59	13,29	12,69

Table 5 - The Martensitic transformation temperatures of specimen C with different cooling rates measured by DSC.

	5 °C/dk	10 °C/dk	15 °C/dk	20 °C/dk	25 °C/dk
M_s (°C)	13,7	14,25	13,66	12,88	12,16
M_f (°C)	3,74	0,72	-1,24	-2,44	-3,3
M_{max} (°C)	9,03	7,83	6,87	5,75	4,95
M_s-M_f (°C)	9,96	13,53	14,9	15,32	15,46

4. Conclusions

In this study, The effect of cooling rate and cooling conditions on martensitic transformation temperatures of CoNiAlSi SMA measured by DSC tests was investigated. Several conclusions can be summarized as follows:

- (1) Training generates dislocation arrays and residual stress in the parent phase in such a way that preferential martensite variants would be nucleated and grown with preferential direction during cooling treatment. As a result, nearly no bumps can be observed at all peaks.
- (2) Experimental results reveal that martensitic transformation temperatures measured by DSC decrease with decreasing cooling condition temperature. This reflects the greater temperature gradient from the center to the surface of the specimen when it is cooled at a constant rate.
- (3) The transformation temperatures are found to be strongly sensitive to the cooling rate.
- (4) The cooling process must be chosen as ice+water for this type alloys which have the critical transformation temperatures near room temperature for adapting SMA component to a machine working at room conditions.
- (5) Increasing cooling rates makes higher stress levels inside the CoNiAlSi alloy and the driving force needed for the transformation is bigger for higher cooling rates.
- (6) At low heat-treatment conditions; all the Martensitic transformation temperatures are below room temperature.

Acknowledgment

The authors are pleased to acknowledge and thank for the financial support for some investigations of this research by "Aksaray University Scientific Research Projects Council (ASUBAP)", Turkey, under grant no. 2015-066 and 2015067.

REFERENCES

1. Patoor, E., Lagoudas, D.C., Entchev, P.B., Brinson, L.C., Gao, X., 2006. Shape memory alloys. Part I. General properties and modeling of single crystals. *Mech. Mater.* 38, 391–429.
2. S. Chatterjee, M. Thakur, S. Giri, S. Majumdar, A.K. Deb, S.K. De, Transport, Magnetic and structural investigations of Co–Ni–Al shape memory alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 456 (2008) 96–100.
3. J. Liu, J.G. Li, Microstructure, shape memory effect and mechanical properties of rapidly solidified Co–Ni–Al magnetic shape memory alloys, *Materials Science and Engineering A* 454–455 (2007) 423–432.
4. B. Bartova, N. Wiese, D. Schryvers, J.N. Chapman, S. Ignacova, Microstructure of precipitates and magnetic domain structure in an annealed Co₃₈Ni₃₃Al₂₉ shape memory alloy, *Acta Materialia* 56 (2008) 4470–4476.
5. O'Handley RC (2000) *Modern magnetic materials: principles and applications*. Wiley-Interscience Publication, New York, p 260
6. D. Niklasch, J. Dadda, H. J. Maier, I. Karaman, Magneto-microstructural coupling during stress-induced phase transformation in Co₄₉Ni₂₁Ga₃₀ ferromagnetic shape memory alloy single crystals, *J Mater Sci* (2008) 43:6890–6901
7. K. Nurveren, A. Akdogan, W.M. Huang, Evolution of transformation characteristics with heating/cooling rate in NiTi shape memory alloys, *Journal of materials processing technology*, 196 (2008) 129–134
8. Zhuhong Liu, Shuyun Yu, Hong Yang, Guangheng Wu, Yinong Liu, Phase separation and magnetic properties of Co-Ni-Al ferromagnetic shape memory alloys, *Intermetallics* 16 (2008) 447-452.
9. W. Maziarz, J. Dutkiewicz, R. Santamarta, and E. Cesari, Microstructure changes in two phase $\beta + \gamma$ Co-Ni-Al ferromagnetic shape memory alloys in relation to Al/Co ratio, *Eur. Phys. J. Special Topics* 158, 137–142 (2008, DOI: 10.1140/epjst/e2008-00666-2
10. P.N. Zhang, J. Liu, Microstructure and mechanical properties in Co–Ni–Ga–Al shape memory alloys with two-phase structure, *Journal of Alloys and Compounds* 462 (2008) 225–228
11. Y. Tanaka, K. Oikawa, Y. Sutou, T. Omori, R. Kainuma, K. Ishida, Martensitic transition and superelasticity of Co–Ni–Al ferromagnetic shape memory alloys with $\beta + \gamma$ two-phase structure, *Materials Science and Engineering A* 438–440 (2006) 1054–1060
12. Wojciech Maziarz, Structure changes of Co–Ni–Al ferromagnetic shape memory alloys after vacuum annealing and hot Rolling, *Journal of Alloys and Compounds* 448 (2008) 223–226
13. S.H. Chang, S.K. Wu, Effect of cooling rate on transformation temperature measurements of Ti₅₀Ni₅₀ alloy by differential scanning calorimetry and dynamic mechanical analysis, *Materials Characterization*, 59 (2008) 987–990.
14. Eskil, M., Ceylan, M., Characterization of Phase Transformations and Shape Memory Behavior of Fe–27.79Mn–2.72Si (wt%) Alloy by Thermomechanical and Thermal Treatments, *Journal of Materials Science*, Jul 2009, Vol. 44 Issue 14, p3633-3642
15. J. Dadda , D. Canadinc , H. J. Maier , I. Karaman, H. E. Karaca & Y. I. Chumlyakov (2007): Stress–strain–temperature behaviour of [001] single crystals of Co₄₉Ni₂₁Ga₃₀ ferromagnetic shape memory alloy under compression, *Philosophical Magazine*, 87:16, 2313-2322

BALL BEARING DESIGN ACCORDING TO MATERIAL TYPE MALZEME TÜRÜNE GÖRE RULMAN TASARIMI

Bilal DEMİREL^a, Fatih AKKURT^b, Gürkan BOZBIYIK^a, Didem TOSUN^a, Gülbahar TATLI^a, Süleyman GÜRKÖK^a

^a Erciyes Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Kayseri, TÜRKYE, E-posta: bilaldemirel@erciyes.edu.tr

^b Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü, Ankara, TÜRKİYE, E-posta: fatih@boren.gov.tr

Özet

Bu çalışmada; rulmanlar, rulman standartları, rulmanların çalışma şartları, tasarım parametreleri, ile bilgisayar destekli tasarım, analiz ve destekli simülasyon konularında araştırmalar yapıldı. Rulmanlar hemen hemen hareket eden tüm makine elemanlarında ve parçalarında yer almaktadır. Bu nedenle konunun çok iyi anlaşılıp analiz edilmesi gerekmektedir. Rulmanların yeni tasarlanan işlemlerde standartlara göre karşılaştırması yapılmıştır. Buna ek olarak, çalışmamalzeme seçimi ve tasarımı, rulman devir sayısı ve ömrü hakkında bilgiler içermektedir. Tasarımı yapılan rulmanların teorik kırılma enerjileri bilgisayar destekli analiz vasıtasıyla incelendi. Malzeme çeşidine göre malzeme seçim ve tasarımında alınması gereken önlemler analiz edilerek belirtilmiştir.

Anahtar kelimeler:Rulman, Bilgisayar destekli analiz, Tasarım, Simülasyon

Abstract

In this work, ball bearings, their standards, operating conditions, design parameters, computer aided analysis, computer-aided simulation issues were investigated. Ball bearings are located in almost all moving machine elements and parts. Hence forth, the subject must be well understood and analyzed. The ball bearings were compared to the standards in newly designed processes. In addition, the study includes information on material selection and design, ball bearing rotation speed and life. The theoretical fracture energy of the designed ball bearings was examined via computer-aided analysis. The precautions to be taken in material selection and design according to the material type were specified.

Keywords:Ball bearing, Computer-aided analysis, Design, Simulation

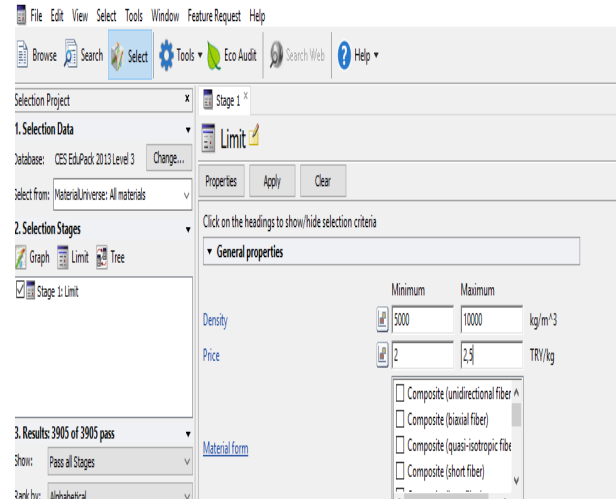
1. Giriş

Rulman; mekanik ve elektrikli aletlerde, kayma sürtünmesi yerine bir yuvarlanma sürtünmesi sağlayarak enerji kayıplarını azaltmak için yataklar ile muylular arasına yerleştirilen makine parçaları olarak tanımlanır. Rulman, sementle edilerek su verilmiş ve iyice perdahlanmış çok sert çelik malzemeden yapılmış küçük silindirik olup, bunlara bilyeli yatak da denir [1].

Bu çalışmada tasarım ana parametreleri (bilye çapı ve malzeme seçimi) belirlenerek rulman mukavemet değerleri bulunmuştur. Belirlenen parametrelerden müteşkil en iyi tasarımları belirlemek için bazı programlar kullanılmıştır. ECHIP programı, belirli limit değerleri programa girilerek yapılan tasarımların başarı yüzdesini arttırmak için kullanılmıştır. Rulman tasarımında malzeme seçimi ise CES EduPack programı kullanılarak belirlenmiştir. Rulman tasarımı parametreler belirlendikten sonra çizimi SolidWorks programında yapılmış olup, analizler için ise Ansys programı kullanılmıştır. Mukavemet analizi ve sonuçları, "Meshing ve Statik Structural" modülleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir

2. CES Programı ile Malzeme Seçimi

Tasarımların çizim ve analizlerinin yapılabilmesi için malzeme tayini gerekmektedir. Bu tasarımda gerekli malzeme tayini için "CES Edupack Material Selection" programından yararlanıldı. Kütüphanesinde 10000' den fazla malzeme türü bulunduran bu yazılım, istenilen malzemeyi verilen değerler içinde en optimum değerde bulabilecek düzeydedir.



Şekil 1. Yoğunluk ve maliyet analizine ait arayüz

Yoğunluk ve maliyet analizi ile mekanik özelliklerin belirlenmesinde kullanılan programa ait arayüzler sırasıyla Şekil 1 ve Şekil 2'de yer almaktadır.

Mechanical properties		Minimum	Maximum	
Young's modulus	[input]	[input]	[input]	GPa
Flexural modulus	[input]	[input]	[input]	GPa
Shear modulus	[input]	[input]	[input]	GPa
Bulk modulus	[input]	[input]	[input]	GPa
Poisson's ratio	[input]	[input]	[input]	
Shape factor	[input]	[input]	[input]	
Yield strength (elastic limit)	[input]	[input]	[input]	MPa
Tensile strength	[input]	[input]	[input]	MPa
Compressive strength	[input]	[input]	[input]	MPa
Flexural strength (modulus of rupture)	[input]	[input]	[input]	MPa
Elongation	[input]	[input]	[input]	% strain
Hardness - Vickers	[input]	[input]	[input]	HV
Fatigue strength at 10 ⁷ cycles	[input]	[input]	[input]	MPa
Fracture toughness	[input]	[input]	[input]	MPa.m ^{0.5}
Mechanical loss coefficient (tan delta)	[input]	[input]	[input]	

Şekil 2. Mekanik özelliklerin belirlendiği arayüz

3. AHP Yöntemiyle Malzeme Seçimi

Malzemelerin belirlenmesinden sonra çizim ve analizlerin yapılabilmesi adına en iyi malzeme seçiminin gerçekleştirilmesi gerekmektedir. Bu tasarımda yararlanılan AHP yöntemi için öncelikle CES programından elde edilen 5 malzemenin ayrı ayrı mekanik özellikleri kıyaslanmak suretiyle tasarım için en uygun malzeme belirlendi. Faydalanılan mekanik özellikler sertlik, akma dayanımı, basma dayanımı ve yüzde uzama olarak belirlenmiştir. Daha sonra, fiyat parametresi eklenerek 5x5 bir matris oluşturulup, bu matrisin çözülmesiyle birlikte AHP yönteminin ilk işlemi gerçekleştirilmiştir.

	FIYAT	SERTLIK	AKMA	BASMA	UZAMA	
F	1	2	4	5	7	
S	1/2	1	2	4	5	
A	1/4	1/2	1	3	5	
B	1/5	1/4	1/3	1	5	
U	1/7	1/5	1/5	1/5	1	
		0,478	0,506	0,53	0,378	0,304
		0,239	0,253	0,265	0,3	0,217
A=		0,119	0,126	0,132	0,22	0,217
		0,095	0,063	0,044	0,07	0,217
		0,068	0,05	0,026	0,015	0,043
						0,4392
						0,2548
						0,1628
						0,0978
						0,1316

Şekil 3. Mekanik özelliklerin AHP yöntemi ile kıyaslanması

AHP yönteminin 2. aşaması malzemelerin kendi içinde kıyaslanması idi. CES ten belirlenen 5 malzeme kendi içinde önce fiyat açısından kıyaslandı ve ilgili sonuçlar aşağıda verilmektedir.

		1.malz	2.malz	3.malz	4.malz	5.malz
	fiyat =	1	1 1/2	1 1/2	2	2
		2	2	1	4	4
		3	2 1/4	1	1	2 1/2
		4	1 1/2	1 1/4	1 1/2	1 1/2
		5	1 1/2	1 1/2	1 1/4	2
			0,1912			
			0,4126			
	f=		0,17			
			0,08			
			0,03			

Şekil 4. Fiyatların kıyaslanmasına yönelik sonuçlar

Malzemelerin sertlik, akma ve basma dayanımı, uzama özellikleri de aynı fiyatta olduğu gibi kıyaslanarak tespit edilmiş olup, sonuçlar Şekil 5'de görülmektedir.

	0,45		0,2
	0,276		0,41
sertlik=	0,15	AKMA	0,19
	0,12		0,08
	0,05		0,013
	0,49		0,08
	0,1		0,15
BASMA	0,15	UZAMA	0,13
	0,15		0,2
	0,12		0,234

Şekil 5. Sertlik, akma dayanımı, basma dayanımı ve uzama değerlerinin kıyaslanmasıyla elde edilen veriler

Elde edilen sonuçların birbiri ile matris olarak çarpımı sonucunda elde edilen en büyük değer 2 Numaralı malzeme olan LOW alloy stell, AISI 4320 anneled, olarak belirlendi. Şekil 6'da matris çarpımı sonuçları ve kıyaslama sonuçları birlikte verilmiştir.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1		0,1912	0,45	0,2	0,49	0,08				
2		0,4126	0,174	0,41	0,1	0,15				
3		0,17	0,16	0,19	0,15	0,19				
4		0,08	0,176	0,08	0,15	0,2				
5		0,13	0,1	0,13	0,12	0,234				
6										
7		0,4392						a*ba	0,289997	
8		0,2548							0,322477	
9		0,1628							0,186874	
10		0,0978							0,134875	
11		0,136							0,1479	
12										

Şekil 6. AHP yöntemine ait veriler

4. Tasarım Modelleme için Kullanılan Analizler

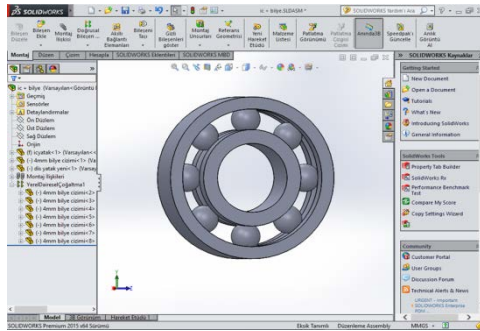
Solidworks programı bilgisayar destekli bir tasarım (CAD) programı olup, üzerinde barındırdığı test ve modül sistemleri sayesinde pek çok sektörde kullanılmaktadır. SolidWorks yenilikçi, kullanımı kolay, Windows için hazırlanmış 3 boyutlu tasarım programıdır. SolidWorks her türlü makine, tesis ve ürün tasarımında kullanıcıya Windows'un kolaylıklarını kullanarak hızlı bir şekilde çizim yapma olanağı sağlar.

SolidWorks parasolid prensibinde çalıştığı için kullanıcıya, tasarımın her aşamasında müdahale şansı vererek, modelin boyutlarının, ölçülerinin ve ayrıntılarının istenilen şekilde değiştirilmesine imkan verir. Saniyelerle ölçülebilecek zaman dilimlerinde teknik resim ve montajların yapılmasını sağlar. Feature tree (tasarım ağacı) ile yapılan işlemlerin sıraları ve yapıları değiştirilebilmekle birlikte yapılan değişiklikler sonucu varsa yapılmış olan montaj ve teknik resim anında güncellenir. Böylece kullanıcıya teknik resimde veya montajda parçaya müdahale edebilme şansı doğar (Şekil 7) [2, 3].

Model;

- Kolayca ve hızlı şekilde tasarım yapabileme imkanı sağlar. İstenildiği anda ölçü değiştirerek tasarımı kolayca düzeltebilme,
- Parça tasarımında diğer parçalara bağlı ölçü verebilme,
- Feature Tree (Tasarım Ağacı) sayesinde yapılan işlemlerin sırasını değiştirebilme imkanı sağlar.
- Nesne kütüphanesi ile sıkça kullanılan unsurları tekrar tekrar kullanabilme,
- Windows'ta kullanılan sürükle-bırak, kes-yapıştır uygulamaları SolidWorks'te de aynı işlevleri yürütür. Örneğin control tuşuna basarak bir unsuru bir yerden bir yere veya bir dosyadan başka bir dosyaya taşıyabilme,
- Bir parçadan değişik boyutlardaki konfigürasyonlarını Excel'de bir tablo oluşturarak otomatik olarak oluşturabilme,
- Sürükle-bırak tarzı ile tasarımın imalata hazır teknik resimlerini otomatik olarak oluşturabilme,
- Tasarımın herhangi bir anında yapılan değişikliklerde, teknik resimlerin otomatik olarak güncelleşmesi, istenirse teknik resimde yapılan değişikliklerde parçanın veya montajın güncellenmesi,
- Karmaşık sac parçaların açılımlarını elde eder. Saclar ister düz ister konik olsun SolidWorks'te açılımlarını elde edebilme, otomatik olarak teknik resmini çıkarabilme

olanaklarınasahiptir [3].

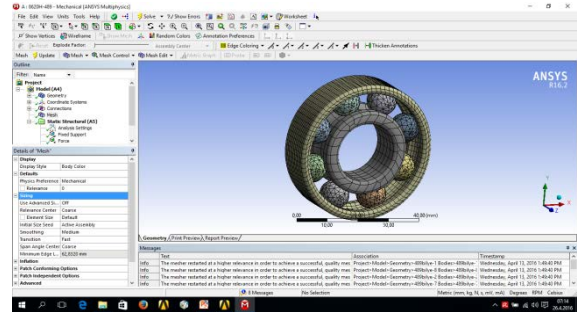


Şekil 7. Montajlanmış rulman görüntüsü

5. Tasarlanan Modelin Analizi

5.1. Mesh İşlemi

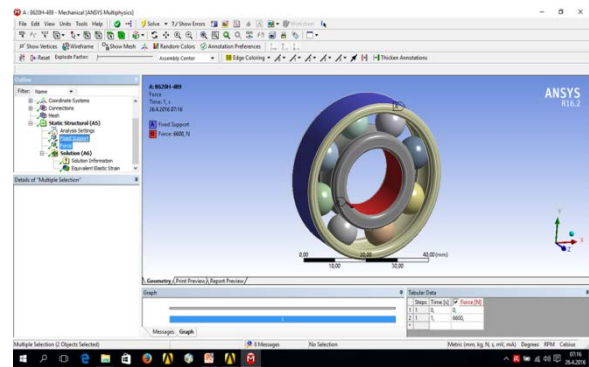
Kurulan geometrik model üzerinde sayısal çözümlemeye en doğru sonuca ulaşmak için sayısal ağ modülü, üç boyutlu olarak kurulmuştur. Dügümleme modülünde üç boyutlu olarak Default tipi düğümler kullanılmıştır. Bu düğümlerin kullanılmasının amacı programın istenilen yerde tetraganol, istenilen yerde hegzagonal meshi otomatik olarak atamasıdır (Şekil 8). Diğer bir amaç ise; bu düğümde bilgisayarın zorlanmadan çözümler yapmasıdır. Yapılan düğümlenmelerde elde edilen nodes ve element sayıları aynı şekilde sunulmuştur [4].



Şekil 8. Mesh geometrisi

5.2. Yükleme Durumu

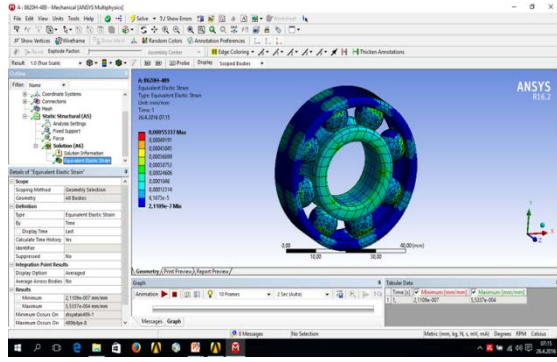
Normal çalışma şartları altında bir rulmanda, temelde dönme kuvveti, üzerine etkiyen basınç ve yüklemelerden dolayı oluşan gerilmeler meydana gelmektedir. Uygulanan yük değeri kırmızı olarak Şekil 9'da gösterilmektedir. Ayrıca aynı şekilde uygulanan yük değeri Definition bölümünde yer alır. Kırmızı olarak görülen yer rulman iç yatağı, sabitlenen yer ise A ile gösterilmektedir. Sabitlenen yer seçiminde göz önünde bulundurulmuş kriter ise iç yatak döneceğinden dış yatak sabit tutulmuş şekilde belirtilen kısımdan 6600 N kuvvetini uygulanmasıdır.



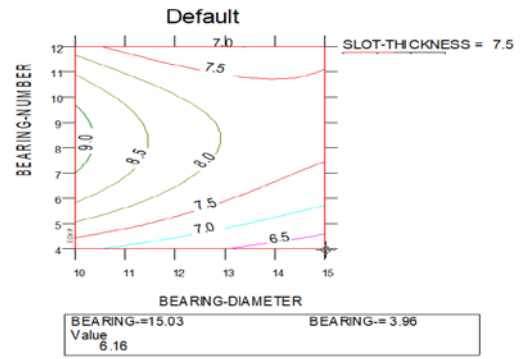
Şekil 9. Uygulanan kuvvetin büyüklüğü ve yeri

5.3. Analiz Sonuçları

Yükleme şartlarında, rulman iç yatağından gelen basınç her bir bilye üzerinden rulmanın dış yataklarına aktarılmıştır. Ayrıca yataklar ve bilyelerin birleştiği noktalarda montaj ilişkisi tanımlanarak, basınç kuvvetlerinden kaynaklanan mukavemet etkisinin çözümlenmesi sağlanmıştır. Çalışmada rulman yataklarına gelen basınç kuvvetlerinin etkisi üç boyutlu olarak analiz edilmiştir. Basınç yüklemeleri farklı bilye çapları ve farklı malzeme türleri için statik analiz çözümlerinden elde edilmiştir. Rulmanın dayanım incelemelerinde kütle değerlerinin birbirine yakın çıkma sebebi, geometrik ölçülerin birbirine yakınlık göstermesi ve kullanılan malzemelerin yoğunluklarının çok yakın olmasından kaynaklanmaktadır. Dış yatak yüzeyinde oluşan dayanım değerleri, bilyelerden iletilen iç yatağa uygulanan basınç değerlerine bağlı olarak değişim göstermektedir. Rulmanda en büyük gerilme değeri iç yatak kısımlarında ortaya çıkmıştır (Şekil 10).



Şekil 10. Gerilme sonuçlarına ait bir örnek



6. Tasarım Parametrelerinin Optimizasyonu

Tasarım parametrelerinin optimizasyonu sırasında sabit hacme göre belirlenen parametre değerleri "ECHIP" adlı dizayn parametrelerin varyasyonlarının oluşturulduğu yazılım ile elde edilmiştir. Bu yazılımda girilen değerler sonucunda, yazılım tarafından verilen optimizasyon değerleri bir sonraki adımda test edilmiştir. Çizelge 1'de görüldüğü üzere, optimizasyon sonucunda toplamda 22 adet "optimizasyon varyasyonu" elde edilmiştir.

Çizelge 1. Optimizasyon çalışmalarının sonuçları

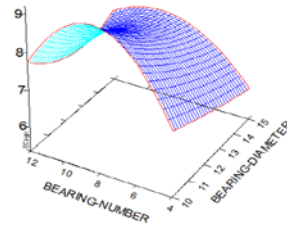
	von mises stressi(Mpa)		elastic strain(Mpa)	
	maksimum gerilme	minimum gerilme	maksimum gerilme	minimum gerilme
1	29535	77,301	0,18836	0,00078
2	65032	0,58752	0,33171	0,0003565
3	23506	125,78	0,15674	0,000764
4	24561	198,95	0,15	0,001
5	58351	8,4896	0,33767	0,00052284
6	35868	13,996	0,209	0,00017
7	30267	148,34	0,22	0,001
8	43171	26,498	0,298	0,00014
9	39765	35,971	0,206	0,000409
10	34576	53,293	0,198	0,000208
11	19680	233,14	0,12	0,00121
12	36136	20,479	0,2194	0,00014
13	73703	0,8104	0,38352	0,000025
14	20741	202,4	0,13591	0,0013
15	47190	16,564	0,239	0,00011
16	42115	87,198	0,22	0,00077
17	27633	30,429	0,19	0,00022
18	46563	38,949	0,245	0,0004
19	26725	29,689	0,1468	0,000229
20	31020	28,242	0,238	0,00015
21	26864	134,07	0,14135	0,0009
22	31622	35,379	0,256	0,0002

7. Analizlerin Yorumlanması ve ECHIP Çalışmaları

Çözümler sonucunda elde edilen gerilme ve uzama değerleri ECHIP programına aktararak optimum tasarımın bulunması amaçlanmıştır. Elde edilen sonuçların doğruluğu ise R Squared ve P değerlerinden anlaşılmaktadır. Çözümlerde R Squared değerinin 1'e ve P değerinin ise 0'a yaklaşılması istenmektedir. Yapılan tasarımların sonuçları istenen bu değerlere yakın çıkmış olup, optimum tasarımın bulunması ile de çalışma tamamlanmıştır. Çalışmalara ilişkin sonuçlar Şekil 11'de verilmektedir.

Default

SLOT-THICKNESS = 7.5



Şekil 11. Optimizasyon çalışmalarının sonuçları

8. Kaynaklar

- [1] Fazıl Rulmanlık A.Ş., Ağustos 2017. <http://www.fazilrulman.com.tr/rulman-lineer-sistem-bilya-egik-silindirik.html>
- [2] SolidWorks nedir?, Ağustos 2017. <http://teknansiklopedim.blogspot.com.tr/2017/04/solid-works-nedir-nasl-kullanlr.html>
- [3] Turhan, İ., Teknik Eğitimde Mobil Ders İçerik Tasarımı ve Uygulaması, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2014.
- [4] Keçel, S, Sabit ve Takip SistemliGüneşKollektörlerininPerformanslarının Hesaplamalı Akışkanlar Dinamiğiile Karşılaştırılması, Gazi Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 1(1), 77-98, 2015.

EFFECT OF TEMPERATURE ON METAL MATRIX COMPOSITE MATERIALS ANALYSIS OF CREEP AND ELASTIC PROPERTIES BY ANSYS METHOD

METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELERDE SICAKLIĞIN ETKİSİYLE SÜRÜNME VE ELASTİK ÖZELLİKLERİN ANSYS YÖNTEMİYLE İNCELENMESİ

Ali Kaya GÜR^a, Semih TAŞKAYA^b, Tülay YILDIZ^c, Nida KATI^d

^a Firat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Elazığ/Türkiye

^b Firat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Elazığ/Türkiye

^c Firat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Elazığ/Türkiye

^d Firat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Elazığ/Türkiye

akgur@firat.edu.tr / muh.semihtaskaya@gmail.com / tyildiz@firat.edu.tr / nkati@firat.edu.tr

Özet

Bu çalışmada farklı sıcaklık ve gerilme parametrelerinde, Al malzemesi ile SiC metal matris kompozitinin sürünme uzaması hareketi ve elastik gerilmeleri incelenmiştir. Önce Al malzemesine ait deneysel sürünme eğrisi parametreleri literatürden elde edilmiştir. Bu parametrelerden alınan noktalar, en küçük kareler yöntemi kullanılarak, Norton-Bailey sürünme denkleminde göre sürünme davranışını karakterize eden sabitleri bulmak için kullanılmıştır. Elde edilen sürünme parametreleri kullanılarak SiC/Al metal matris kompozitinin sürünme ve elastik analizi Ansys 12.0 paket programı kullanılarak yapılmıştır. Çözümleme sonucu elde edilen sürünme davranış hareketleri, literatürden elde edilen SiC/Al metal matris kompozitinin sürünme uzaması eğrileri ile karşılaştırılmıştır. Karşılaştırma sonunda SiC/Al metal matris kompozitinin Al malzemesine göre çok daha küçük değerlerde sürünme uzamasına maruz kaldığı sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Ansys, Metal Matris Kompozitleri, Sürünme, Elastik Gerilme, SiC elyaflar.

Abstract

In this study, creep elongation and elastic stresses of SiC metal matrix composites with Al material were investigated under different temperature and stress parameters. Experimental creep curve parameters of Al material were obtained from the literature. The points taken from these parameters were used to find the constants that characterize the creep behavior according to the Norton-Bailey creep equation, using the least squares method. The creep and elastic analysis of SiC / Al metal matrix composites were performed using the Ansys 12.0 package program using the obtained creep parameters. The results of the analysis of the creep behavior were compared with those of the SiC / Al metal matrix composites obtained from the literature. At the end of the comparison, the result was that the SiC / Al metal matrix composite was exposed to a much smaller creep elongation than Al material.

Keywords: Ansys, Metal Matrix Composites, Creep, Elastic Stress, SiC fibers.

1. GİRİŞ

Kompozit malzeme, istenilen özellikte malzeme elde edebilmek amacıyla en az iki veya daha fazla malzemenin birleştirilmesiyle oluşan yeni bir malzemedir. Kompozit malzeme, bileşenlerinden her birinden değişik özelliklere sahip bir bileşik malzemedir. Kompozit malzemeler, Şekil 1' de görüldüğü gibi matris ve takviye malzemesinden oluşurlar. Genellikle takviye (fiber) malzemesi; karbon, cam veya aramid olurken matris malzemesi ise epoksi reçine den oluşmaktadır [1].



Şekil 1. Kompozit malzeme de kullanılan fiber ve reçine [1]

Kompozit malzemeler, yirminci yüzyılın ikinci yarısında ortaya çıkan en önemli teknolojik buluşlardan biridir. Kompozit terimi iki veya daha çok malzeme bileşeninin kombinasyonunu ifade eder. Sözü edilen kompozitlerin başlıca bileşenleri fiberler ve matrislerdir. Fiberler kompozitin ana bileşenidir. Kompozitin dayanımını artırır, termal gerilmelere direnç gösterir, diğer bazı mekanik ve termomekanik özelliklerini iyileştirir. Matris ise fiberi dış faktörlerden koruyan bir yapıdır. Farklı malzemelerde ve farklı özelliklerdeki matris ve fiberlerin kombinasyonu ile kompozitler meydana gelir.

Kompozit malzeme, temel olarak birbiri içerisinde çözünmeyen ve birbirinden farklı şekil ve/veya malzeme kompozisyonuna sahip iki veya daha fazla bileşenin karışımından veya birleşmesinden oluşan

bir malzeme sistemidir. Kompozit malzemeler, doğrudan doğruya istenilen maksatta kullanılmayan en az iki ayrı malzemeden belli olan bir özelliği elde edebilmek için, bu malzemelerin belli şartlar altında ve belli bir oranda fiziksel olarak birleştirilmesiyle elde edilirler. Bir kompozit malzeme genelde düşük modül ve dayanıma sahip reçine veya metalik matris ana fazı ile bunun içinde dağılmış daha az oranda kullanılan tali fazı olan takviye elemanından oluşmaktadır. Ancak, molekül ve atomik düzeyde birleştirilen malzemeler alışımlar mikroskopik olarak homojen olduklarından kompozit malzeme olarak sınıflandırılmaz [2].

Metal matrisli kompozitler; aralarında karıştırmalı döküm, basınçlı döküm, toz metalürjisi (TM), basınçlı sıvı metal süzdürme tekniği, derin çekme, haddeleme, sıcak ekstrüzyon gibi sıcak ve soğuk şekillendirme tekniklerinin bulunduğu oldukça geniş olan geleneksel ve ileri şekillendirme teknikleri ile şekillendirilirler. Bu şekillendirme teknikleri katı fazda şekillendirme, sıvı fazda şekillendirme, katı-sıvı fazda şekillendirme olarak sınıflandırılabilir. Diğer taraftan metal matrisli kompozitlerin talaşlı imalatla şekillendirilmesi takviye elemanının hasarına yol açacağından ve sert takviye parçacıklarının islenmesinin yüksek maliyeti nedeniyle kullanım alanları sınırlıdır [3,4].

Metal matrisli kompozit (MMK) malzemeler, istenen ve gerekli özellikleri sağlamak üzere en az biri metal olan iki veya daha fazla farklı malzemenin sistematik bileşimiyle elde edilen yeni malzemelerdir [5]. Metal matrisli kompozitler genelde iki bileşenden meydana gelmektedirler. Bunlardan biri metal matris (genelde bir metal alaşımıdır), diğeri ise takviye malzemesidir (genel olarak bir metaller arası bileşik, oksit, karbür veya nitrür). Kompozitin üretilmesinde matris ve takviye malzemesi beraber karıştırılırlar. Bir kompoziti elde etmek için başlangıçta farklı komponentler seçilir. [1, 6, 7].

Alüminyum ve alaşımları, bazı korozif ortamlarda bozulmaya karşı iyi mekanik özellik direnci ile düşük yoğunluklarından dolayı kimya, otomotiv, gıda, havacılık ve denizcilik endüstrisindeki birçok uygulamada istenen ve kullanılan malzemelerdir [8]. Al matrisli partikül takviyeli kompozitlerin, ticari Al alaşımları ile kıyaslandığında artan sertlik, yüksek aşınma direnci, mukavemetinin uygunluğu, titreşim azaltıcı ve düşük ısı yayılım katsayısı gibi malzemelerde istenilen üstün özellikleri bir arada bulundurma nedeniyle bu malzemeler daha da önemli olmuştur [9].

Silisyum karbür Si ve C'nun tek kimyasal bileşimidir. Orijinal olarak kumun ve karbonun yüksek sıcaklıkta elektro- kimyasal reaksiyonu ile üretilmektedir. Silisyum karbür çok iyi bir abrasiv malzeme olup yüzyılı aşkın sürelere zımpara diskleri ve diğer aşındırıcı ürünler olarak üretilmiştir. Günümüzde bu malzeme, çok iyi mekanik özelliklerde teknik olarak yüksek kalitede seramik bir malzeme olarak geliştirilmiştir [10].

Silisyum karbür kristal latiste kuvvetli bağa sahip karbon tetrahedraları ve silisyum atomlarından

oluşmaktadır [10, 11]. SiC'ün en belirgin özelliği çok kristalli oluşudur [12].

Malzemelerde ergime sıcaklığının altında sabit bir yüksek sıcaklıkta ve sabit bir yük altında meydana gelen kalıcı şekil değişimine sürünme (creep) denir. Sürünme uzun zaman içinde gerçekleşen bir olaydır. Sürünme deneyinin en büyük özelliği oda sıcaklığında değil, yüksek sıcaklıkta yapılmasıdır. Özellikle yüksek sıcaklıklarda çalışacak malzemelerin özellikleri oda sıcaklığındaki özelliklerinden farklı olduğu için sürünme deneyi çok yüksek sıcaklıkta çalışacak malzemeler için çok önemlidir [13].

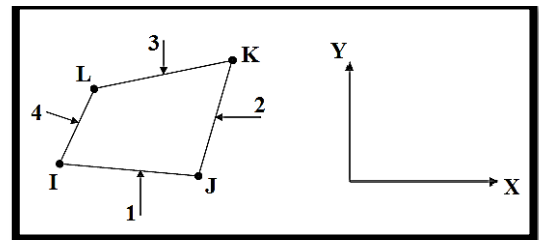
Bu çalışmada sürünme analizini yapmak için SiC/Al metal matris kompoziti kullanıldı. Kompozitin fiber bileşeni oluşturulan silisyum karpit (SiC) fiberi sürünme davranışı göstermez. Bu malzeme sadece elastik davranış gösterir. Bunun yanında matris bileşeni Alüminyum ise sürünme hareketi yapar. Fiberin görevi matrisin gerçekleştireceği sürünme hareketini kısıtlayarak izin verilen sınırlar içinde tutmaktır.

Ansys paket programı yardımıyla saf alüminyum malzemesinin sürünme hareketiyle SiC/Al metal matris kompozitinin sürünme hareketi ve elastik gerilmeler incelenmiştir.. Alüminyum ve silisyum karpitin mekanik ve termomekanik özellikleri literatürden elde edilmiştir.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Element Tipi

SiC/Al metal matris kompozitini modellemek için PLANE182 elementi kullanıldı. PLANE182 katı malzemelerin iki boyutlu modellenmesinde kullanılan bir önişlemci seçeneğidir. PLANE182 bir düzlem elementidir. Bu özelliği sayesinde düzlemsel gerilme ve düzlemsel birim uzama analizlerinde kullanılabilir. Bu element dört düğüm noktasına sahiptir ve her bir düğüm noktasının serbestlik derecesi ikidir. Düğüm noktaları x ve y düzlemlerinde öteleme hareketleri yapabilir. Bu element plastik, hiperelastik, gerilme katılaşması, büyük deformasyon ve büyük birim uzama analizlerinde kullanılabilir. Bu element sürünme davranışını incelemek için çok uygundur. x-y düzlemine göre simetrik parçalar düzlem olarak modellenebilir. Bu sayede parçada daha uygun bir element yapısı ortaya çıkar. Analiz süresi kısaldığı gibi sonuçlar nispeten daha doğrudur.



Şekil 3. Tipik PLANE182 elementinin gösterimi

Bu çalışmada kullanılan SiC/Al metal matris kompozitine ait veriler literatürden alınmıştır. Bu malzemelerin elastisite modülleri ve Poisson oranları çeşitli kaynaklardan kolaylıkla elde edilebilir. Metal matris kompozitinin modeli bir küpün ortasına yerleştirilen silindir olarak düşünülebilir. İki boyutlu PLANE182 elementi kullanılarak model basitleştirilir. Yani malzeme bir karenin tam ortasına simetrik olarak yerleştirilen bir daire olarak modellenilebilir. Bu çözüm tekniği problemin çözümünü ve analizin sonuçlarını karşılaştırmayı kuşkusuz kolaylaştıracaktır.

Fiberin sadece elastik davranış gösterdiği göz önüne alınacak olursa, bu malzemenin elastisite modülünü ve Poisson oranını belirtmek bu malzeme modellemek için yeterlidir. Matris malzemesi sürünme hareketi yapar. Ansys paket programında sürünme hareketini modelleyen 12 tip bağıntı vardır. Matris malzemesinin hem birincil hem de ikincil sürünme hareketi yaptığı incelenmiştir. Bu modellemede kullanılan bağıntı bu hareket tipine uygun olmalıdır. Ansys paket programıyla verilen 11. eşitlik bu davranışı modellemeye uygundur.

Birincil ve ikincil sürünme hareketi yapan bir malzemenin analizi için 7 adet malzeme parametresine ihtiyaç vardır. Bu malzeme parametreleri literatürden

çeşitli sıcaklıklarda ve gerilmelerde yapılan deneylerde tablolara dökülmüş olarak bulundu. Literatürden alınan tablolarda 177°C, 232°C ve 288°C sıcaklıklardaki farklı gerilme değerlerinde çizilen sürünme eğrilerinin üzerinden belirli zaman aralıklarında sürünme değerleri okundu. Bu elde edilen noktalar Norton-Bailey sürünme denklemi kullanılarak en küçük kareler yöntemi yardımıyla malzeme parametrelerini elde etmek için kullanıldı.

$$C_1 \cdot C_2 \cdot C_3 \cdot 1 \cdot e^{\frac{C_4}{T}} / C_3 \cdot 1 \cdot C_5 \cdot C_6 \cdot \frac{C_7}{T}$$

Yukarıda verilen eşitlik birinci bölümde de bahsedilen Bailey-Norton sürünme denklemidir. Bu denklemdeki C1, C2, C3, C4, C5, C6 ve C7 katsayıları malzeme sabitleridir ve sürünme hareketini karakterize ederler. C2 ve C6 katsayıları 3,6 değerindedir ve sıcaklık ve gerilme değişimlerinden etkilenmez. Literatürden alınan modelde C4 ve C7 katsayıları sıfır olarak alınmış ve sıcaklığın sürünmeye etkisi C1, C3 ve C5 katsayılarına yansıtılmıştır. Farklı sıcaklık ve gerilme değerlerinde grafiğe dökülen eğrilerin en küçük kareler yöntemi yardımıyla elde edilen malzeme parametreleri aşağıdaki Çizelge 1'de gösterilmiştir.

Çizelge 1. En küçük kareler yöntemiyle elde edilen farklı sıcaklık ve gerilme değerlerindeki sürünme parametreleri

Sıcaklık	Gerilme	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7
177°C	34,5MPa	7,5531E-11	3,6	-0,045	0	9,9072 E-13	3,6	0
232°C	34,5MPa	2,3068E-09	3,6	-0,222	0	6,6913 E-12	3,6	0
232°C	27,6MPa	2,2728E-09	3,6	-0,315	0	3,5537 E-11	3,6	0
288°C	27,6MPa	2,1295E-07	3,6	-0,097	0	4,9019 E-11	3,6	0
288°C	20,7MPa	2,6975E-07	3,6	-0,318	0	4,1458 E-11	3,6	0
288°C	13,8MPa	3,0528E-07	3,6	-0,656	0	1,0595 E-9	3,6	0

Çizelge 2. SiC ve Al malzemelerinin bazı mekanik özellikleri

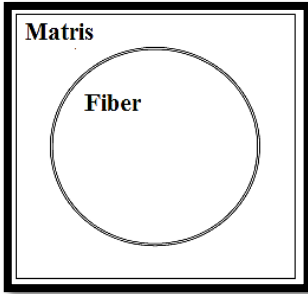
	SiC	Al
Elastisite Modülü	400000MPa	56000Mpa
Poisson Oranı	0.3	0.33

İki tip malzeme modeli oluşturulur. Birinci malzeme tipi matrisi temsil eder ve elastisite modülü ve Poisson oranı gibi lineer davranış parametrelerini ve sürünme hareketini kapsayan lineer olmayan davranışları içerir. İkinci tip malzeme modeli de fiberi ifade eder. Bu malzeme modeli sadece elastisite modülü ve Poisson oranı parametrelerinden ibarettir. Her iki malzemenin de davranışının izotropik olduğu yani mekanik özelliklerinin farkı eksenlerde de aynı olduğu göz önüne alınır.

2.2. Malzeme Geometrisi ve Ansys'de Modelleme

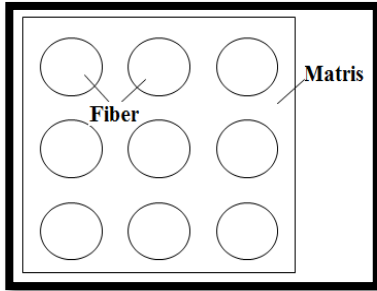
Malzeme geometrisi, bir karenin tam ortasına yerleştirilen bir daireden ibarettir. Fark edileceği gibi model düzlemsel olarak oluşturulmuştur. Bunun nedeni malzemenin x-y düzlemine göre simetrik olmasıdır. Yani üç boyutlu katı model kullanmaktan özellikle kaçınılmıştır. Metal matris kompozitin fiberi daire ile temsil edilmektedir. O halde kompozitin fiber hacim oranı 0.44 alınarak, bir kenarı 1 birim olan kare için fiber alanı 0.44 olarak hesaplanır. Daha sonra fiberin yarıçapı alan bağıntısından kolaylıkla 0.374 olarak hesaplanabilir. Uygulamanın kolay olması açısından karenin bir kenar uzunluğu 1000 birim ve dairenin yarıçapı da 374 birim alınmıştır. Elde edilen şekiller birbirinden bağımsız bir kare ve bir daireden ibarettir. Oysa bizim ihtiyacımız olan içinden belirtilen çapta daire çıkartılmış olan bir karedir. Üstelik bu geometriler üzerine yük uygulandıktan sonra yüklenen malzemeler

üzerine iyi aktarılması için kare ve dairenin mükemmel şekilde yapılandırılması gerekir. Bu işlemlerden sonra problemin geometrik modeli tamamlanmış olur. Şekil 4'de metal matris kompozitin birim karesi gösterilmiştir.

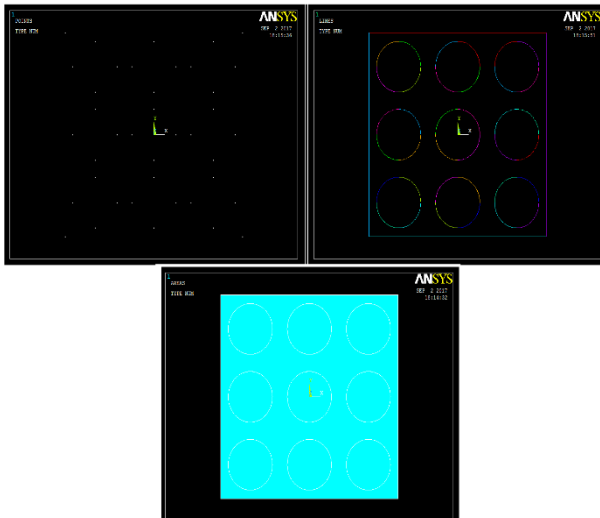


Şekil 4. Birim metal matris kompozitinin temsili şekli

Sürünme analizinde tek fiberli birim metal matris kompoziti için yapılan analiz sonuçları yeterli değildir. Üstelik model üzerinde simetrik sınır şartları tanımlanması da istenen sonuçlara ulaştırmamıştır. Bunun yerine dokuz adet fiberden oluşan metal matris kompoziti için analiz yapıldığında sonuçlar oldukça tatmin edicidir.



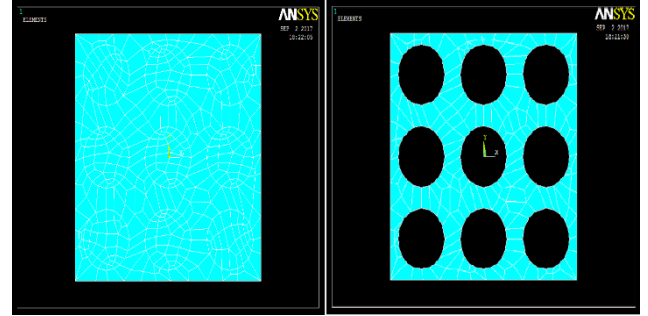
Şekil 5. Birden çok fiber tabakasından oluşan metal matris kompozitinin temsili şekli



Şekil 6. Birden çok fiber tabakasından oluşan metal matris kompozitinin ANSYS'de modellenmesi

2.3. Meshleme (Elemanlarına Bölme İşlemi)

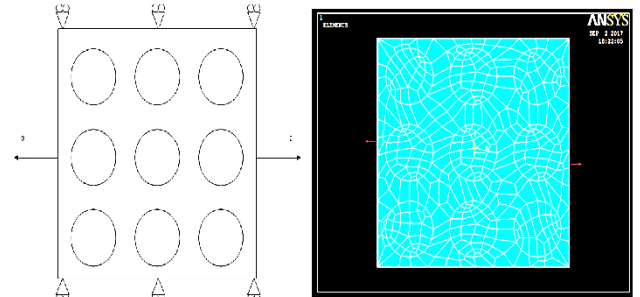
Meshleme işlemi, element tipi seçildikçe ve malzeme ve geometri modeli oluşturulduktan sonra modeli elementlerine ayırma işlemidir. Bu işlem modeli sonlu elemanlarına ayırır ve analiz ve çözümün doğruluğu için en önemli aşamalardan biridir. Meshleme işlemi sırasında hangi geometri modelinin hangi malzeme modeline ve elemente sahip olacağı Şekil 7'de bu aşamada seçilir.



Şekil 7. Birden çok fiber tabakasından oluşan metal matris kompozitinin meshlenme işlemi

2.4. Yükleme İşlemi

Bu çalışmada malzeme üç farklı gerilme değerlerine maruz kalır. Şekil 8'deki bu gerilmeler grafik düzlemine dik, eşit ve zıt yönlü olarak uygulanır. Ansys paket programında yükleme işleminin aşamaları Şekil 8'de gösterilmiştir. Gerilme değerleri girilirken pozitif işaret basma, negatif işaret ise çekme gerilmesini ifade eder. Bu çalışmada gerilmeler çekme gerilmesi olduğundan işaret negatif alınmalıdır.



Şekil 8. Metal matris kompozitinin yükleme durumları ve sınır şartları

2.5. Çözümleme

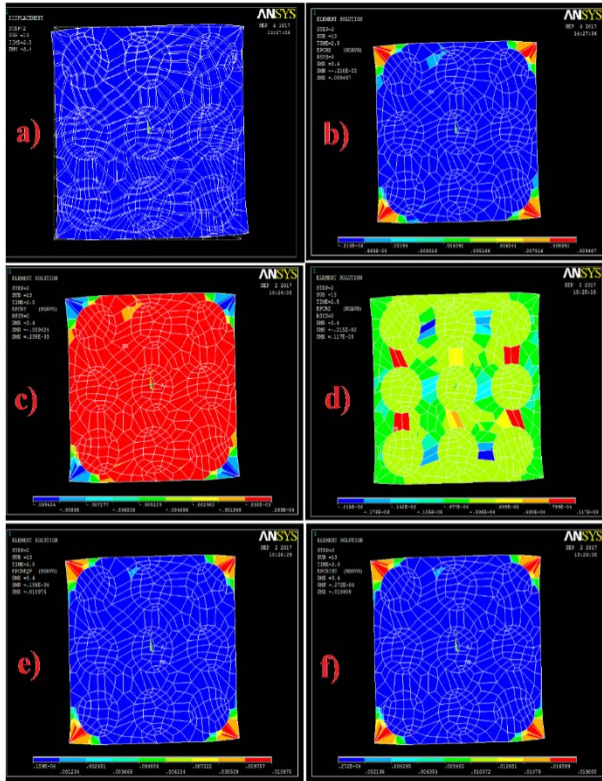
Bu bölümde modellenen metal matris malzemesinin çözüm aşamaları ele alınır. Sürünme davranışı daha önce bir çok kez bahsedildiği gibi birim uzamanın zamana göre değişimini ifade eder. Başka bir deyişle sürünme analizinde bağımsız değişken zamandır. O halde sürünme analizinin belirli zaman aralıklarında yapılması gerekir. Bu çalışmada SiC/Al kompozitinin 150 dakikada gerçekleştirdiği sürünme davranışı incelendi. Modelin çözümleme sonucunda modelde 476 eleman ve 499 node (düğüm) sayısı elde edildi.

Sürünme analizinde iki nokta, başlangıç ve bitiş anı için iki çözüm yaptırılır. İlk çözüm için çözüm kontrolü diyalog kutusuna girilen zaman değerleri sıfır değerine çok yakın olacak şekilde alınır. Bunun nedeni sıfır anında çözüm yapılamıyor olmasıdır. Bunun yerine 10^{-8} mertebelerinde çok küçük zaman aralıkları ve zaman artımları girilerek başlangıç için çözüm yaptırılır. Bu aşamada malzemenin sürünme karakterinde olmadığı varsayılır. Yani sanki malzeme elastik şekil değiştiriyormuş gibi çözüm yaptırılır. Fakat bu çözüm aralığı çok küçük olduğundan sonucu etkilemeyecektir.

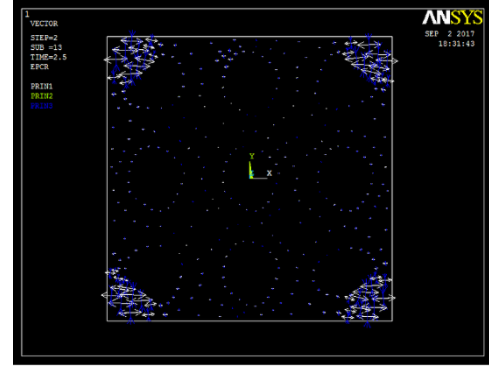
İkinci aşamada istenilen bitiş saatine ve zaman artım miktarlarına göre çözüm yaptırılır. Bu aşamada en önemli nokta çözüm kontrolü diyalog kutusundaki nonlineer tabında sürünme karakterini devreye sokmaktır. Bu işlem yapılmadan sürünme analizi yapmaya imkan yoktur.

Bu iki aşamanın her birinin sonunda çözüm yaptırılır. İki yük adımı için yapılan çözüm sonucunda analiz sonuçlanmış olur. Bu aşamadan sonra eğriler çizdirilebilir. Programın alt zaman aralıklarında analiz ettiği her zaman noktası için sonuçları yazdırması gerekir. Bu işlem için çözüm kontrolü diyalog kutusunun *basic* tabındaki frekans seçeneği, her alt adımı yazdır biçiminde olmalıdır. Bu işlem yapılmadan da doğru eğriyi elde etmek mümkün değildir.

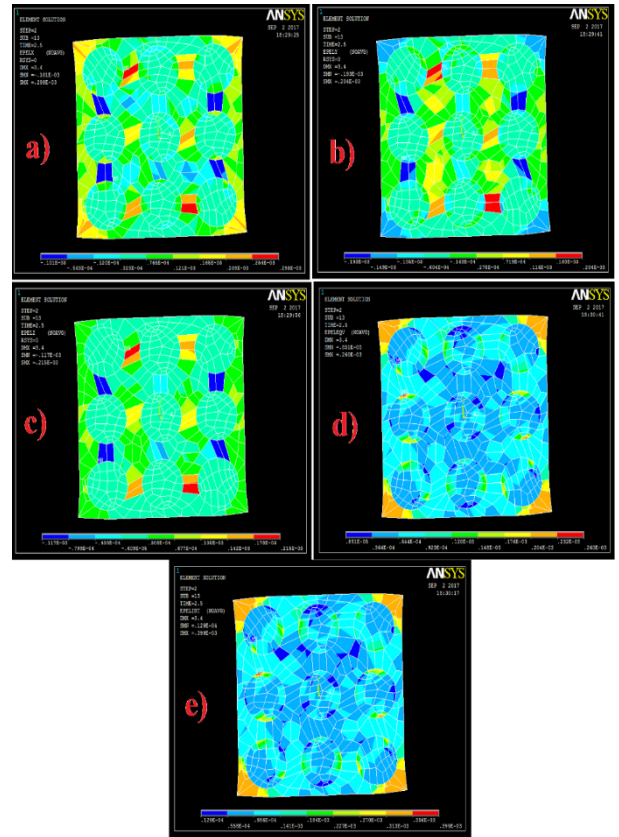
3. ÇÖZÜMLEME SONUÇLARI



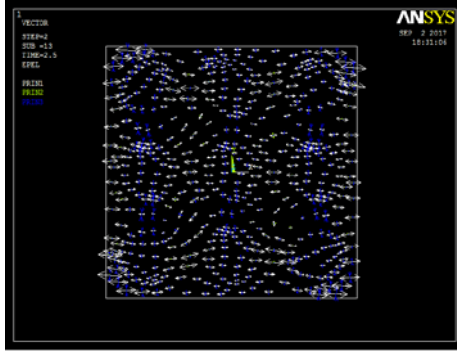
Şekil 9. Metal matris kompozitin a) deformasyon şekli b) x eksenindeki sürünme gerilimi c) y eksenindeki sürünme gerilimi d) z eksenindeki sürünme gerilimi e) von mises sürünme gerilimi f) sürünme gerilime yoğunluğu



Şekil 10. Metal matris kompozitin sürünme vektörel analizi

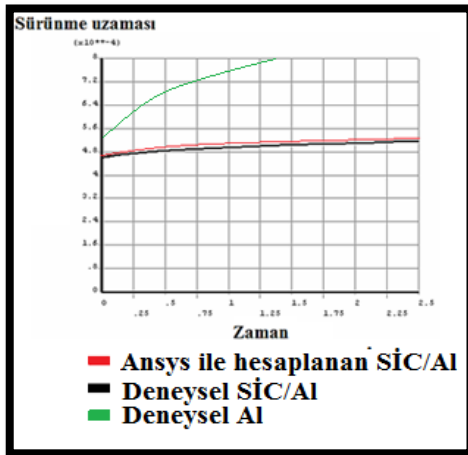


Şekil 11. Metal matris kompozitin a) x eksenindeki elastik gerilimi b) y eksenindeki elastik gerilimi c) z eksenindeki elastik gerilimi d) von mises elastik gerilimi e) elastik gerilime yoğunluğu

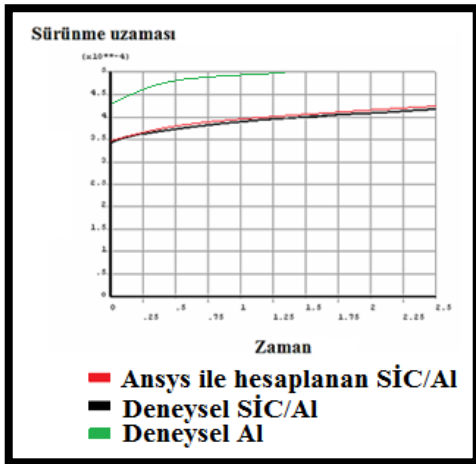


Şekil 12. Metal matris kompozitin elastik vectörel analizi

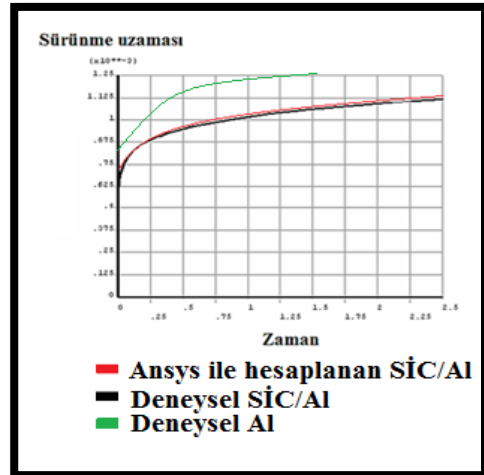
Şekil 13-14-15-16'da verilen gerilme ve sıcaklık durumlarında Ansys paket programıyla yapılan sürünme analizleri sonucu elde edilen eğriler görülmektedir. Elde edilen grafikler literatürdeki grafiklerle [14] karşılaştırıldığı zaman sonuçların oldukça yakın olduğu gözlenmektedir.



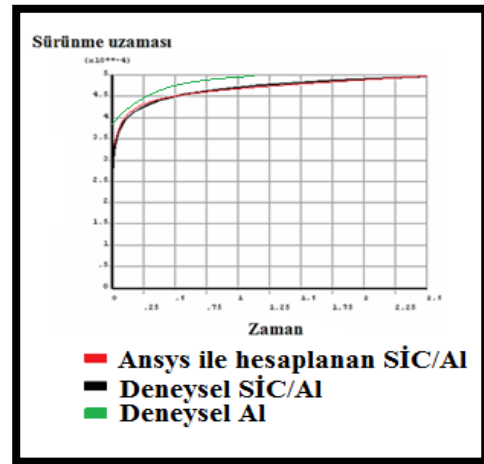
Şekil 13. 34.5 MPa ve 232C değerlerinde SiC/Al metal matris kompozitinin sürünme eğrisi



Şekil 14. 27.6 MPa ve 232C değerlerinde SiC/Al metal matris kompozitinin sürünme eğrisi



Şekil 15. 34.5 MPa ve 288C değerlerinde SiC/Al metal matris kompozitinin sürünme eğrisi



Şekil 16. 20.7 MPa ve 288C değerlerinde SiC/Al metal matris kompozitinin sürünme eğrisi

Matrisin literatürden alınan [14] sürünme analizi deney sonuçları ile matrisin sürünme karakteristikleri olan parametreler bulunmuştu. Bulunan bu parametrelerin metal matris kompozitinde kullanıldığında doğru sonuç verip vermeyeceği araştırıldı. Sonuçlar yine literatürden [14] elde edilen sonuçlarla karşılaştırıldığında sonuçların tatmin edici olduğu görüldü.

4. SONUÇLAR

Çalışma sonucunda , “Deneysel Al” ile “Deneysel SiC/Al” eğrileri, sırasıyla Al ve SiC/Al malzemelerine ait deneysel eğrileri incelendiğinde, SiC/Al metal matris kompozitinin Al alaşımına göre çok daha az sürünmeye maruz kaldığı gözlenmektedir. Bu sonuç ideal bir sonuçtur. Çünkü yüksek elastisite modülüne sahip SiC elyafı, matris malzemesine 0.52 oranında katkılandırılarak malzemenin mekanik özelliğini iyileştirmiş ve sürünme direncini arttırmıştır.

REFERANSLAR

- [1] KAW, Autor K. : Mechanics of Composite Materials.
- [2] Sahin, Y., "Kompozit Malzemelere Giriş", Gazi Kitabevi, Ankara, 1-16, 37- 41, 65-68, 79-88, 2000.
- [3] Poudens, A., Bacroix, B., Bretheau, T., Influence of Microstructures and Particle Concentrations on the Development of Extrusion Textures in Metal Matrix Composites", Materials Science and Engineering A, Volume:196, Issues:1-2, Pages:219-228, 1995.
- [4] Jiang, J., Collado, C., Keeley, D., Dodd B., Room Temperature Formability of Particle- Reinforced Metal Matrix Composites: Forging, Extrusion and Deep Drawing Composites, Volume:26, Issue:11, Pages:785-789, 1995.
- [5] http://www.yildiz.edu.tr/~akdogan/lessons/imalattakompoziti/MMK_son.pdf
- [6] Composites, ASM Handbook, 21, pp.1-20, 2001.
- [7] DEMİRKESEN, E., Kompozit malzemeler, İ . T . Ü . Kimya Fak ültesi, 1. baskı, 1995.
- [8] Akgün, S., Sahin, S., Influence of age Hardening on Mechanical Properties at SiC/AA7075 Composites Produced by P/M, Proceedings of 11th International Materials Symposium, Denizli/Turkiye, 2006.
- [9] Mindiva, H., Baydogan, M., Kayalı, E.S., Cimenoglu, H., Wear Behaviour of 7039 Aluminum Alloy, Materials Characterization, Vol:54, pp:263–269,2005.
- [10] <http://www accuratus.com/silicar.html>
- [11] YILDIRIM, İ., ARPACI, A., Basınçsız Sinterlenmiş SiC' de iç yapının kırılma tokluğuna etkisi, İTÜ Mühendislik Dergisi, Cilt 3, Sayı:1, s. 98-104, Şubat 2004.
- [12] CHOYKE, WJ., MATSUNAMI, H., PNSL, G., Silicon Carbide, Springer- Verlag Heidelberg New York, 2004.
- [13] <http://www.metalurjik.net/tag/surunme-nedir>
- [14] CHUN, H.J. ve DANDEL, I.M. : "Transverse creep behaviour of unidirectional metal matrix composite" Robert R. McCormick School of Engineering and Applied Science, Northwestern University, Evanston, IL 60208, USA, 25/9/1995.

ANTIBACTERIAL ACTIVITIES OF POLYLACTIC ACID BASED BIO-COMPOSITES

PLA ESASLI BİYOKOMPOZİTLERİN ANTİBAKTERİYEL AKTİVİTELERİNİN İNCELENMESİ

Sevim ALIŞIR^a, Nilgün ÖZDEMİR^b, Yunus Emre CANAVAR^a

^a Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Samsun, Türkiye,

^b Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Gıda Mühendisliği, Samsun, Türkiye

e-posta: sevimh@omu.edu.tr, nilgun.ozdemir@omu.edu.tr, yunus.canavar40@gmail.com

Özet

Bu çalışmada; farklı oranlarda AgNO₃ ve Agdicl (dicl: diklofenak) içeren biyokompozitlerin antibakteriyel özellikleri araştırıldı. Biyobozunur Polilaktik asit (PLA) ile hazırlanan filmlerin, yedi farklı mikro organizma üzerindeki antibakteriyel etkisi, disk difüzyon yöntemi kullanılarak belirlendi. Biyokompozit filmler için bulunan sonuçlar, ticari bir antibakteriyel olan Polymixin B (300 U)' nin patojen bakteri ve mantarlar üzerindeki etkisi ile karşılaştırıldı. Agdicl içeren filmlerin, mikroorganizmalar üzerinde en yüksek antibakteriyel etkiye sahip olduğu belirlendi.

Anahtar kelimeler: Biyokompozit, Polilaktik asit (PLA), Antibakteriyel polimer.

Abstract

In this study, the antibacterial activities of biocomposite films included different percentage AgNO₃ or Agdicl (dicl:diclofenac) have been investigated. The films are prepared with biodegradable polylactic acid (PLA) strengthened with (% 10 w/w) coconut fiber.

The biocomposite films have been tested for its in vitro antibacterial activity by using disc diffusion method.

The reaction of the microorganisms with the films was determined by the size of the inhibitory zone. The results recorded for biofilms are compared with Polymixin B used as commercial antibiotic. It is determined that Agdicl-biocomposites are highly effective for antibacterial and antifungal activity against pathogenic bacteria cells and fungus.

Key words: Bio-composite, Polylactic acid (PLA), Antibacterial polymers.

1. Giriş

Son yıllarda, artan çevre kirliliği nedeniyle, enfeksiyon kaynaklarının artması, mikroorganizmaların antibiyotik direnci oluşturması gibi unsurlar antibakteriyel (bakterilerin üremesini ve gelişmesini engelleyen) malzemelerin önemini artırmıştır. Özellikle ambalaj, tekstil, biyomedikal ve implant malzemelerin antibakteriyel hale getirilmesi üzerine çeşitli çalışmalar yapılmaktadır.

Antibakteriyel olarak metal iyonları, kuaterner amonyum tuzları, peroksitler, halojenler ve esansiyel yağlar gibi

oldukça farklı ajanlar kullanılabilir. Yapılan çalışmalar incelendiğinde, gümüşün antibakteriyel malzemelerin başında yer aldığını görmekteyiz.

Gümüş metalinin diğer metallerle göre daha sık kullanılmasının nedeni bakterilere karşı en etkin metal olması ve vücutta karşı zararlı etkilerinin bulunmamasıdır. Gümüş iyonlarının etki mekanizmasının temelinde, mikroorganizmanın enzim ve protein yapısında bulunan verici gruplarla kolaylıkla bağ oluşturması, bunun sonucunda ise hücre zarı ve içeriğini bozması yatmaktadır.

M.Ö. 3100 yıllarında Mısırlıların ve M.Ö. 2500 yıllarında Çinliler ve Perslerin, enfeksiyonları ve gıda bozulmalarını önlemek amacıyla, gümüş kapları kullandıkları biliniyor. Çok eski yıllardan günümüze kadar olan teknolojik gelişmeler incelendiğinde, özellikle gıda ambalajlama ve biyomedikal malzemelerde gümüşün yeri oldukça önemlidir. Her iki sektörde kullanılacak malzemelerin biyobozunur ve biyoyumlu olması önemli bir avantaj kazandırmaktadır.

Biyobozunur polimerler, biyolojik olarak parçalanabilme ve yenilenebilir kaynaklardan üretilme ve geliştirilebilme özelliklerine sahip polimerlerdir. Doğal kaynaklardan elde edilen biyopolimerler biyobozunur, yenilenebilir, çevre dostu ve antikanserojen oldukları için petro-kimyasal temelli plastiklerin yerine geçebilecek materyaller olarak görülmektedir.

Vücut hücreleri ile biyoyumlulukları sayesinde biyomedikal alanda sıkça kullanılan biyobozunur polimerler vücutta doğal olarak gerçekleşen süreçler ile parçalanabilirler ve sonra vücuttan atılabilirler.

Biyobozunur polimerlerin çeşitli nanopartiküller kullanılarak nanokompozitlerinin oluşturulmalarıyla da ambalaj sektöründe, tıbbi ve biyomedikal uygulamalarda sıkça kullanılmaya başlandığı görülmektedir. Nanokompozit ambalajlama ile üretilen ürünlerde mekanik özellikler, stabilite, ısıl performans, gaz bariyer özellikleri, yüzey görünümü ve optik özellikler iyileştirilir. Tıbbi ve biyomedikal uygulamalarda ise antikanserojen, antimikrobiyal ve antibakteriyel özelliklere sahip nanopartiküllerin vücutta uyumluluk sağlayan biyobozunur polimerlerle birleştirilmesiyle üretilen nanokompozitler yapay organ yapımı, doku iskeleleri, yara örtü bezi, ilaç salım sistemlerinde vb. alanlarla sıkça kullanılmaktadır [1].

Polilaktik asit (PLA), doğal kaynaklardan üretilen ve biyolojik olarak bozunabilen çevre dostu bir polimerdir. Özellikle gıda ambalajlama ve medikal uygulamalarda yaygın kullanımı ile karşımıza çıkmaktadır [2].

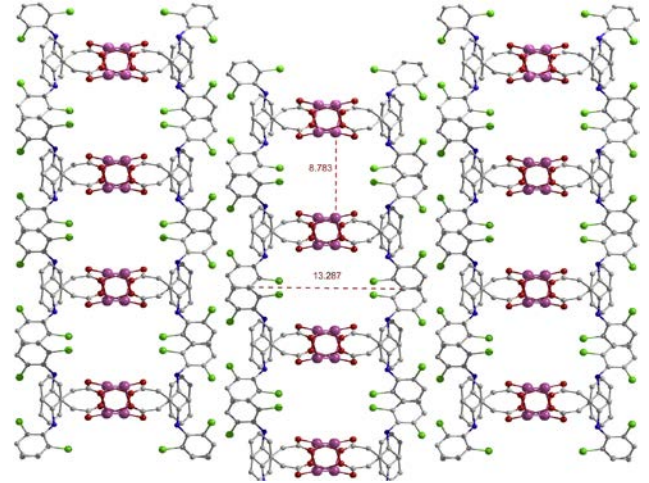
Shameli ve arkadaşları 2010 yılında yaptığı çalışmada, PLA içerisine %8, 16 ve 32 oranında gümüş nanoparçacıkları ekleyerek elde ettikleri kompozitlerin, *Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus* bakterilerine karşı aktivitesini incelemiştir. Ağırlıkça %32' lik kompozitte maksimum zone çapının 10 mm civarında olduğu belirlenmiştir [3].

Fortunati ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada mikrokristalin selüloz ve nanogümüş takviyesi yapılmış PLA kompozitlerinin, *Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus*'a karşı duyarlılıkları belirlenmiştir. PLA/5MCC/1Ag içeren film en iyi mekanik ve antibakteriyel özellik sergilediği belirtilmiştir [4].

Tawakkal ve arkadaşlarının hazırladığı "PLA ile hazırlanan antibakteriyel gıda ambalaj malzemeleri" adlı derlemede sağlık açısından en uyumlu ambalaj malzemesi olarak PLA' nın olduğu vurgulanmaktadır. Özellikle doğal katkı maddeleri ile PLA' nın mekanik özelliklerinde iyileştirmelerin yapıldığı karışımlarda, antibakteriyel ajan olarak organik asitler, şelatlaştırıcılar, bitki ekstraktları, esansiyel yağlar ve metallerin kullanıldığından bahsedilmektedir. PLA' ya nisin, lizozim ve gümüş zeolitlerin eklenmesi oluşturulan filmlerin *Listeria monocytogenes*, *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* ve *Micrococcus lysodeikticus* akarışı yüksek aktivite sergilediği ifade edilmektedir [5].

Bu çalışmada, mekanik olarak %10 hindistan cevizi lifi ile güçlendirilmiş PLA içerisine antibakteriyel ajan olarak Ağırlıkça %1, 3 ve 5 oranında $AgNO_3$ eklenerek filmler hazırlandı.

Gümüş iyonları havada kolaylıkla bozularak, bulunduğu ortamda kahverengi-siyah (Ag_2O) lekeler oluşturmaktadır. Bu nedenle daha önce grubumuz tarafından sentezlenen ve yapısı aydınlatılan kararlı Agdicl kompleksi kullanılarak benzer özellikteki filmler hazırlandı. Ağrı kesici olarak kullanılan diklofenak ile hazırlanan Agdicl kompleksinde, zeolit tipi boşlukların olduğu raporlandı (şekil 1) [6].



Şekil 1. Agdicl kompleksinin gözenekli yapısı

Bu iki film grubunun antibakteriyel özelliklerini belirlemek için, gram-pozitif, gram-negatif ve mantarın bulunduğu yedi farklı mikroorganizma üzerinde çalışıldı. Ayrıca ticari olarak satılan Polymixin B (300 U) nin, çalışılan mikroorganizmalara olan etkisi belirlendi. Biyokompozit filmlerden elde edilen sonuçlarla kıyaslandı.

2. Materyal ve Metot

Çalışmamız biyokompozit filmlerin hazırlanması ve antimikrobiyal testlerinin yapılması olmak üzere iki aşamadan oluşmaktadır.

2.1. Biyokompozit filmlerin hazırlanması:

Biyokompozit filmlerin hazırlanmasında çözücü yöntemi (solvent method) kullanıldı. PLA granül olarak Goodfellow (İngiltere) firmasından temin edildi. 200 meshlik elek altında kalan Hindistan cevizi lifleri (HC) mukavemet artırıcı olarak seçildi.

0,5 gram PLA' nın, 20 ml kloroform içerisinde çözülmesiyle hazırlanan karışıma ağırlıkça %10 HC eklendi. Antibakteriyel ajan olarak $AgNO_3$ ve Agdicl kullanıldı. %1, 3 ve 5 oranında $AgNO_3$ içeren PLA/HC çözeltileri hazırlandı.

Çözeltiler 7,5 cm çapına sahip petri kaplarında 1 gün bekletilerek polimer filmler elde edildi. Aynı işlem Agdicl için tekrarlandı.

Aynı yöntemle katkısız PLA/HC filmi (referans numune) hazırlandı.

Elde edilen biyokompozit filmler petri kaplarından ayrılarak antibakteriyel aktiviteleri incelendi.

2.2. Antibakteriyel Test

Filmlerin antimikrobiyal aktivite testleri için disk difüzyon yöntemi kullanıldı [7]. Çalışmamızda iki farklı gram-negatif bakteri (*Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853 ve *Escherichia coli* ATCC 25922), üç farklı Gram-pozitif bakteri (*Bacillus pumilis* NRRL BD142,

Bacillus subtilis NRRL B209 ve Bacillus cereus NRRL B3711) ve iki farklı mantar (Saccharomyces cerevisia ATCC 9763 ve Candida tropicalis DSM 11953) kullanıldı.

Mikroorganizmalar öncelikle Muller Hilton broth besi ortamına ekilerek aktive edildi. 10^{-6} molarlık çözeltileri hazırlandı. Petri kaplarına mikro organizmalar için besiyeri hazırlandı ve 10^{-6} molarlık mikroorganizma çözeltileri eşit miktarda ekildi. Üzerlerine 6.4 mm çapında dairesel kesilen biyokompozit filmlerden yerleştirildi. Tüm petriler 35 °C de 20 saat inkübe edildi. Süre sonunda filmlerin etrafındaki şeffaf zone çapları kaydedildi. Pozitif kontrol olarak ticari bir antimikrobiyal olan Polymixin B (300 U) diskleri kullanıldı. Aynı mikroorganizma için ölçümler üçer kez tekrarlandı ve ortalama değerler Tablo 1 de verildi.

Ağırlıkça %1 ve 3 AgNO₃ içeren filmlerin *Escherichia coli*, *Bacillus pumilis*, *Bacillus subtilis* ve *Saccharomyces cerevisia* mikroorganizmalarına karşı etkili olmadığı kaydedildi. Ancak %5 AgNO₃ içeren filmin aynı mikro organizmalara karşı antibakteriyel özellik sergilediği belirlendi.

Deneyle esnasında AgNO₃ içeren tüm filmlerin zamanla karardığı belirlendi.

Agdicl kompleksinin eklendiği biyokompozitlerde antibakteriyel aktivitenin, AgNO₃ ile hazırlanan biyofilmlere oranla daha yüksek olduğu Tablo 1 de verilen değerlerden görülmektedir. En yüksek antibakteriyel aktivite %5 Agdicl içeren biyofilimde, 14,55 mm' lik inhibisyon zone çapının ölçüldüğü, Gram(+) bakteri olan *Bacillus subtilis* mikroorganizmasına karşı olduğu belirlendi. Aynı

Tablo 1: Biyokompozit filmlerin seçilen mikroorganizmalara karşı etkisi antibakteriyel etkisi (zone çapı,mm)

	BK/1AgNO ₃	BK/3AgNO ₃	BK/5AgNO ₃	BK/1Agdicl	BK/3Agdicl	BK/5Agdicl	Polymixin B (300 U)
<i>Pseudomonas aerogeninosa</i>	7,81	9,65	11,85	8,53	9,55	10,78	11,15
<i>Escherichia coli</i>	ND	ND	7,55	8,51	9,15	13,74	15,05
<i>Bacillus pumilis</i>	ND	ND	11,45	7,34	8,25	14,45	17,10
<i>Bacillus subtilis</i>	ND	ND	10,73	7,75	8,40	14,55	16,25
<i>Bacillus cereus</i>	7,35	8,83	12,71	9,35	11,40	13,75	15,20
<i>Saccharomyces cerevisia</i>	ND	ND	7,50	9,43	10,32	15,97	16,15
<i>Candida tropicalis</i>	ND	7,34	14,52	9,35	11,56	12,53	13,05

BK: Biyokompozit (PLA+%10 Hindistan cevizi), ND: Belirlenmedi

3. Bulgular

Hazırlanan biyokompozit filmlerin antibakteriyel aktiviteleri araştırılırken, tüm filmlerde ortak olan PLA ve (PLA + %10 hindistan cevizi liflerinden hazırlanan) matris fazının da, aynı ortam ve mikroorganizmalar için aktivitesi araştırıldı. Bu filmlerin kullanılan bakteri ve mantarların üremesine engel olmadığı, antimikrobiyal özellik sergilemediği tespit edildi.

AgNO₃ ile hazırlanan filmlerin, çalışılan mikroorganizmalardan en çok *Candida tropicalis*' in üremesini engellediği belirlendi. Antibakteriyel etkinin artan gümüş oranı ile arttığı Tablo 1' de verilen zone çaplarından görülmektedir. Özellikle %5 AgNO₃ içeren filmin *candida tropicalis* mantarının üremesine karşı Polymixin B (zone çapı 13,05 mm) den daha etkili olduğu kaydedildi. %5 AgNO₃ içeren biyokompozit filmin 14,52 mm uzağına kadar herhangi bir mikroorganizmanın üremediği belirlendi.

Aynı biyofilmin gram(-) bakteri olan *Pseudomonas aerogeninosa* karşı (11,85 mm), Polymixin B den (11,15 mm) daha etkin olduğu belirlendi.

bileşimdeki filmin, mantarlardan *Saccharomyces cerevisia* karşı (15,97 mm), Polymixin B ile elde edilen değere (16,15 mm) oldukça yakın bir aktivite sergilediği kaydedildi.

Biyokompozit filmlerin içerisinde artan Agdicl oranı ile inhibisyon zone çaplarında önemli miktarda artış kaydedilirken, filmlerde herhangi bir kararmanın olmadığı gözlemlendi.

4. Sonuç

Yaptığımız çalışma kapsamında, tamamen doğal liflerle kuvvetlendirilmiş PLA içerisine, AgNO₃ ve Agdicl eklenerek hazırlanan biyokompozitlerin farklı mikroorganizmalar üzerine antimikrobiyal etkisi incelendi. Bu konu üzerine yapılan çalışmalar incelendiğinde çok sınırlı sayıda bakteri ile çalışıldığı, çoğunlukla gümüş nano parçacıkların ve AgNO₃ ın kullanıldığı görüldü. Gümüşün havada kolaylıkla oksijenle reaksiyona girerek, kahverengi-siyah Ag₂O oluşturduğuna yer verilmediği belirlendi.

Yapmış olduğumuz çalışmada hem AgNO₃' ı, hem de havada daha kararlı olan gözenekli Agdicl bileşimini,

PLA içerisine ekleyerek ayrı ayrı biyokompozit filmler hazırlandı.

Agdicl ile hazırlanan filmlerin daha kararlı olduğu tespit edildi. Ayrıca Agdicl bileşimi ile hazırlanan biyokompozitlerin biyolojik aktivitelerinin daha yüksek olduğu belirlendi.

Çalışmamızın literatürde yer alan çalışmalardan en önemli farkı ise, ticari olarak kullanılan antibakteriyel Polymixin B ile filmlerin aktivitelerinin kıyaslanmasını içermesidir.

Agdicl ile hazırlanan biyofilmlerin tüm patojen bakteri ve mantarlar üzerine antibakteriyel aktivite sergilediği belirlendi.

Ticari olarak kullanılan Polymixin B için bulunan değerler ile hazırlanan biyokompozitlerin antibakteriyel aktiviteleri kıyaslandığında, %5 Agdicl içeren filmlerin Polymixin B'ye oldukça yakın sonuçlar verdiği belirlendi.

Elde ettiğimiz sonuçlardan, gözenekli yapıya sahip olan Agdicl ile hazırladığımız biyofilmlerin antimikrobiyal özelliklerine dayanarak, gıda sektöründe ambalaj malzemesi olarak kullanılmasının daha uygun olabileceğini görmekteyiz.

Hazırlanan filmlerde gümüş oranının düşük olması ve bozulma ürünü olarak oluşabilecek diklofenakın zaten ilaç etken maddesi (ağrı kesici) olarak kullanılması nedeniyle canlı organizması için tehlike oluşturmayacağını düşünmekteyiz.

Ancak bu amaç için kullanılmadan önce Ag+ salınım testlerinin de yapılması gerekmektedir. Biyolojik aktivite sergileyen bu tür filmler, medikal ve gıda sektöründe yaygın kullanımları nedeniyle büyük önem arz etmektedir. Farklı gümüş kompleksleriyle hazırlanan biyobozunur filmlerin mekanik ve termal özelliklerinin belirlenmesi, biyolojik aktivitelerinin araştırılması üzerine çalışmalarımız devam etmektedir.

Kaynaklar

[1] Akarsu U., "Biyobozunur polimer nanokompozit geliştirilmesi", Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği, Yüksek Lisans Tezi, Aralık, 2011.

[2] Hamad K., Kaseem M., Yang H. W., Deri F., Ko Y.G., 2015 "Properties and medical applications of polylactic acid: A review" polymer Letters Vol.9, 435-455.

[3] Shamel K., Bin Ahmad M., Yunus W., Ibrahim N. A., Rahman R. A., Jokar M., Darroudi M., 2010. "Silver/poly (lactic acid) nanocomposites: preparation, characterization, and antibacterial activity" International Journal of Nanomedicine, 5: 573.

[4] Fortunati E., Armentano I., Iannoni A., Barbale M., Zaccheo S., Scavone M., Visai L., Enny J.M., 2012. New multifunctional poly(lactide acid) composites: Mechanical, antibacterial, and degradation properties. Journal of Applied Polymer Science, 124 (1):87.

[5] Tawakkal I. S. M. A., Cran M. J., Miltz J., Bigger S.W. "A Review of Poly(Lactic Acid)-Based Materials for Antimicrobial Packaging" 2014, Journal of Food Science, Vol. 79, 1477-1490.

[6] Alisir S. H., Sariboga B., Caglar S. Ve Buyukgungor O. "Synthesis, characterization, photoluminescent properties and antimicrobial activities of two novel polymeric silver(I) complexes with diclofenac" 2017, Journal of Molecular Structure, 1130, 156-164.

[7] CLSI (Clinical and Laboratory Standards Institute). Performance Standards for Antimicrobial Susceptibility Testing: Eighteenth Informational Supplement – Table M100 – S18, Wayne, PA: NCCLS, 2009.

AN INVESTIGATION PERFORMANCE ANALYSIS OF PARALLEL CONNECTED TWO COUNTER FLOW RANQUE-HILSCH VORTEX TUBES WITH MADE OF BRONZED TEFLON AND STEEL NOZZLES

BRONZLU TEFLON VE ÇELİK MALZEMEDEN ÜRETİLMİŞ NOZUL KULLANILAN PARALEL BAĞLI İKİ KARŞIT AKIŞLI RANQUE-HILSCH VORTEKS TÜP PERFORMANSININ İNCELENMESİ

Volkan KIRMACI^a, Hüseyin KAYA^b, Fahrettin GÜNVER^c

^aBartın Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü, Bartın, Türkiye, E-posta: volkankirmaci@bartin.edu.tr

^bBartın Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü, Bartın, Türkiye, E-posta: hkaya@bartin.edu.tr

^cBartın Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği A.B.D, Bartın, Türkiye, E-posta: fgunver42@gmail.com

Özet

Bu çalışmada, sıcak akışkan çıkış tarafındaki kontrol vanası hariç hareketli parçası olmayan gövde uzunluğu 100 mm, iç çapı 7 mm olan iki adet karşıt akışlı Ranque-Hilsch Vorteks Tüp kullanılmıştır. İki adet karşıt akışlı Ranque-Hilsch Vorteks Tüpler birbirine paralel birbirine bağlanarak deneysel sistem oluşturulmuştur. Oluşturulan sisteme giriş basıncı 1.5 bar'dan başlayarak 0.5 bar aralıklarla 5.5 bar basınç değerine kadar basınçlı hava kullanılmıştır. Karşıt akışlı Ranque-Hilsch Vorteks Tüplerde Bronzlu Teflon ve Çelik malzemeden üretilmiş dört nozul kullanılmıştır Paralel bağlı Karşıt akışlı Ranque-Hilsch Vorteks Tüpün ısıtma-soğutma sıcaklık performansları deneysel olarak incelenmiştir.

Anahtar kelimeler: Ranque-Hilsch vorteks tüp, soğutma, ısıtma.

Abstract

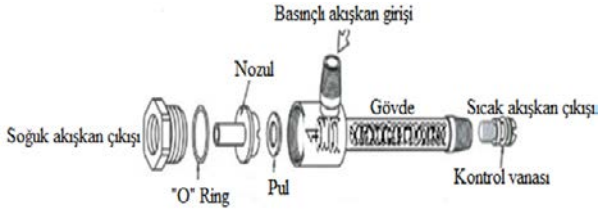
In this study, the vortex tube, having no one moving part, except the control valve at the hot outlet flow was used for adjusting volumetric flow rate, was used in 7 mm inner diameter and 100 mm length counter flow Ranque-Hilsch vortex tube. Experimental setup was constituted by connecting two vortex tubes as parallel form. Compressed air was used as a working fluid with inlet pressure range 1.5 bar to 5.5 bar with 0.5 bar variation. Bronzed teflon and steel nozzles were used in the counter flow Ranque-Hilsch vortex tube with nozzle number four. Performance of heating and cooling temperature of a parallel connected counter flow Ranque-Hilsch vortex tube was experimentally analyzed.

Keywords: Ranque-Hilsch vortex tube, cooling, heating.

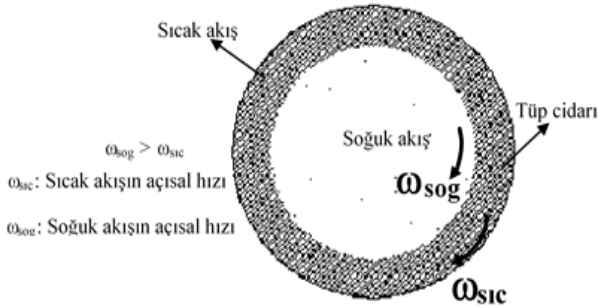
1. Giriş

Metalurjist ve fizikçi olan Joseph Ranque tarafından 1931 yılında keşf edilen ve 1947 yılında Rudolph Hilsch tarafından geliştirilen vorteks tüp, keşfi ve geliştirmesini yapan kişilerin isimlerinden dolayı Ranque - Hilsch vorteks tüpü (RHVT) olarak isimlendirilmiştir. RHVT, sıcak akışkan çıkış tarafındaki kontrol vanası hariç hiç bir hareketli parçası bulunmayan, borudan oluşan ve basınçlı akışkan ile çalışarak aynı anda soğutma ve ısıtma işlemi gerçekleştiren bir sistemdir [1, 2]. Boyutlarının küçük olması, çabuk rejime gelme süresi, herhangi bir kimyasal soğutucu akışkan gereksinimi olmamasından dolayı çevresel açıdan zararlı olmamasından dolayı RHVT'ler günümüzde birçok soğutma ve ısıtma işlemlerinde çözüm olabilmektedirler [3-5]. RHVT'ler elektriksel güç ve bakım gerektirmezler. Şekil 1 de bu çalışmada kullanılan karşıt akışlı RHVT çalışma prensibi verilmiştir. RHVT'ler ile hem sıcak hem de soğuk akış elde edilmesi, iki farklı açısız hızlarda dönen akış arasında oluşan mekanik enerji transferi ile gerçekleşir. Basınçlı akışkan RHVT'ne girişinde bulunan nozuldaki geçerek girer. Tüp girişindeki nozul ile basınçlı olan giriş akışkanının basıncı azalarak hızı artar. Nozuldaki geçen akışkan, tüpe giren basınçlı akışkana bağımlı olarak tüpün silindirik şeklinden dolayı çok yüksek açısız hızlarda dönmeye başlar. Bu sırada akış merkezkaç kuvvetinin etkisi ile tüp cidarına doğru genişlemeye başlar. Bunun sonucunda da tüp merkezindeki akışkan ile tüp cidarındaki akışkan arasında basınç farkı oluşur. Oluşan basınç farkı sonucu ile akış radyal yönde merkeze doğru genişler. Merkezdeki akışın açısız hızı, açısız momentumun korunumu ile tüp cidarındaki akışının açısız hızından daha yüksek değerdedir olduğundan dolayı tüp içerisinde iki farklı hızlarda dönen iki akışkan oluşur. Merkezdeki akışkan daha yüksek hızda olduğundan dolayı yüzeydeki akışkanı hızlanarak merkezdeki akıştan cidardaki akışkana mekanik enerji transferi oluşur. Mekanik enerjisi azalan merkezdeki akışkan soğuk akışı, tüp cidarındaki sürtünme etkisi ve merkezdeki akışkandan aldığı mekanik enerjiden dolayı tüp

cidarındaki akış sıcak akıştır. Şekil 1'de gösterildiği gibi, Karşıt akışlı RHVT soğuk akış, sıcak akışın çıktığı uçta bulunan kontrol vanasından dolayı bir durgunluk noktasından sonra akışkan geriye doğru döner. Bunun sonucunda, RHVT'lerde aynı anda bir tarafından soğuk akış, diğer tarafından da sıcak akış elde edilir (Şekil 1-2). [6-10].



Şekil 1. Karşıt akışlı RHVT yapısı.



Şekil 2. RHVT içindeki sıcak ve soğuk akışın hareketi.

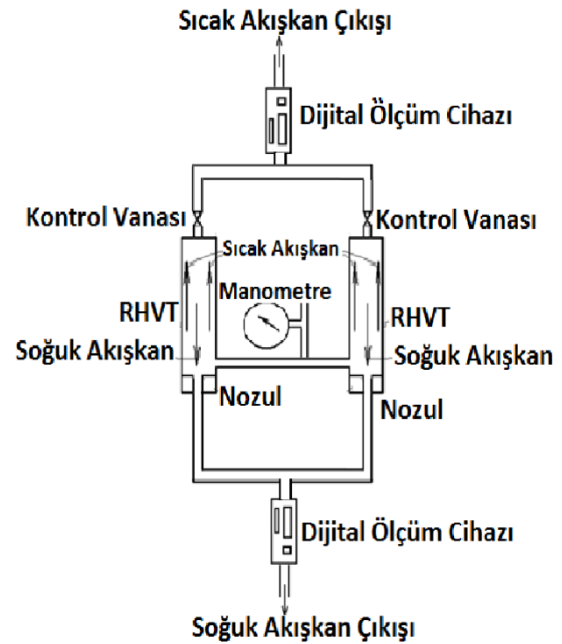
Kırmacı (2007), yaptığı çalışmada, vorteks tüpünde basınçlı akışkan olarak hava kullanmıştır. Vorteks giriş basıncı 150 kPa'dan başlayarak 50 kPa aralıklarla 700 kPa'a kadar uygulamıştır. Vorteks tüpünden çıkan soğuk akışkanın hacimsel debisinin girişteki akışkanın hacimsel debisine oranı γ_c olarak tanımlayarak 0.5 oranından başlayarak 0.70' e kadar 0.02 aralıklarla değiştirilerek tüm basınç değerlerine göre sistem performansını incelemiştir. Çalışma sonucunda vorteks tüpüne giriş basıncı arttıkça, sistem performansının arttığını belirtmiştir [11]. Dinçer ve Başkaya (2009), yaptıkları çalışmada karşıt akışlı RHVT'yi açık bir sistem olarak ele alarak ekserji analizi metoduyla tapa açısının ekserji verimliliğine etkisini deneysel olarak incelemişlerdir. Ekserji verimliliğinin, karşıt akışlı RHVT giriş basıncının düşük değerlerinde düşük; artan basınç değerlerinde ise yüksek çıktığını bulmuşlardır [9]. Aydın v.d (2010), yaptıkları deneysel çalışmalarında vorteks tüplerin akış performansları ve tasarım parametrelerini deneysel incelemişlerdir. Vorteks tüpüne farklı giriş basınçları altında değişik geometrik parametrelerde vorteks tüplerin ısı performanslarını deneysel incelemişlerdir. Bu değişken parametreler vorteks tüpünün uzunluğu, tüp çapı, nozul giriş sayısı ve açısı ayrıca kontrol vanası olarak belirlemişlerdir [12].

Bu çalışmada, gövde uzunluğu 100 mm, iç çapı 7 mm ölçülerinde iki adet karşıt akışlı RHVT'ler birbirine paralel olarak bağlanarak deney sistemi oluşturularak, giriş basıncı 1.5 bar'dan 6.0 bar basınç değerine kadar 0.5 bar aralıklarla basınçlı hava kullanılarak soğutma-ısıtma performansları deneysel olarak incelenmiştir. Çalışmamızda RHVT'ler Brozlu Teflon ve Çelik malzemeden üretilmiş dört orfisi nozul kullanılmıştır.

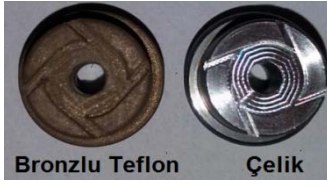
2. Deneysel Çalışma

2.1. Deneysel Sistem

Bu çalışmada, iç çapı 10 mm, gövde uzunluğu 100 mm olan karşıt akışlı RHVT kullanılmıştır. RHVT genişliği 70 cm, boyu 40 cm, kalınlığı 1.5 mm olan bir sac levha üzerine yatay konumda sabitlenerek Şekil 3'deki gibi yerleştirilmiştir. RHVT giren havanın basıncını ölçmek için %5 hassasiyetinde PAKKENS marka gliserinli manometre, hacimsel debilerini ölçmek için %3 hassasiyetinde TSI (Trust. Science, Innovation) marka debimetreler RHVT çıkışlarına bağlanmıştır. Ayrıca kullanılan debimetre ile bağlandığı noktadaki basınç, hacimsel debi ve sıcaklık değerleri okunmaktadır. Sistemde basınçlı akışkan kaynağı olarak kompresör kullanılmıştır. Sistem elemanları arasındaki bağlantılar basınca dayanıklı pnömomatik hortum vasıtasıyla yapılmıştır. Şekil 4 de deneysel sistemde kullanılan Brozlu Teflon ve Çelik nozullar verilmiştir. Tüm deneyler 21 °C'lik ortam sıcaklığında yapılmıştır. Deneyde elde edilen sonuçların doğruluğu için bir deney 3 kez tekrarlanmış ve elde edilen değerlerin ortalamaları alınmıştır.



Şekil 3. RHVT deneysel sistem



Şekil 4. Deneyleerde kullanılan nozullar

2.2 Deneyleerin Yapılışı

RHVT sisteminin basınçlı hava kaynağını karşılamak için 15 kW'lık hava kompresörü kullanılmıştır. Sistem elemanları arasındaki bağlantılar basınca dayanıklı pnömomatik hortum kullanılmıştır. RHVT'nün girişi ile hava kompresörü arasında, 10 bar basınç dayanımı olan pnömomatik hortum, quick kuplin ile bağlanmıştır. Hava kompresörü çalıştırılmış ve RHVT akışkan girişindeki başlangıç basıncı olan 1.5 bar basınca ayarlanmıştır. Yapılan basınç ayarlamasından sonra RHVT'nün sıcak ve soğuk akışkan çıkışına monte edilen ölçüm cihazlarında (debimetre) okunan sıcaklık değerleri sabitleninceye kadar 1.5 bar basınçlı hava, kompresörden gönderilmiştir. RHVT girişteki basınç, çıkan soğuk akış ile sıcak akış sıcaklığı ve debileri de okunmuştur. 2.0 bar olan basınç değerindeki deneye başlamadan önce RHVT'den çıkan sıcak ve soğuk akış sıcaklık değerleri ile ortam sıcaklığını ölçen sıcaklık değerine gelinceye kadar beklenmiş ve okunan değerler eşitlendikten sonra 2.0 bar olan basınç değerindeki deneyler yapılmaya başlanmıştır. Daha sonra da 2.5 ile 5.5 bar basınç değerleri arasında deneyler yapılmıştır. Tüm deneyler 21 °C'lik ortam sıcaklığında yapılmıştır. Deneyde elde edilen sonuçların doğruluğu için bir deney 3 kez tekrarlanmış ve elde edilen değerlerin ortalamaları alınmıştır.

3. Bulgular ve Tartışma

RHVT'ne göre bir giriş ve bir çıkışlı sürekli akışlı açık sistemler için kütle korunumu Eşitlik 1' deki yazılabilir.

$$\sum \dot{m}_{gir} = \sum \dot{m}_{çkş} \quad (1)$$

\dot{m}_{gir} : RHVT giriş akışkanının hacimsel debisi, l/s

$\dot{m}_{çkş}$: RHVT çıkış akışkanının hacimsel debisi, l/s.

Eşitlik 1 RHVT için Eşitlik 2 şeklinde yazılabilir.

$$\dot{m}_{çkş} = \dot{m}_a + \dot{m}_b \quad (2)$$

RHVT çıkan soğuk akışkanın kütle debisinin, girişteki akışkanın kütle debisine oranı, y_c olarak tanımlanmış ve Eşitlik 3 ile verilmiştir.

$$y_c = \frac{\dot{m}_b}{\dot{m}_{gir}} \quad (3)$$

\dot{m}_a : RHVT çıkan sıcak akışkanın hacimsel debisi, l/s

\dot{m}_b : RHVT çıkan soğuk akışkanın hacimsel debisi, l/s.

RHVT sıcak akış çıkışındaki vana tam açık konumda bırakılmıştır. Girişteki akışkan sıcaklığı (T_{gir}) ile soğuk uçtaki akışkan sıcaklık (T_{sgk}) farkı, soğuk akışkan sıcaklık farkı ΔT_{sgk} olarak tanımlanmış ve Eşitlik 4 ile verilmiştir.

$$\Delta T_{sgk} = T_{sgk} - T_{gir} \quad (4)$$

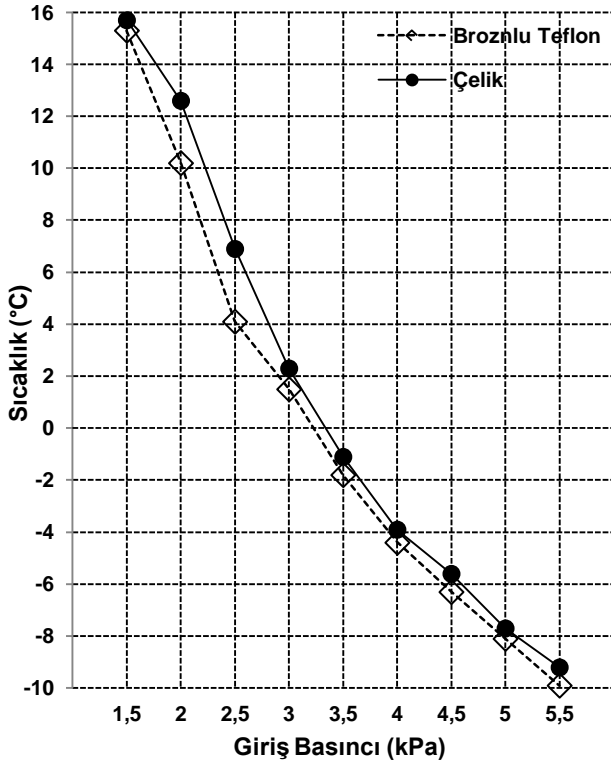
Girişteki akışkan sıcaklığı (T_{gir}) ile sıcak uçtaki akışkan sıcaklık (T_{sck}) farkı, sıcak akışkan sıcaklık farkı ΔT_{sck} olarak tanımlanmış ve Eşitlik 5 ile verilmiştir.

$$\Delta T_{sck} = T_{sck} - T_{gir} \quad (5)$$

RHVT'nin performansı, sıcak ile soğuk akışkanın sıcaklığı arasındaki fark olan cinsinden Eşitlik 6 da verilmiştir [3, 9, 13, 14].

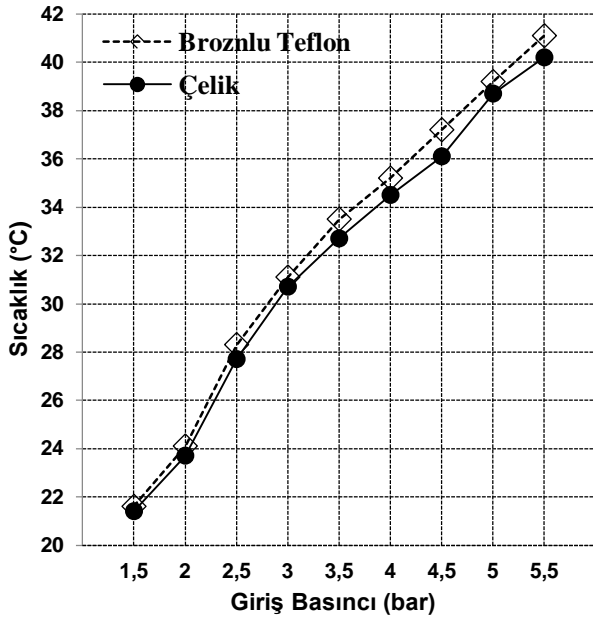
$$\Delta T = T_{sck} - T_{sgk} \quad (6)$$

Oluşturulan deneysel sistemde kullanılan basınçlı akışkan olarak hava kullanıldığı Bronzlu Teflon ve Çelik malzemeden üretilmiş 4 orfslü nozulda giriş basıncı (P_{gir}) 1.5 bar'dan 0.50 bar aralıklarla 6.0 bar basınç değerine kadar karşıt akışlı RHVT'ün soğuk akışkan çıkış ucunda ölçülen sıcaklıklar (T_{sgk}) sırasıyla Şekil 5 verilmiştir.



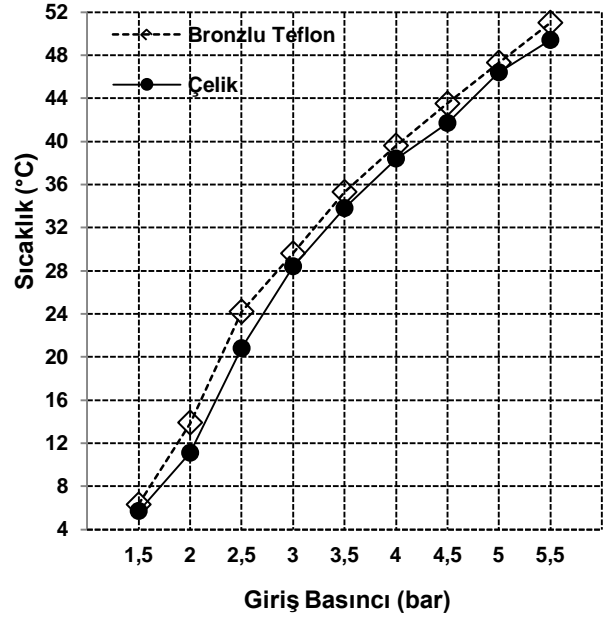
Şekil 5. Giriş Basıncı ile T_{sgk} değişim grafiği

En düşük T_{sgk} değeri Bronzlu Teflon malzemeden üretilmiş nozulda ve $P_{gir}=5.5$ bar değerinde -9.9 °C olduğu, en yüksek $T_{soğ}$ incelendiğinde ise Çelik malzemeden üretilmiş $N=2$ ve $P_{gir}=2.0$ bar değerinde 15.7 °C olarak ölçülmüştür (Şekil 4). Oluşturulan deneysel sistemde 1.5 bar' dan 0.5 bar aralıklarla 5.5 bar basınç değerine kadar RHVT'ün sıcak akışkan çıkış ucunda ölçülen sıcaklıklar (T_{sck}) Şekil 6'da verilmiştir.



Şekil 6. Giriş Basıncı ile T_{sck} değişimi

Şekil 6 incelendiğinde en yüksek T_{sck} değeri, Bronzlu Teflon malzemeden üretilmiş nozulda ve $P_{gir}=6.0$ bar değerinde 41.1 °C olduğu, en düşük T_{sck} değeri ise Çelik malzemeden üretilmiş nozulda ve $P_{gir}=1.5$ bar değerinde 21.4 °C olarak ölçülmüştür. Deneysel sistemde giriş basıncı (P_{gir}) 1.5 bar' dan 0.5 bar aralıklarla 6.0 bar basınç değerine kadar sıcak akışkanın sıcaklığı ile soğuk akışkanın sıcaklığı arasındaki fark (ΔT) Şekil 7 verilmiştir.



Şekil 7. Giriş Basıncı ile ΔT değişim

4. Sonuç ve Öneriler

Yapılan deney sisteminde nozul sayısı 4 olan Bronzlu Teflon ve Çelik malzemeden üretilmiş, basınçlı akışkan olarak hava kullanılan, 1.5 bar'dan başlayarak 5.5 bar basınç değerine kadar 0.5 bar aralıklarla soğutma ve ısıtma performansı incelenmiştir. Deneysel sonuçlar değerlendirildiğinde en iyi performans değerini giriş basıncı 6.0 bar'da Bronzlu Teflon malzemeden üretilmiş nozulda sağlamıştır. Deneysel sonuçlar değerlendirildiğinde oluşturulan deneysel giren havanın giriş basıncı arttırıldıkça, T_{sgk} sıcaklığı düşerken, T_{sck} ve ΔT artmaktadır. Yapılan bu çalışma farklı nozul malzemeleri, sayıları ve akışkanlar ile yapılacak olan diğer bu tür çalışmalar için temel alınarak uygulanabileceği görüşüne sahip olunmuştur.

Kaynaklar

- [1] Usta, H; Dincer K., Kırmacı, V; Variyenli, H.İ., 'Vorteks Tüpünde Akışkan Olarak Kullanılan Hava İle Karbondioksitin Soğutma Sıcaklık Performanslarının Deneysel İncelenmesi, Cumhuriyet Üniv. Fen-Edebiyat Fakültesi Fen Bilimleri Dergisi, 24 (2), 28-39, 2003.
- [2] Usta, H; Dincer, K; Kırmacı, V, Vorteks Tüpünde Akışkan Olarak Kullanılan Hava İle Oksijenin Soğutma Sıcaklık Performanslarının Deneysel İncelenmesi, Teknoloji, 7 (3), 415-425, 2004.
- [3] Kırmacı, V; Uluer, O, The Effects Of Orifice Nozzle Number On Heating And Cooling Performance Of Vortex Tubes: An Experimental Study, Instrumentation Science And Technology, 36 (5), 493-502, 2008
- [4] Kırmacı, V; Uluer, O; Dincer, K, Exerg Analysis And Performance Of A Counter Flow Vortex Tube: An Experimental Investigation With Various Nozzle Numbers At Different Inlet Pressures Of Air, Oxygen, Nitrogen And Argon, Journal Of Heat Transfer-Transactions Of The Asme, 12, 121701-121701, 2010.
- [5] Yılmaz, M; Çomaklı, Ö; Kaya, M; Karlı, S, Vorteks Tüpleri: 1 Teknolojik Gelişim, Mühendis ve Makina, 47 (553), 46-54, 2006.
- [6] Usta, H; Kırmacı, V., Dincer, K, Vorteks Tüpünde Akışkan Olarak Kullanılan Hava, Oksijen Ve Karbondioksitin Soğutma-Isıtma Sıcaklık Performanslarının Deneysel Olarak İncelenmesi, Teknoloji, 8 (4), 311-319, 2005.
- [7] Saidi, M.H; Yazdi, M.R, Exergy Model Of A Vortex Tube System With Experimental Result. Exergy, 24, 625-632, 1999.
- [8] Fröhlingsdorf, W; Unger, H, Numerical Investigations Of Compressible Flow And The Energy Separation In The Ranque-Hilsch Vortex Tube, International Journal Of Heat And Mass Transfer, 42, 415-422, 1999.
- [9] Dincer, K; Başkaya, Ş, Ekserji Analiz Metoduyla Karşıt Akışlı Ranque Hilsch Vorteks Tüpün Tapa Açısının Ekserji Verimliliğine Etkisinin Değerlendirilmesi, Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, 24 (3), 533-538, 2009.
- [10] Saidi, M.H; Valipour, M.S, Experimental Modeling Of Vortex Tube Refrigerator. Applied Thermal Engineering, 23, 1971-1980, 2003.
- [11] Kırmacı, V, Akışkan Olarak Hava Oksijen Karbondioksit Azot Argon ve Karışım Gazı Kullanılan Vorteks Tüpünde Soğutma-Isıtma Sıcaklık Performanslarının Deneysel Olarak İncelenmesi, Fırat Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 20 (2), 345-354, 2008.
- [12] Aydın, O; Markal, B; Avcı, M, A new vortex generator geometry for a counter-flow Ranque-Hilsch Vortex Tube, Applied Thermal Engineering, 30, 2505-2511, 2010.
- [13] Kırmacı, V; Cebeci, İ; Balalı, M.Y, Altı Nozullu Karşıt Akışlı Vorteks Tüpünün Performansının Deneysel Olarak İncelenmesi. Bartın Üniversitesi Mühendislik ve Teknoloji Bilimleri Dergisi, 1 (1), 77-90, 2013.
- [14] Kırmacı, V., Exergy Analysis And Performance Of A Ranque-Hilsch Counter Flow Vortex Tube Having Various Nozzle Numbers At Different Inlet Pressures Of Oxygen And Air. International Journal Of Refrigeration, 32 (7), 1626-1633, 2009.

MICROSTRUCTURAL INVESTIGATION OF RAPIDLY SOLIDIFIED $Cu_{(100-x)}Al_{13}Mn_x$ (X=1-14) RIBBONS

HIZLI KATILAŞTIRILMIŞ $Cu_{(100-x)}Al_{13}Mn_x$ (x=1-14) ŞERİTLERİN MİKROYAPISAL İNCELEMESİ

Sultan ÖZTÜRK¹, Murat EROĞLU², Sefa Emre SÜNBL¹, Kürşat İCİN¹,
Bülent ÖZTÜRK^{1,2}

^{1,*}:Corresponding author, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Trabzon, E-posta: bozturk@ktu.edu.tr

² Bursa Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, E-posta: eroglu_murat@outlook.com

Özet

Bu çalışmada, melt spinning yöntemi kullanılarak hızlı katılaştırılmış olarak üretilen $Cu_{(100-x)}Al_{13}Mn_x$ (x=1-14) şeritlerin mikroyapısal incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Mikroyapı incelemeleri SEM'de gerçekleştirilmiş, faz dağılımları ise XRD kullanılarak ortaya çıkarılmıştır. Üretilen şeritlerin kimyasal kompozisyonlarının belirlenmesi EDS analizi ile yapılmış ve en az 3 farklı nokta kullanılarak ortalamaları alınmıştır. EDS haritalama yöntemiyle şeritler üzerinde elementel dağılıma ve homojenliğe bakılmıştır. Mn miktarının değiştirilmesiyle yapıda farklılıklar olduğu gözlemlenmiştir. %4 Mn miktarına kadar mikroyapı sadece martenzit fazından meydana gelirken, Mn miktarını %4'ü aşması durumunda yapıda kalıntı östenit olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Hızlı katılaştırma, CuAlMn alaşımı, Mikroyapı, Şekil bellekli alaşımlar.

Abstract

Microstructural investigation of rapidly solidified $Cu_{(100-x)}Al_{13}Mn_x$ (x=1-14) alloy ribbons which were produced by melt spinning method have been carried out. Microstructural examinations of produced ribbons were performed by SEM analysis and phase distribution in microstructure was determined by XRD studies. Chemical compositions of produced ribbons were determined by means of EDS analysis method and at least three points on the microstructure were analyzed and average value of them was specified. Also, elemental distribution and homogenization on the ribbons were studied by the way of EDS mapping. Structural differences were observed with variation of Mn amount. Microstructure of produced ribbons were consisted with martensite phase up to 4% Mn and residual austenite phase was observed beyond 4% Mn amount.

Keywords: Rapid solidification, CuAlMn alloy, Microstructure, Shape memory alloys.

1. Giriş

Yeni malzemelerin geliştirilmesi ve üretilmesi teknolojik gelişmeler bakımından çok büyük öneme sahiptir. Bu teknolojik gelişmeler, yalnızca yeni malzemeler üretmek için değil, malzemelerin fonksiyonelliğini ve kullanılabilirliğini arttırmaya da yöneliktir. Bu türden

malzemelere verilebilecek en önemli örneklerden birisi şekil hatırlamalı (hafızalı) alaşımlardır [1].

Şekil hafızalı malzemeler sıcaklık ve zorlamaya bağlı olarak farklı fazlarda bu özelliklerini sergileyebilirler. Şekil hafızalı alaşımlar genellikle martenzit ve östenit fazlarından oluşurlar. Martenzit fazı (düşük simetri fazı) düşük sıcaklık ya da yüksek zorlama altında kararlı bir fazdır. Tam tersi olarak, östenit fazı (yüksek simetri fazı) yüksek sıcaklık ya da düşük zorlama altında kararlıdır. Yüksek simetri fazından düşük simetri fazına atomların difüzyonsuz olarak ortak hareketi martenzit faz dönüşümü olarak bilinmektedir [2, 3].

Bakır bazlı şekil bellekli alaşımlar içerisinde CuAl esaslı olanlar, düşük maliyet, makul şekil bellek kapasitesi ve iyi darbe sönmülleme yeteneği gibi özellikler sayesinde birçok pratik uygulama için büyük ilgi çekmiştir. Ayrıca, bu alaşıma üçüncü element olarak Mn ilavesi, belirtilen özelliklerin daha da iyileşmesine ve aynı zamanda manyetik özelliklerinin de gelişmesine sebep olmuştur. Manyetik özelliklerin iyileşmesi ise artan mangan miktarına bağlı olarak Heusler alaşımlarından biri olan Cu_2MnAl bileşiminin yapı içerisinde artışı olarak gösterilmektedir [4, 5].

Bu çalışma kapsamında, yeni nesil bir alaşım olması ve aynı zamanda manyetik özellik sergilemesi nedeniyle Mn elementi %1 ile %14 (ağ.) arası değiştirilerek ve Al elementi %13 (ağ.) değerinde sabit tutularak $Cu_{(100-x)}Al_{13}Mn_x$ (x=1-14) alaşımının melt spinning yöntemiyle hızlı katılaştırılmış olarak şerit formunda üretimi gerçekleştirilmiştir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak üretilen şeritlerin mikro yapılarında meydana gelen değişimler incelenmiştir. Oluşan faz yapılarının tespit edilmesi amacıyla X-ışını kırınımı (XRD) analizleri yapılmıştır. Mikroyapı içerisinde eleman analizleri EDS mapping yöntemiyle gerçekleştirilmiştir.

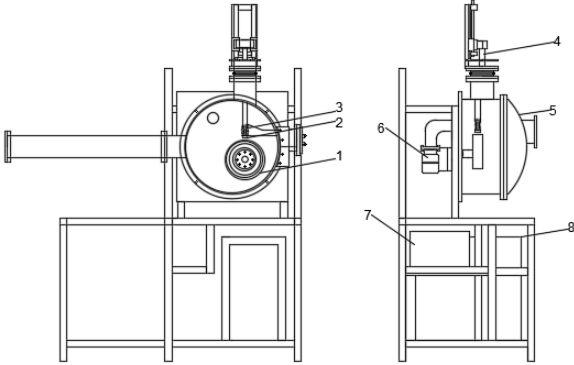
2. Deneysel Çalışmalar

Bu çalışma kapsamında, melt spinning yöntemi kullanılarak hızlı katılaştırılmış CuAlMn esaslı şeritlerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda, Alfa Aesar firmasından %99.95 saflığında ve -325 mesh toz boyutunda temin edilen Cu, Al ve Mn element tozları kullanılmıştır. Farklı bileşimlerde alaşım elde etmek amacıyla elementlerin oranları değiştirilmiştir. $Cu_{(100-x)}Al_{13}Mn_x$ (x=1-14) alaşımlarını oluşturan elementlerin miktarları Çizelge 1' de verilmiştir. Hassas tartıda hazırlanan Cu, Al ve Mn tozları birbirine katılmış, homojen karışımın sağlanması amacıyla hazırlanan materyal bilyalı öğütme cihazında kısa süreli hafif

öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Hazırlanan toz karışım numuneler melt spinning işlemi için soğuk preslenerek ham parça haline getirilmiştir. CuAlMn esaslı şeritlerin üretimi işlemi Karadeniz Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde bulunan ve Şekil 1’ de şematik resmi verilen melt spinning cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 1. Kullanılan Cu-Al-Mn alaşımlarının üretim öncesi belirlenen kimyasal kompozisyonları.

Alaşım Kodu	Alaşım elementleri (% ağı.)		
	Cu	Al	Mn
CAM 1	86	13	1
CAM 2	85	13	2
CAM 3	84	13	3
CAM 4	83	13	4
CAM 7	80	13	7
CAM 8	79	13	8
CAM 9	78	13	9
CAM 11	76	13	11
CAM 14	73	13	14



Şekil 1. Melt spinning ünitesinin şematik resmi.

Üretilen şeritlerin mikroyapı incelemeleri için soğuk bakalite alma işlemi uygulanmıştır. Soğuk bakalite alma işleminde epoksi reçine ve sertleştirici karıştırılıp bekletilerek sertleşmesi sağlanmıştır. Bakalite alma işleminden sonra her bir numune için zımparalama, parlatma ve dağlama gibi metalografik işlemler uygulanmıştır. Zımparalama işlemi için 600, 800, 1000, 1200 ve 1500 numaralı zımparalar kullanılmış, parlatma işlemi ise, 0,1 µm’luk alümina solüsyon kullanılarak yapılmıştır. Dağlama işlemi öncesinde numune yüzeyini temizlemek amacıyla ultrasonik temizleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu işlem %99,99 saflıkta etil alkol içerisinde 10 dak. süreyle uygulanmıştır. Dağlama işlemi için 20 ml HCl, 100 ml H₂O ve 10 gr Fe₃Cl çözeltisi araç olarak kullanılmış olup, 5 saniye süresince numune üzerine damlatma şeklinde uygulanmıştır.

Üretilen şeritlerin mikroyapı incelemeleri Zeiss EVO LS10 model taramalı elektron mikroskopunda (SEM) gerçekleştirilmiştir. Element miktarlarını belirlemek için gerçekleştirilen EDS analizleri yine bu SEM cihazına

bağlantılı Bruker EDS (123 eV) aparatı ile yapılmıştır. En az üç farklı bölgeden alınan EDS sonuçları kullanılarak ergitme sonrası alaşım oranları belirlenmiştir.

Üretilen şeritlerin faz yapısını belirlemek amacıyla XRD incelemeleri yapılmıştır. Bu incelemeler PANalytical X’pert Powder³ model XRD cihazında CuK α ($\lambda = 1,5418$) ışınımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Tüm incelemeler $20 \leq 2\theta \leq 90$ aralığında 0,02°’lik adımlar ile oda sıcaklığında sabit tarama hızıyla yapılmıştır.

3. Bulgular ve İrdeleme

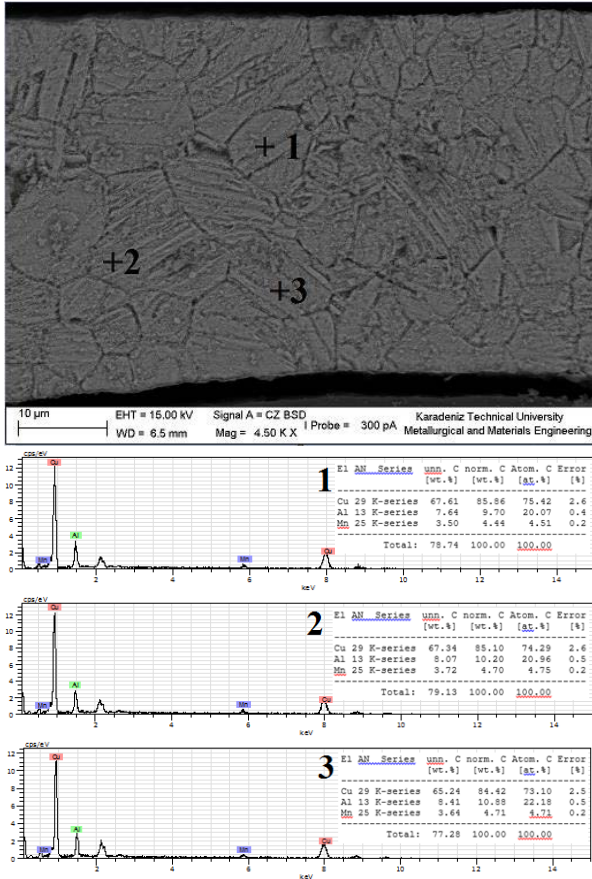
Hazırlanan Cu-Al-Mn toz karışımı ham parçaların, melt spinning cihazındaki indüksiyon sistemi ile ergitilerek, potanın dip kısmındaki dikdörtgen kesitli nozul yardımıyla bakır disk üzerine yüksek basınçlı ve yüksek saflıktaki (%99,99) argon gazı ile püskürtülerek gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada kullanılan üretim parametreleri 52 m/s disk hızı, 0,5 bar püskürtme basıncı, 1 mm disk ile nozul arasındaki mesafe, 1350 °C alaşım sıcaklığı ve 8x0,5 mm nozul boyutu, şeklinde belirlenmiştir. Yapılan deneyler neticesinde, üretim parametrelerine bağlı olarak ortalama 250–300 mm uzunluğunda, 20–40 µm kalınlığında ve 2-5 mm genişliğinde şeritler üretilmiştir. Elde edilen şeritlerin makro fotoğraf görüntüsü Şekil 2’de verilmiştir.



Şekil 2. Melt spinning yöntemiyle üretilen CuAlMn alaşımı şeritlerin fotoğraf görüntüsü.

Üretilen şeritlerin kimyasal kompozisyonlarının belirlenmesi için soğuk katılaştırma işlemine şeritler kesitlerinden yataklanmış, şeritlerin kesit yüzeyleri parlatılıp dağlandıktan sonra en az üç farklı nokta seçilerek EDS spektrumları alınmıştır. Şekil 3’te CAM4 Örnek olarak göstermek açısından sadece numunesine ait EDS analiz sonucu verilmiştir. EDS analizleri sonucunda elde edilen değerler Çizelge 2’de sunulmuştur. Yine aynı çizelgede, karşılaştırma yapmak amacıyla, CuAlMn alaşımının ergitme öncesi element oranları verilmiştir. Görüleceği üzere, ergitme öncesi element ağırlık oranları ile ergitme sonrası EDS analizinden elde edilen değerler arasında bir miktar

sapma meydana gelmiştir. Hemen hemen bütün ergitme işlemlerinde olabilen bu tür sapmalar çeşitli sebeplere dayanmaktadır. Ergitme sırasında cüruf oluşumu ile element kaybının olması esas neden olarak düşünülmektedir. Özellikle alaşım içerisinde Al elementinin bulunması ve bu elementin oksitlenmeye karşı duyarlı olması cüruf oluşumunu teşvik etmektedir.



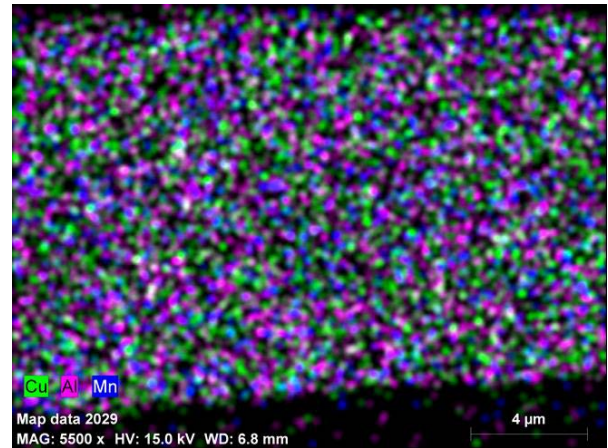
Şekil 3. CAM 4 numunesine ait EDS analizi sonuçları.

Çizelge 2. Üretilen şeritlerin SEM'de elde edilen EDS analiz sonuçları (*Parantez içindeki değerler ergitme öncesi element oranlarını göstermektedir).

Alaşım Kodu	Element oranları (%ağ.)		
	Cu	Al	Mn
CAM 1	87.47 (86)*	10.25 (13)	2.29 (1)
CAM 2	86.17 (85)	10.78 (13)	3.29 (2)
CAM 3	85.93 (84)	11 (13)	4.62 (3)
CAM 4	85.13 (83)	10.26 (13)	5.80 (4)

CAM 7	81.45 (80)	11.27 (13)	7.32 (7)
CAM 8	80.42 (79)	9.53 (13)	8.39 (8)
CAM 9	81.08 (78)	10.92 (13)	8.65 (9)
CAM 11	77.76 (76)	10.72 (13)	14.40 (11)
CAM 14	71.07 (73)	11.06 (13)	17.86 (14)

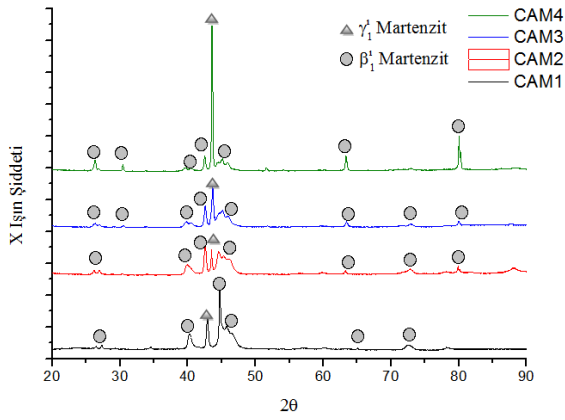
EDS element analizlerine ilaveten, üretilen şeritlerdeki elementel dağılımı tespit etmek amacıyla EDS mapping (haritalama) tekniği uygulanmıştır. CAM4 alaşımının EDS haritalama analizi Şekil 4'de sunulmuştur. Yapılan analizler sonucunda, CuAlMn alaşımının oluşturan elementlerin yapı içerisinde homojen bir şekilde dağıldığı gözlenmiştir. Bu durum beklenen bir sonuç olup, hızlı katılaştırma tekniklerinin başlıca avantajlarından biridir [6].



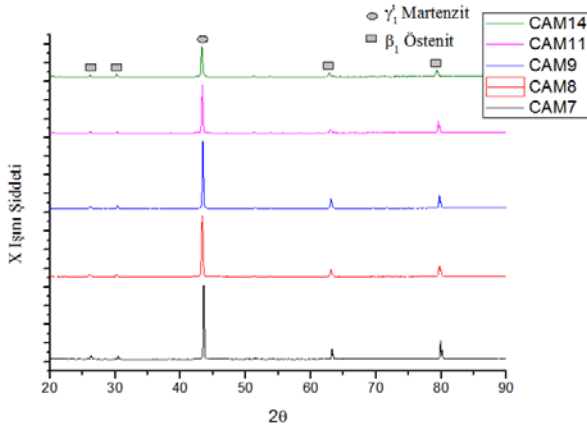
Şekil 4. CAM 4 alaşımının EDS mapping analizi sonucu.

Yüksek sıcaklıklarda CuAlMn alaşımları düzensiz β fazına sahiptir. $\beta(A2)$, $\beta2(B2)$ ve $\beta1(DO3(L21))$ yapıları β -fazında gözlenebilecek yapılardır. Yüksek sıcaklıklarda A2 yapısı görülmekle birlikte, soğutma işlemi ile kısa mesafeli düzenli dönüşüme uğrayarak B2 süper örgülü yapıyı meydana getirmektedir. B2 yapısı için olası süper örgülü yapılar DO3 veya L21 tipi süper örgülü yapılardır. Bunlara ilaveten hızlı soğutmayla birlikte CuAlMn esaslı alaşımlarda sabit Al ve değişen Mn içeriğine bağlı olarak iki farklı martenzitik yapı oluşur. Bunlar β_1' (18R) ve γ_1' (2H)'dir. Düşük mangan içeriği için DO3(Cu3Al) anafazına bağlı olarak β_1' (18R) martenzit baskındır. Yüksek mangan oranları için ise L21(Cu2AlMn) anafazına bağlı olarak γ_1' (2H) martenzit gözlenir. γ_1' kaba plakalar şeklinde iken, β_1' zigzag martenzitik yapılar şeklinde görülür [7].

Bu çalışmada, X-ışınımı kırınımı metodu kullanılarak hızlı katılaştırılarak üretilen CAM1, CAM 2, CAM 3, CAM 4, CAM 7, CAM 8, CAM 9, CAM 11 ve CAM 14 alaşımlarının fazları belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar Şekil 5 ve Şekil 6'da sunulmuştur. Düşük miktarda mangan elementi içeren CAM 1-4 alaşımları için β_1' ana fazı oluşturmaktadır. Bu faz aynı zamanda bu alaşımların iki yönlü şekil bellek özelliğini sağlamaktadır. %4'den fazla miktarda Mn içeren alaşımlarda ise mikroyapısal farklılıklar bulunmaktadır. Gerek β_1' ve gerekse γ_1' martenzit fazları olmakla birlikte morfolojik olarak aralarında farklılıklar mevcuttur. Öte yandan, yapılan analizler neticesinde, yüksek manganlı CAM 7-14 alaşımlarda γ_1' martenzitin yanısıra martenzite dönüşmeden kalan β_1 östenit fazının da oluştuğu tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlar literatür ile uyumludur [4, 8-16]



Şekil 5. CAM1, CAM2, CAM3 ve CAM4 alaşımlarının XRD analizi sonuçları.



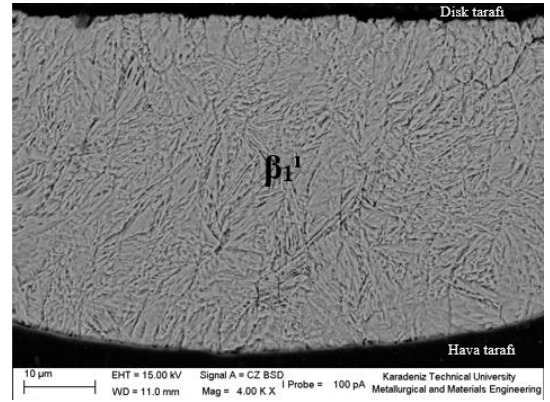
Şekil 6. CAM7, CAM8, CAM9, CAM11 ve CAM14 alaşımlarının XRD analizi sonuçları.

XRD analizlerinde yapıda tespit edilen fazların görüntüsel olarak ortaya konması amacıyla SEM'de mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen mikrofotografılar Şekil 7-15' de verilmiştir. Üretilen şeritlerin bazılarında eşeksensli bazılarında ise çubuk benzeri taneler gözlenmiştir. Literatürde, melt spinning yöntemi kullanılarak üretilen CuAlMn esaslı alaşımlar için detaylı bir mikroyapısal analiz

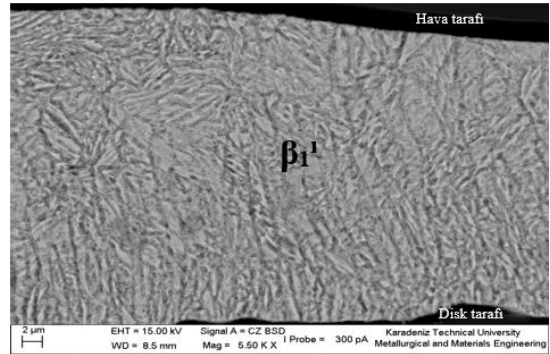
bulunmamaktadır. Bununla birlikte, Do Bang vd. yaptıkları bir çalışmada Cu_2MnAl kompozisyonunda bir alaşımı melt spinning yöntemiyle hızlı katılaştırarak şerit şeklinde üretmişlerdir. Elde edilen şeritin mikroyapısını incelediklerinde tane yapısının çubuksu olduğunu bildirmişlerdir [10].

SEM incelemeleri, melt spinning diski ile temas halinde katılaştıran şeridin disk tarafı ile hava tarafındaki mikroyapının farklı olduğunu ortaya koymuştur. Hava tarafından disk tarafına doğru tane yapısının belirgin şekilde incelendiği gözlenmiştir. Öztürk vd. yaptıkları bir çalışmada Cu-Sn alaşımını su jeti soğutmalı döner disk atomizasyonu yöntemiyle hızlı katılaştırarak şerit şeklinde üretmiş ve benzer sonuçlar elde etmişlerdir. Bunun sebebi olarak ise sıvı alaşımın soğuk disk ile temas ettiğinde ısının disk ile şerit arasında hızla dağılması ve bunun sonucu olarak da çok ince taneli yapıların elde edildiğini bildirmişlerdir [17].

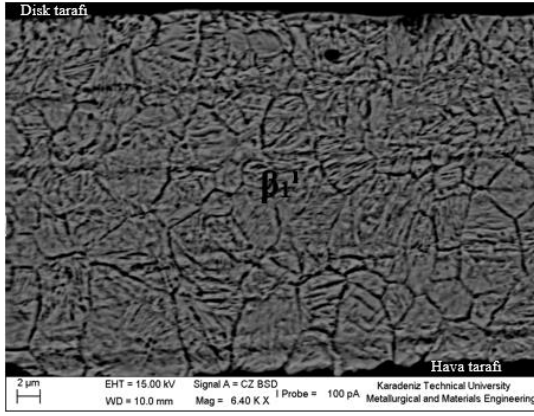
XRD analizleri yardımıyla tespit edilen fazlar literatürde yapılan çalışmalar esas alınarak SEM fotoğrafları üzerinde gösterilmiştir. Martenzit yapılar farklı tanelerde farklı yönelimlere sahiptirler. CAM 1-4 alaşımları tamamen martenzitten fazından meydana gelmiştir. Benzer sonuçlar Mallik ve diğerlerinin döküm tekniğiyle ve sonrasında hızlı soğutarak ürettikleri CuAlMn alaşımlarında da gözlenmiştir [12, 13]. Diğer alaşımlarda mikroyapının tamamen martenzitten oluşmadığı ve yapıda hızlı katılaştırma sonucu dönüşmeden kalan östenit fazı da gözlenmiştir. Kalıntı östenitin varlığı diğer araştırmacılar tarafından da bildirilmiştir [9, 15].



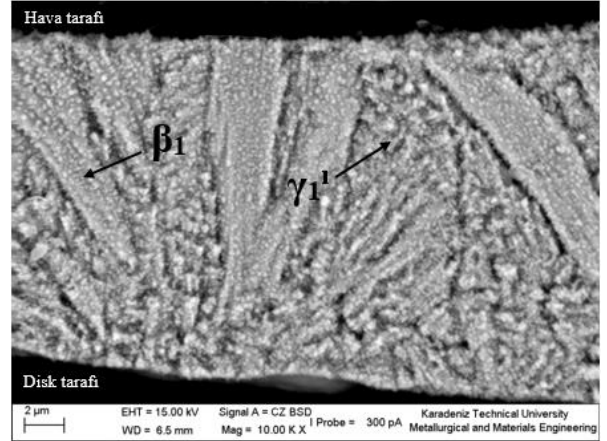
Şekil 7. CAM 1 alaşımı şeritinin kesitinden SEM'de elde edilen mikroyapı görüntüsü.



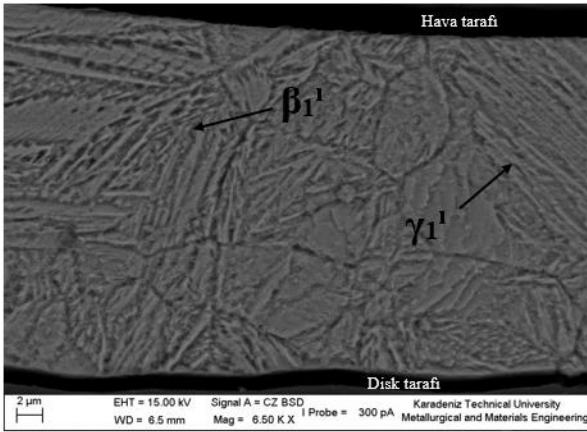
Şekil 8. CAM 2 alaşımı şeritinin kesitinden SEM'de elde edilen mikroyapı görüntüsü.



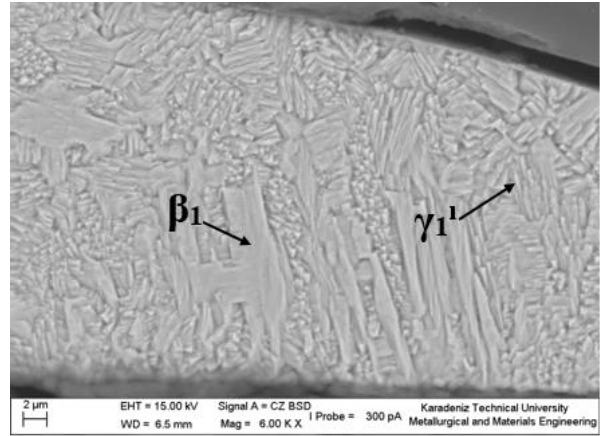
Şekil 9. CAM 3 alaşımı şeritinin kesitinden SEM'de elde edilen mikroyapı görüntüsü.



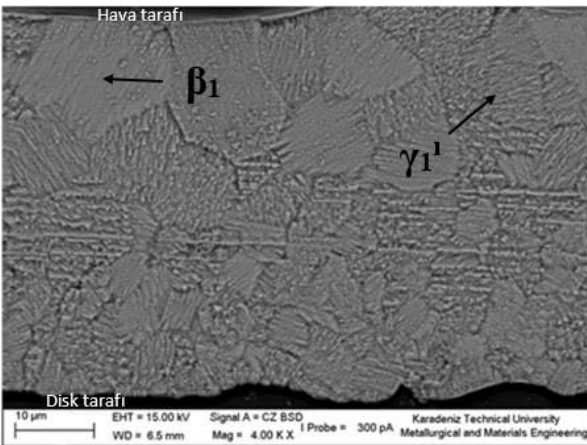
Şekil 12. CAM 8 alaşımı şeritinin kesitinden SEM'de elde edilen mikroyapı görüntüsü.



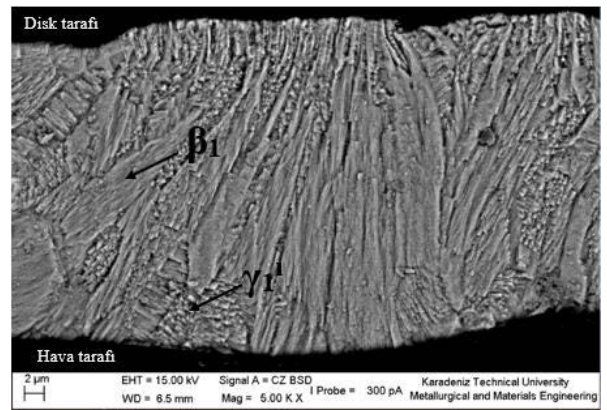
Şekil 10. CAM 4 alaşımı şeritinin kesitinden SEM'de elde edilen mikroyapı görüntüsü.



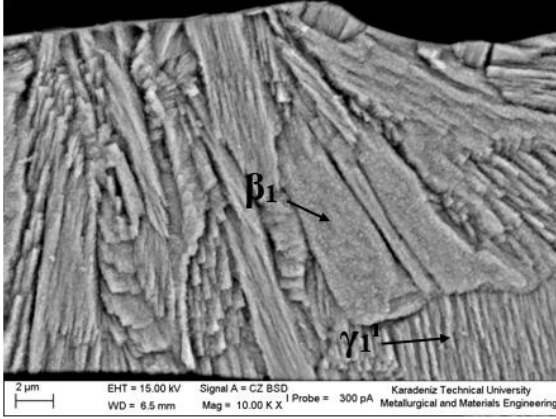
Şekil 13. CAM 9 alaşımı şeritinin kesitinden SEM'de elde edilen mikroyapı görüntüsü.



Şekil 11. CAM 7 alaşımı şeritinin kesitinden SEM'de elde edilen mikroyapı görüntüsü.



Şekil 14. CAM 11 alaşımı şeritinin kesitinden SEM'de elde edilen mikroyapı görüntüsü.



Şekil 15. CAM 14 alaşımı şeritinin kesitinden SEM'de elde edilen mikroyapı görüntüsü.

4. Sonuçlar

1. Melt spinning ünitesi kullanılarak üretilen CuAlMn esaslı şeritlerin boyutlarının üretim parametrelerine bağlı olarak yaklaşık olarak 250–300 mm uzunluğunda, 20–40 μm kalınlığında ve 2-5 mm genişliğinde olduğu tespit edilmiştir.
2. Yapılan EDS analizleri sonuçlarından ergitme öncesi element ağırlık oranları ile ergitme sonrası belirlenen değerler arasında bir miktar farklılık olduğu gözlenmiştir.
3. EDS haritalama analizleriyle üretilen şeritlerde elementel dağılımın homojen olduğu saptanmıştır.
4. Ağırlıkça % 4 ve altı oranda Mn miktarına sahip alaşımların XRD analizlerinden anafazın β_1^I martenzitten oluştuğu tespit edilirken, % 7 ve üzeri oranlarda Mn'içeren alaşımlarda anafazın γ_1^I olduğu gözlenmiştir. Bununla birlikte, yüksek manganlı alaşımlarda martenzit fazının yanısıra martenzite dönüşmeden kalan östenitin varlığı XRD analizleriyle ortaya konmuştur.
5. SEM analizleri üzerinden mikroyapının çubuksu ve eşeksensiz tanelerden oluştuğu tespit edilmiştir. Ayrıca, üretilen şeritlerin tane boyutunun disk tarafından hava tarafına ilerledikçe kabalaştığı belirlenmiştir.

Kaynaklar

- [1] A. Akdoğan and K. Nurveren, "Şekil Hafızalı Alaşımlar," *Mühendis ve Makine Dergisi*, Ankara, 2003.
- [2] A. A. Goledtaneh, "Shape-memory phenomena," *Physics Today*, vol. 37, pp. 62-78, 1984.
- [3] P. Thamburaja and N. Nikabdullah, "A macroscopic constitutive model for shape-memory alloys: theory and finite-element simulations," *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 198, pp. 1074-1086, 2009.
- [4] S. Ergen, O. Uzun, F. Yılmaz, and M. F. Kiliçaslan, "Shape memory properties and microstructural evolution of rapidly solidified

- [5] CuAlBe alloys," *Materials Characterization*, vol. 80, pp. 92-97, 2013.
- [6] M. Prado, F. Lovey, and L. Civale, "Magnetic properties of Cu–Mn–Al alloys with shape memory effect," *Acta materialia*, vol. 46, pp. 137-147, 1998.
- [7] H. Jones, "Rapid solidification of metals and alloys," *The Institution of Metallurgists*, ix+ 83, A 5, illustrated, 1982.
- [8] R. Kainuma, S. Takahashi, and K. Ishida, "Thermoelastic martensite and shape memory effect in ductile Cu–Al–Mn alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27, pp. 2187-2195, 1996.
- [9] C. Aksu Canbay, "Bakır Bazlı Şekil Hatırlamalı Alaşım Üretimi ve Alaşımların Yapısal, Termal ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi, Fırat Üniversitesi," *Fen Bilimleri Enstitüsü*, 2010.
- [10] E. Aldirmaz, M. Guler, and E. Guler, "Investigation of Magnetic Properties of Phase Transformations in Copper-Based Alloys," *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, vol. 30, pp. 1257-1261, 2017.
- [11] D. Bang, N. H. Dan, and L. T. Hung, "Effect of microstructure on magnetism and transport properties of Cu–Mn–Al granular ribbons," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 41, p. 155006, 2008.
- [12] J. Dutkiewicz, J. Morgiel, T. Czeppe, and E. Cesari, "Martensitic transformation in CuAlMn and CuAlNi melt spun ribbons," *Le Journal de Physique IV*, vol. 7, pp. C5-167-C5-172, 1997.
- [13] U. Mallik and V. Sampath, "Effect of alloying on microstructure and shape memory characteristics of Cu–Al–Mn shape memory alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 481, pp. 680-683, 2008.
- [14] U. Mallik and V. Sampath, "Influence of aluminum and manganese concentration on the shape memory characteristics of Cu–Al–Mn shape memory alloys," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 459, pp. 142-147, 2008.
- [15] C. A. Canbay, Z. Karagoz, and F. Yakuphanoglu, "Controlling of Transformation Temperatures of Cu–Al–Mn Shape Memory Alloys by Chemical Composition," *Acta Physica Polonica A*, vol. 125, p. 1163, 2014.
- [16] M. Şaşmaz, A. Bayri, and Y. Aydoğdu, "The magnetic behavior and physical characterization of Cu–Mn–Al ferromagnetic shape memory alloy," *Journal of superconductivity and novel magnetism*, vol. 24, pp. 757-762, 2011.
- [17] C. A. Canbay and A. Keskin, "Effects of vanadium and cadmium on transformation temperatures of Cu–Al–Mn shape memory alloy," *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 118, pp. 1407-1412, 2014.
- [18] S. Öztürk, B. Öztürk, F. Erdemir, and G. Usta, "Production of rapidly solidified Cu–Sn ribbons by water jet cooled rotating disc method," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 211, pp. 1817-1823, 2011.

FORMATION OF DUBLEX COATINGS ON Ti6Al4V ALLOY WITH ELECTROSPARK DEPOSITION AND MICROARC OXIDATION METHODS

ELEKTRO-SPARK BİRİKTİRME VE MİKRO-ARK OKSİDASYON YÖNTEMLERİ İLE Ti6Al4V ALAŞIMI ÜZERİNDE DUBLEKS KATMANLARIN GELİŞTİRİLMESİ

Kemal Korkmaz

Gebze Teknik Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, 41400, Gebze, Türkiye
korkmazk@gtu.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, Ti6Al4V alaşımı üzerinde çift katmanlı (dubleks) bir kaplama geliştirmek için ilk önce elektro-spark (ESD) yöntemi ile Al biriktirilmiş ve daha sonra uygun bir elektrolit içinde mikro-ark oksidasyon (MAO) prosesi uygulanmıştır. İki kaplama prosesinin ardışık olarak uygulanması ile numuneler üzerinde yaklaşık 90 µm kalınlığında çift tabakalı, seramik esaslı ve oldukça sert bir kaplama elde edilmiştir. Elde edilen kaplamaların karakterizasyonu için XRD analizleri gerçekleştirilmiş ve bu çift katmanlı kaplamada çok sert bir faz olan α -Al₂O₃ (Corundum) fazının yanında Al₂TiO₅ ve TiO₂ (Rutile) fazlarının da oluştuğu gözlemlenmiştir. Doubleks kaplı numunenin yan-kesit optik mikroskop incelemelerinin yanında mikro-sertlik ölçümleri de yapılmıştır. Altlık malzeme Ti6Al4V'nin sertlik değeri 285 HV iken kaplama proseslerinden sonra ESD tabakada sertliğin 585 HV'ye ve ESD+MAO tabakada ise 820 HV'ye ulaşıldığı tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Kaplama, Elektro-spark Biriktirme, Mikro-ark oksidasyon, Titanyum.

Abstract

In this study, to develop a coating with duplex layer, firstly Al was deposited on the Ti6Al4V alloy by electro-spark (ESD) method and then the micro-arc oxidation (MAO) process was applied in a suitable electrolyte. A duplex layered, ceramic-based and very hard coating with a thickness of about 90 µm was obtained on the samples by the successive application of the two coating processes. XRD analyzes were carried out for the characterization of the obtained coatings and it was observed that the α -Al₂O₃ (Corundum) phase, which was a very hard phase in this double layer coating, was formed along with Al₂TiO₅ and TiO₂ (Rutile) phases. As well as the cross-sectional optical microscope examinations, the micro-hardness measurements of the duplex coated sample were performed. While the hardness value of the Ti6Al4V substrate material was 285 HV, it was found that hardness value in the ESD layer reached 585 HV and in the ESD + MAO layer it reached 820 HV after the coating processes.

Keywords: Coating, Electro-spark Deposition, Micro-arc Oxidation, Titanium.

1. Giriş

Malzemelere duyulan ihtiyacın ve kullanım alanlarının sayısında meydana gelen hızlı artış, daha fazla çeşitte ve sayıda malzeme üretilmesini ve malzemelerin değişik modifikasyonlarla farklı alanlardaki farklı amaçlar için kullanımının sağlanmasını zorunlu kılmıştır. Söz konusu modifikasyon yöntemlerinin en önemlilerinden biri de kaplamalardır. Kaplamalar, malzemenin yüzeyi üzerinde birtakım modifikasyonlar yaparak malzemeyi istenen son amaç için mümkün olan en uygun hale getirmeye imkan sağlamaktadırlar.

Yüksek akımlı ve kısa süreli darbelerin (pulse) kullanıldığı elektro-spark biriktirme (ESD) yöntemi ve uygun bir elektrolit içinde yüksek gerilimlerden faydalanılan mikro-ark oksidasyon (MAO) yöntemi yüzey işlem teknikleri olarak karşımıza çıkmaktadır. ESD yönteminde kaplanacak olan malzeme (anot) ve bu malzemenin, yüzeyinde birikeceği ana malzeme (katot) arasında belli bir frekansla kısa süreli yüksek elektrik akımları (pulse) ile spark oluşmakta ve bu sparkın etkisiyle anot malzemesi katot yüzey üzerine transfer olarak kuvvetli bir şekilde tutunmaktadır [1-3].

MAO yönteminde ise bir çözelti içerisinde bulunan malzeme yüzeyi üzerinde, çözeltiye çok yüksek voltaj uygulanarak mikro arklar oluşturulması sonucu seramik esaslı bir oksit tabaka elde edilir. Bu kaplamalar da kaplama tabakası altlık katmanı ile kuvvetli bağ yapar ve bunun sonucunda pürüzlü ama dirençli bir kaplama tabakasının oluşmasına imkan sağlar [4,5].

Bu çalışmada Ti6Al4V üzerine ilk önce ESD yöntemi ile Al kaplanmış, ardından uygun bir çözelti içerisinde MAO prosesi uygulanmıştır. Bu iki proses ardışık olarak uygulanarak çift katmanlı (dubleks) bir kaplama tabakası oluşturulması sağlanmıştır. Her iki yöntemin kendine has özelliklerini birleştirerek titanyum alaşımı yüzeyinde çift katmanlı üstün özelliklere sahip kaplama tabakaları gerçekleştirilmeye çalışılmıştır. Elde edilen bu kaplamaların özelliklerini karakterize etmek amacıyla mevcut kaplanmış ve kaplanmamış numunelere bir seri testler uygulanmıştır.

2. Deneysel Prosedür

20 mm çaplı silindirik Ti6Al4V alaşım bir çubuk, su jeti yardımıyla 10 mm kalınlıklarına sahip pullar şeklinde kesilmiştir. Numunelerin yüzeyindeki pürüzler ve mevcut kusurlar 180, 500 ve 800'lük SiC zımpara kağıtlar ile giderilmiş ve daha sonra numuneler kaplama deneyleri için yüzeyleri alkol ile temizlenerek hazır hale getirilmiştir. Kullanılan kaplama proseslerinin ve elde edilen kaplamaların mukayesesi açısından numunelerin bir kaçına sadece ESD, diğer bir kaçına da önce ESD sonra MAO ve geriye kalan diğer bir kaçına da sadece MAO işlemi uygulanmıştır. ESD uygulanan numunelere akım şiddeti 100 A ve darbe etki süresi 200 μ s olacak şekilde 2 paso (2 kez) kaplama yapılmıştır. Kaplama sistemi ve ekipmanı hakkında önceki çalışmalarda detaylı bilgi verilmiştir [3,6,7].

MAO işlemi numunelere 10 litrelik distile su içerisinde 20 g/l NaAlO₂ ve 2 g/l KOH ilave edilerek oluşturulan bir elektrolit içinde uygulanmıştır. ESD kaplamalı ve kaplamasız numuneler, 10 dakika işlem süresince sabit bir elektrik yükü, 100 μ F, değeri altında MAO prosesine tabi tutulmuştur. Proses esnasında her 1 dakikada bir elektrik akım yoğunluğu, anot voltajı ve katot voltajı değerleri ölçülerek belirlenmiştir. MAO kaplama sistemi ve ekipmanı hakkında daha detaylı bilgi önceki çalışmalarda mevcuttur [5,8].

Kaplama deneyleri sonrası numunelerin kaplama kalınlıkları Eddy akım ölçüm tekniği ile çalışan bir Fischer Dualscope MP40 cihazı yardımı ile ölçülmüştür. Yüzeylerden rasgele seçilen 10 farklı noktadan alınan ölçümlerin ortalaması ve standart sapması hesaplanmıştır. Yine aynı şekilde rasgele olarak kaplı numunelerin yüzey pürüzlülükleri 0,01 μ m hassasiyete sahip bir profilometre (SJ-400 Mitutoyo) ile ölçülerek ortalamaları alınmıştır.

Numunelerin faz analizleri ve mikro-yapı incelemeleri için X-ışını difraktometre (XRD, Rigaku DMAX 2200) cihazı kullanılmış olup numunelerin XRD patern ölçümleri dalga boyu (λ) 0.1541 nm olan Cu-K α radyasyonu içinde 20° - 90° aralığında ve 2° dak⁻¹ tarama hızında gerçekleştirilmiştir.

Kaplama tabakalarının yan-kesit incelemelerinde, bir optik mikroskoptan (Zeiss Axio Imager M1m) ve sertlik ölçümlerinde de bir mikro sertlik cihazından (Anton Paar MHT-10) faydalanılmıştır. Mikro sertlik analizlerinde 20 gr yük numune yan-kesiti üzerinde 10 saniye süresince uygulanmıştır.

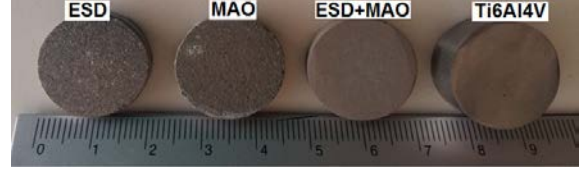
3. Bulgular ve Tartışma

Şekil 1 de kaplamasız Ti6Al4V altlık numune, sadece ESD, sadece MAO ve hem ESD hem MAO proses uygulanmış numuneler görülmektedir.

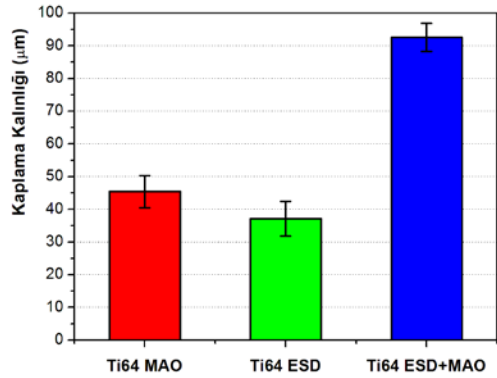
Şekil 2 de ise Ti6Al4V numuneler üzerinde sadece MAO, sadece ESD ve ardışık olarak hem ESD ve hem de MAO yöntemleri birlikte uygulanarak elde edilmiş kaplamaların ortalama kalınlıkları görülmektedir. Sadece ESD yöntemi ile kaplanmış olan numunede 39 μ m ve sadece MAO yöntemi ile kaplanmış numunede

ise 48 μ m kaplama kalınlığına ulaşılmıştır. ESD ve MAO yöntemlerinin ardışık olarak uygulanması sonucu kaplama kalınlığı 91 μ m ye kadar artmıştır.

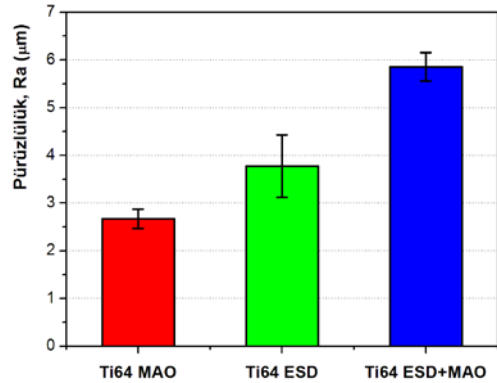
Görüldüğü üzere iki yöntemin birlikte uygulanması ile Ti6Al4V numunelerin dubleks kaplama kalınlığında belirgin bir artışın sağlanması mümkün olabilmektedir.



Şekil 1. Kaplanmış ve kaplamasız numuneler



Şekil 2. Sadece MAO, sadece ESD ve ESD+MAO yöntemleri birlikte ile kaplanmış olan Ti6Al4V numuneler üzerindeki ortalama kaplama kalınlıkları.



Şekil 3. Uygulanan kaplama yöntemlerinde yüzey pürüzlülüğünün değişimi.

Şekil 3 de ise MAO, ESD ve ESD+MAO yöntemleri ile kaplanmış olan Ti6Al4V metalinin ortalama pürüzlülük değerleri görülmektedir. MAO yöntemi ile kaplanmış olan Ti6Al4V numune 2,6 μ m ile en düşük pürüzlülük değerine sahip iken ESD yöntemi ile kaplanan numune de ise pürüzlülük 3,7 μ m'ye çıkmaktadır. ESD+MAO yöntemi ile kaplanan numune ise 5,8 μ m pürüzlülük değerine sahiptir. Geliştirilen dubleks kaplamada pürüzlülük değeri sıra dışı bir şekilde artmıştır.

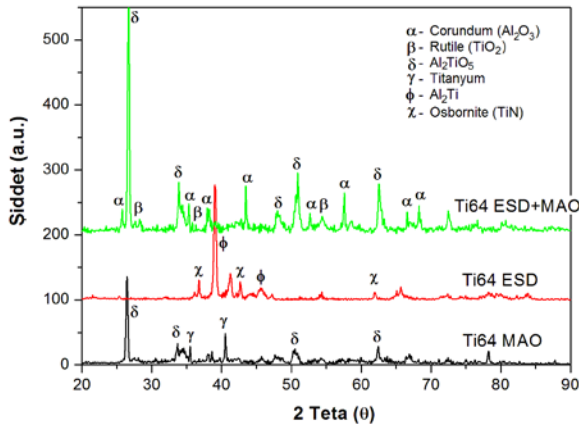
Numunelerin deneysel sonuçlarının mukayesesi açısından MAO prosesi esnasında uygulanan elektrik yükü 100 μ F olarak sabit tutulmuştur. Çizelge 1 de, 10

dakika MAO işlemleri uygulanan numunelerin akım yoğunluğu, katodik (V_K) ve anodik (V_A) voltaj değerlerinin ortalaması verilmektedir.

Çizelge 1. ESD ile kaplı ve kaplamasız Ti6Al4V numunelerin MAO prosesi esnasında ölçülen elektriksel değerlerin ortalamaları.

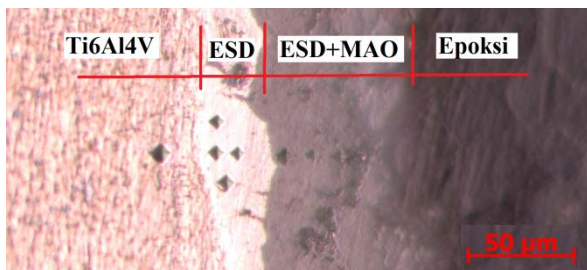
Ti64	Akım Yoğunluğu (A/mm ²)	V_K (V)	V_A (V)
MAO	7,48	188,18	517,27
ESD+MAO	7,20	191,82	541,82

Şekil 4 de MAO, ESD ve ESD+MAO yöntemleri ile kaplanmış olan 3 farklı numunenin XRD sonuçları görülmektedir. Bu sonuçlara göre sadece MAO yöntemi ile kaplanan Ti6Al4V altlık numunede Ti ve Al_2TiO_5 fazları, sadece ESD yöntemi ile kaplanmış olan numune de ise TiN (Osbornite) ve Al_2Ti fazları tespit edilmiştir. ESD+MAO kaplamada ise Al_2TiO_5 ve TiO_2 (Rutile) fazlarına ilaveten çok sert ve kararlı bir faz olan $\alpha-Al_2O_3$ (Corundum) fazı elde edilmiştir.



Şekil 4. Kaplama yapılan Ti6Al4V numunelerin yüzeylerinden elde edilen XRD grafikleri.

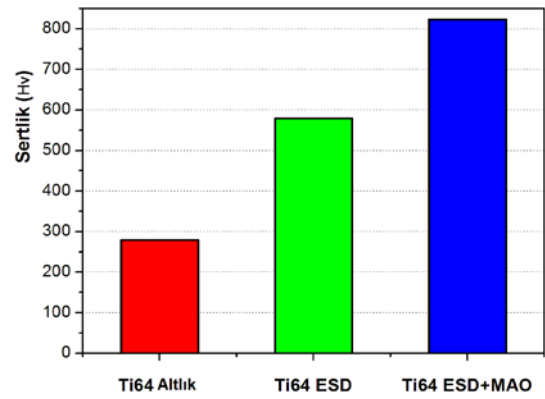
Kaplama tabakalarının, Vikers mikro-sertlik değerlerinin tespiti için oluşan sertlik izleri bir optik mikroskop yardımı ile incelenerek sertlik değerleri hesaplanmıştır. Şekil 5 de yüzeyinde dubleks katman oluşturulmuş bir Ti6Al4V numunenin sertlik izlerinin optik mikroskopta elde edilen görüntüsü verilmektedir.



Şekil 5. Ti6Al4V altlık üzerinde oluşturulan dubleks katmanın ve sertlik izlerinin optik mikroskoptaki görüntüsü

Yüzeyinde ESD ve MAO yöntemleri ile dubleks bir kaplama tabakası oluşturulmuş Ti6Al4V bir numunenin

birkaç bölgedeki yan-kesiti üzerindeki sertlik izlerinden ortalama olarak hesaplanmış sertlik değerleri Şekil 6 da verilmektedir. Ti6Al4V altlık metaline ait mikro-sertlik değeri ortalama 285 HV olarak tespit edilmiştir. ESD yöntemi ile kapladığımız tabakada ortalama sertlik değeri 585 HV'ye ulaşılırken, ilaveten uygulanan MAO yöntemi oluşan en dış tabakada ise ortalama sertlik değeri ilk tabakada yaklaşık 2, ikinci kaplama tabakasında yaklaşık 3 kat artmıştır. Bu artışlara iki kaplama tabakasında tespit ettiğimiz TiN (Osbornite) ve $\alpha-Al_2O_3$ (Corundum) gibi çok sert fazların mikro-yapıda bulunmasının bir etkisinin olduğu aşikardır.



Şekil 6. Yüzeyinde dubleks katman elde edilmiş bir Ti6Al4V numunenin yan-kesit üzerinden altlık ve kaplama yapıldıktan sonra an Ti6Al4V numuneleri için elde edilen sertlik değerleri.

4. Sonuçlar

Bu çalışmada ESD ve MAO kaplama yöntemleri ardışık olarak tatbik edilerek Ti6Al4V altlık üzerine bir çift katmanlı seramik esaslı bir kaplama tabakası elde edilmiş olup bu dubleks kaplamanın karakteristik özellikleri üzerine yapılan araştırmalar sonucu elde edilen önemli çıktılar aşağıdaki gibi sıralanmıştır;

- ESD ve MAO yöntemlerinin ardışık olarak uygulanması sonucu Ti6Al4V üzerinde yaklaşık 90 µm kalınlığında bir dubleks katmanın elde edilebilmesi mümkün olmuştur.
- Dubleks kaplamada TiN (Osbornite) ve $\alpha-Al_2O_3$ (Corundum) gibi oldukça çok sert fazların mikroyapıda mevcudiyeti tespit edilmiştir. Bu fazların kaplamanın mikro-sertlik değerlerinde önemli derecede bir artışa olanak kıldığı anlaşılmıştır. Öyleki, yüzeyinde dubleks katman oluşturulmuş Ti6Al4V numunenin sertlik değeri ESD ile kaplanmış ilk katmanda 2 katına ve MAO ile kaplanmış ikinci katmanda yaklaşık 3 katına kadar yükseltilmiştir.

Teşekkür

Bu çalışmada kullanılan deneysel malzemeler Gebze Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Kurumu tarafından desteklenen BAP A-19 Projesi kapsamında tedarik edilmiştir.

Kaynaklar

- [1]R.N. Johnson and G.L. Sheldon, Advances in the electrospark deposition coating process, *Journal of Vacuum Science and Technology A*, Vol. 4, p. 2740-2748. 1986.
- [2]K. Korkmaz, Investigation and characterization of electrospark deposited chromium carbide-based coating on the steel, *Surface and Coatings Technology*, 272, p. 1-7, 2015.
- [3] K. Korkmaz and H.I. Bakan, Process and properties of $TiC_{0.7}N_{0.3}$ -based cermet coating deposition on steel by electrospark deposition technique, *Kovove Material*, 48, p. 153-158, 2010.
- [4]A. L. Yerokhin, X. Nie, A. Leyland, A. Matthews, S. J. Dowey, Plasma electrolysis for surface engineering (Review), *Surface and Coatings Technology*, 122, p. 73-93, 1999.
- [5]S. Durdu, S. L. Aktuđ, K. Korkmaz, Characterization and mechanical properties of the duplex coatings produced on steel by electro-spark deposition and micro-arc oxidation, *Surface and Coatings Technology*, 236, p. 303-308, 2013.
- [6]A.V. Ribalko, K. Korkmaz, O. Sahin, Intensification of the anodic erosion in electrospark alloying by the employment of pulse group, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 202, 15, p. 3591-3599, 2008
- [7]K. Korkmaz, A.V. Ribalko, O. Sahin, The effect of mass transfer between electrodes in the electrospark alloying process of titanium alloys with hard materials, *Kovove Materialy-Metallic Materials*, Vol. 51, 5, p. 283-289. 2013.
- [8]K. Korkmaz, The effect of Micro-arc Oxidation treatment on the microstructure and properties of open cell Ti6Al4V alloy foams, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 272, p. 72-78, 2015.

MAGNETIC FLUX PROFILE OF B(Pb)SCCO SUPERCONDUCTOR

B(Pb)SCCO SÜPERİLETKENİNİN MANYETİK AKI PROFİLİ

İbrahim Karaca^a, Şahin Ünlüer^b, Nihat Şimşek^c

^a Physic department, Niğde Ömer Halisdemir University 51240, Niğde, Turkey, E-mail: i.karaca@ohu.edu.tr

^b Bor Vocational School, Niğde Ömer Halisdemir University, 51240 Niğde, Turkey, E-mail: sunluer@ohu.edu.tr

^c Yıldırım Beyazıt Anatolian High School, Kırıkkale, Turkey, E-mail: n.simsekr@gmail.com

Özet

B(Pb)SCCO yüksek sıcaklık süperiletkeni (HTS) manyetik levitasyon ölçümleri ile araştırılmıştır. Manyetik alanların Yüksek-Tc süperiletkenlere nüfuz etmesi birçok teorik modelle tanımlanmaktadır. Bunlardan biri olan Bean modeli, sürekli olarak değişen bir manyetik alan altında bir histeretik mıknatıslanma sağlar. Akı penetrasyonunun profili, B(Pb)SCCO Yüksek-Tc Süperiletkenlerinin histeretik manyetik kaldırma akı profili çalışıldı.

Anahtar kelimeler:B(Pb)SCO; Manyetik akı; Bean kritik-durum modeli; Dilim geometrisi.

Abstract

B(Pb)SCCO high-temperature superconductor (HTS) has been investigated by magnetic levitation measurements. The penetration of magnetic fields into High-Tc superconductors is described by many theoretical models. One of them is Bean, a critical-state model which provides a hysteretic magnetization in a temporally varying magnetic field. The profile of the flux penetration was carried out for the hysteretic magnetic levitation flux profile of the B(Pb)SCCO High-Tc Superconductors.

Keywords:B(Pb)SCO; Magnetic flux; Bean critical-state model; Slab geometry.

1. Giriş

II. Tip süperiletkende akı sabitleme merkezlerinin oluşması durumunda, nüfuz eden akının dağılımı düzensiz ve numunenin manyetik geçmişine bağlıdır. Bu davranışı tanımlamak için, Bean 1962'de yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin manyetik özellikleri araştırmalarında yoğun bir şekilde uygulanan kritik durum modelini (Critical State Model) geliştirdi. Bu modelde paralel bir manyetik alan altında, uzun dikdörtgen dilim (slab) geometrisine sahip süperiletkenlerin kritik durum mıknatıslanması analitik olarak hesaplanması açıklanmaktadır. Burada, Amper kanununa göre düzgün olmayan akı dağılımına bağlı yerel akım yoğunluğunun, *sabit bir akım yoğunluğu* büyüklüğünde olduğu varsayılmaktadır. Bean süperiletkenleri, akım yoğunluğunun iki olası makroskobik durumu için inceledi [1]. Birinci durum, akım yoğunluğunun sıfır olması halidir ($J=0$). İkinci durum ise akım yoğunluğunun maksimum değerinde yani $\pm J_k$

olması halidir. İkinci durumdaki akım, **kritik akım yoğunluğu** ($\pm J_k$) olarak adlandırılır. Bu durumda yani maksimum kritik akım yoğunluğu halinde, kritik akım malzemenin her yerinde akar veya dolanır, bu haldeki malzeme **kritik durum** içerisinde dir denir.

Bu çalışmada B(Pb)SCCO süperiletkenlerinin manyetik kuvvet-uzaklık değişiminden elde edilen tersinmez davranışı Bean kritik hal modeline göre incelenmiştir.

2. Temel Bilgiler

Bugüne kadar en sık kullanılan Kim, Hempstead ve Strnad [2] tarafından tanımlanmış B-bağımlı kritik-durum fonksiyonları

$$J_k = \frac{J_{k0}}{1+B/B_0} \quad (1)$$

Ayrıca Fitz ve arkadaşları [3] tarafından B-bağımlı kritik-durum fonksiyonları

$$J_k = J_{k0} e^{-B/B_0} \quad (2)$$

olarak tanımlanmış ve burada J_{k0} ve B_0 pozitif parametrelerdir.

Bean modelinin basit ve yaygın olarak kullanılan ΔM ile orantılı olan akım yoğunluğu J_k 'nin bir tanımlaması;

$$J_k = \frac{\Delta M}{d} \quad (3)$$

ile verilir. Burada d , numune büyüklüğünün ve geometrisinin uzunluk boyutundaki bir karakteristiğidir. Bu yöntem kendi içinde tutarlı değildir ve hatalar kaçınılmazdır. Bu tutarsızlık pek çok araştırmacı tarafından incelenmiştir [4,5] ve numune gerçekte Eşitlik 1 ve 2'ye uysa bile yanıltıcı sonuçlar vermektedir.

Manyetizasyon verilerinden, tersinmez davranışın ölçüm sonuçları, bir süperiletken numunedeki J 'yi ve B 'ye bağımlılığını belirlemek için standart bir yöntem haline gelmiştir. Manyetizasyon çevrimlerinde düşey ΔM değerlerinden doğrudan J_k 'nin belirlenmesi anlamsızdır. Bu manyetizasyonun, akım yoğunluğunun bir fonksiyonu olamamasından kaynaklanmaktadır [6]. Bir dış manyetik alan uygulanması durumunda II. Tip süperiletkenin özelliklerini tanımlamak için manyetik indüksiyon B , çalışma sıcaklığı T ve kritik akım yoğunluğu J_k belirlenmelidir. Bu özellikleri araştırmak için iki farklı manyetik alan uygulaması ile süperiletken malzeme düşük sıcaklıklara doğru soğutma işlemi

uygulanır. Birincisi alansız soğutma (Zero FieldCooling, ZFC), malzeme işlemin başlangıcında hiçbir dış manyetik alanın bulunmadığı durumda soğutularak süperiletken hale geçmesi sağlanır ve bundan sonra dış manyetik alan uygulanır. İkincisi ise alan altında soğutma (FieldCooling, FC), malzeme işlemin başlangıcında dış manyetik alan etkisinde soğutulmuş süperiletken hale geçmesi sağlanır. Bu iki farklı durumda manyetik akının malzemeye etkisi farklı olur. Bu durum şekil 1 ve 2'de şematik olarak gösterilmektedir. Süperiletkenlik anlayışımızı geliştirmede manyetizasyon ölçümleri çok önemli rol oynamaktadır. Düşük sıcaklık süperiletkenleri genellikle monolitik (tek taneli) yapıya sahip olduğundan, bunların analizi daha kolaydır. Taneli yapıya sahip (poli kristal) olan süperiletkenlerde malzemenin manyetik davranışına hem tane içinde J_{kg} (intragrain), hem de taneler arasında J_{km} (intergrain) dolaşan akımın etkisi söz konusudur. Taneler arası kritik akım J_{km} 'deki m özündü "matrix"ten gelmektedir. Genellikle $J_{kg} \gg J_{km}$ 'dir. Taneli yapıyı analiz etmek zordur. Dolayısıyla öncelikle monolitik yapı için Bean modelini incelemekte fayda vardır.

3.Bean (Kritik Hal) Modeli ve Manyetizasyon

II.Tip süperiletkenlerde, kritik akımın sabit olduğu ilk kritik hal modelini Bean[1] önermiştir. Bean kritik hal modeli tersinmez (irreversible) ikinci tip süperiletkenlerin, girdap haldeki elektromanyetik davranışını tanımlar.Bean modelinde malzemenin incelenmesi için dilim (slab) veya silindir geometriye sahip olması öngörülür. Dilim malzeme, sonsuz genişlikte kalınlığı $2X$ olan bir geometriye sahip yapıdır. Silindir malzeme ise sonsuz uzunlukta, R yarıçaplı yapı olarak kabul edilmektedir. Dış manyetik alan dilim geometrideki malzemenin yüzeyine (silindirin eksenine) paralel olarak uygulanmaktadır. Bean modelinde Meissner etkisinden doğan etki ihmal edilmektedir. Malzemeye giren akı yoğunluğunun eğimi, Maxwell denkleminin $H_{k1}=0$ alınarak ($H_a=H_s$) kritik akım yoğunluğunu (J_k) verecektir[1]:

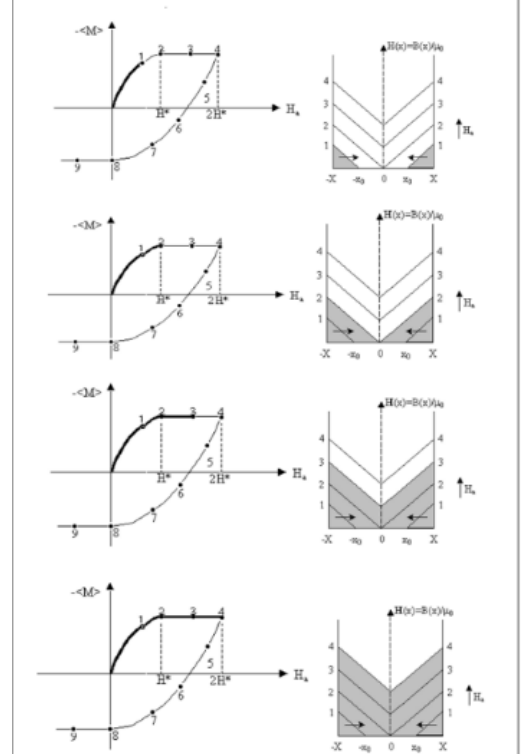
$$\nabla \times H = J_k \quad (4)$$

$$\frac{dH}{dx} = \pm J_k = \pm \alpha_B \quad (5)$$

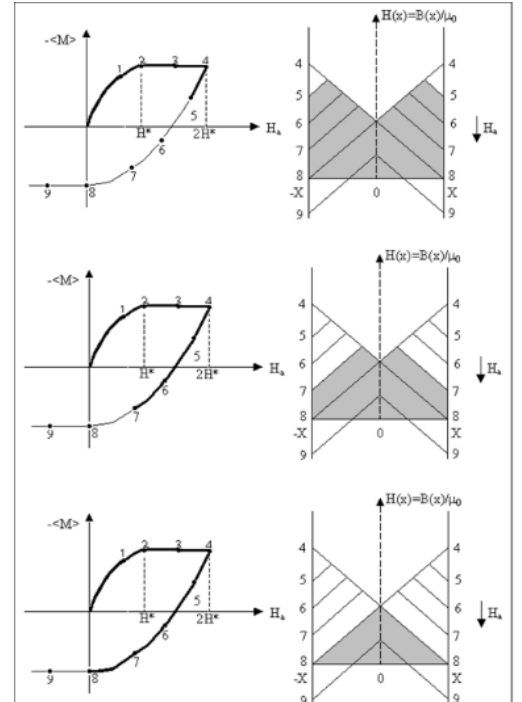
Şekil 1 ve 2'de Bean modeline göre dilim geometrisindeki bir malzemenin alansız soğutulmuş (ZFC) malzemeye alan uygulanmasıyla, alan değerinin $H_a=2H^*=H^{**}$ değerine kadar artırılmasına karşılık gelen manyetizasyon eğrisi görülmektedir. Bu modelde kritik akım yoğunluğu sabit ve uygulanan alandan bağımsız kabul edilir.Manyetik alanın malzemeye x_0 değerine kadar nüfuz ettiğini düşünürsek $H=J_k(X-x_0)$ olacaktır. Malzemenin tamamında akımın dolaşması için uygulanan en düşük alana, ilk tam girme alanı (firstfullpenetrationfield) adı verilir ve $H^* = J_k X$ ile ifade edilir. Bu, kritik akım yoğunluğunun yanı sıra malzeme boyutunun da bir fonksiyonudur. Bean modelinde, kritik akım yoğunluğu J_k hem AC hem de DC manyetizasyon ölçümlerinde elde edilebilir. DC ölçümlerinde, J_k histeresiz ilmeğinin genişliği ΔM ile orantılıdır ve SI birim sisteminde $J_k = \Delta M / X$ (A/m^2) ile verilir. AC ölçümlerinde, sanal bileşeni χ'' histeretik kayıplar ile orantılıdır ($\chi'' \propto W \propto H \Delta M$) ve χ'' 'nin analizinden J_k

hesaplanabilir.Kritik hal modeli II.Tip süperiletkenlerin manyetizasyonunu açıklamada oldukça başarılı olmuştur.

Dilim geometrisi için Bean Model'inin şematik gösterimi Şekil 1 ve 2'de gösterilmektedir.

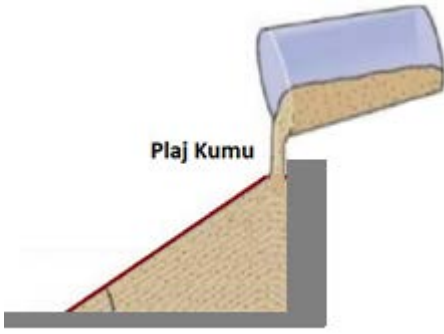


Şekil 1. Dilim geometrisi uygulanan alan ile akı değişiminin 1,2,3 ve 4 basaklarının gösterimi[7].



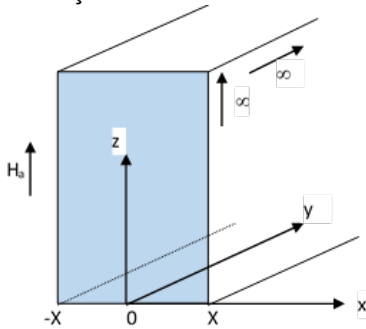
Şekil 2. Dilim geometrisi için uygulanan alanın $2H^*$ değerinden azaltılması ile akının manyetik alanla değişimi 5,6,7,8 ve 9 basamağı gösterimi[7].

Süperiletkenlerde akı nüfuzunun fiziksel süreci, basit bir anlatımla akı değişiminin daima $\mu_0 J_k$ 'ye eşit sabit bir değer olmasıdır. Malzemenin yüzeyinde uygulanan alan değişimleri ile başlayan akıdaki değişimler Bean modelinin esasını oluşturmaktadır[1, 8]. Bu model, II. Tip süperiletkenlerin manyetik özelliklerini hesaplamak için kullanılır. Diğer bir inceleme yöntemi ise tersinmez akının nüfuz sürecini açıklayan modeldir ve kum-yığını modeli (sand-pile analogy) olarak adlandırılmaktadır. Kenarlarına kum eklenmiş bir kum havuzunu inceleyelim(Şekil 3'de şematik çizim görülmektedir). Gevşek ve kuru kum, karakteristik bir açısı 35 derece civarında olan talus eğimi gibi bir eğime sahiptir. Kenarına kum eklenirken (harici uygulanan alanın artmasına benzer şekilde), kum ilerledikçe karakteristik eğimde değişir ve dengelenir. Kum, eğimin yüksek tarafından çıkarılırsa (harici uygulanan alanın azaltılması ile benzer şekilde), eğimin tersine yeni bir eğim oluşur ve gittikçe daha fazla kum çıkarıldıkça yavaş yavaş başlangıçtaki eğime evrilir.



Şekil 3 Plaj kumu için manyetik alan nüfuzunun şematik gösterimi.

Bean modelinde H_{k1} genellikle sıfır alınır. H_a uygulanan DC manyetik alandır. H^* , kritik akım yoğunluğu J_k 'nin ve aynı zamanda numunenin geometrisinin bir fonksiyonu olan ilk tam nüfuz alanıdır. $\langle M \rangle$ ise birim hacim başına manyetizasyon ifade eder ve $H_a \geq H^*$ için histerezis ilmeğinin yarı genişliğine ($\Delta M/2$) eşittir. Bean modeli kullanılarak elde edilen manyetizasyon eşitlikleri aşağıda çıkarılmıştır.



Şekil 4 Dilim geometrisinin şematik gösterimi

Dilim geometrisine sahip malzemeler için, Denk. (5) kullanılarak,

$$dH = \pm J_k dx = \pm \alpha_B dx \quad (6)$$

$$H_a - H(x) = \pm \alpha_B \int_{x_0}^x dx \quad (7)$$

elde edilir. Magnetik akı yoğunluğu

$$B = \mu_0 (H_a + M) \quad (8)$$

Buradan

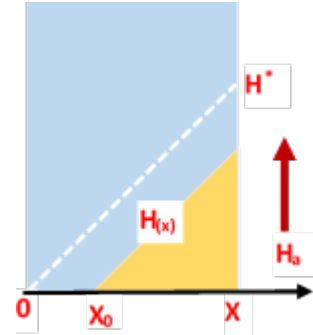
$$M = \frac{B}{\mu_0} - H_a \quad (9)$$

elde edilir. Numunenin boyutları üzerinden ortalaması alınmış manyetizasyon

$$\langle M \rangle = \frac{1}{X} \int H(x) dx - H_a \quad (10)$$

olur. Geometriye bağlı Manyetik alan uygulama aşamaları;

i. Manyetik alan artarken, $H_a \leq H^*$ durumu için, alanın x_0 değerine kadar nüfuz ettiğini düşünürsek



Şekil 5 Dilim geometrisinin manyetik alan değerinin $H_a < H^*$ için şematik gösterimi.

$$H(x) = H_a - \alpha_B (X - x_0) \quad (11)$$

elde edilir. (20) denkleminde yerine yazarsak

$$\langle M \rangle = \frac{1}{X} \int_{x_0}^X [H_a - \alpha_B (X - x_0)] dx - H_a \quad (12)$$

ve integral alınırsa

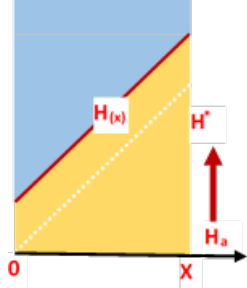
$$\langle M \rangle = -H_a \frac{x_0}{X} - \alpha_B \frac{X}{2} + \alpha_B x_0 - \frac{\alpha_B x_0^2}{2X} \quad (13)$$

elde edilir. Bu ifadeyi $H^* = \alpha_B X$ 'e böler x_0/X 'i uygulanan alan cinsinden ifade edersek, normalize edilmiş ortalama manyetizasyon

$$\langle M \rangle' = \frac{h_a^2}{2} - h_c \quad (14)$$

bulunur. Bu ifade, Şekil 11'de $M-H_a$ grafiğinde $0 \leq H_a \leq H^*$ aralığındaki 1 nolu eğriye karşılık gelmektedir. Burada $h_a = H_a/H^*$ şeklinde tanımlanmaktadır.

ii. $H_a \geq H^*$ durumunda



Şekil 6 Dilim geometrisinin manyetik alan değerinin $H_a > H^*$ için şematik gösterimi.

$$H(x) = H_a \alpha_B (X - x) \quad (15)$$

$$\langle M \rangle = \frac{1}{X} \int_0^x H(x) dx - H_a \quad (16)$$

olur ve benzer şekilde hesaplamalar ile

$$\langle M \rangle = -\frac{1}{2} \quad (17)$$

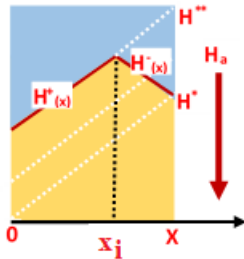
bulunur. Bu ifade, şekli 11'deki M- H_a grafiğinde $H^* \leq H_a$ bölgesinde 2 nolu eğriye karşılık gelmektedir. Alanı bu değerinden arttırmaya devam edersek hep $\langle M \rangle = -\frac{1}{2}$ değerini elde ederiz.

iii. Alanı $H_a \geq H^{**}$ değerinden azalttığımızı düşünelim. (+)ve(-) üst indisi akı yoğunluğu değişiminin eğiminin + ve - olduğu durumlara karşılık gelmek üzere numune içindeki manyetik alan, Denk. (7)'yi kullanarak,

$$H^+(x) = H^-(x_i) - \alpha(x_i - x) \quad (18)$$

$$H^-(x) = H_r + \alpha(X - x) \quad (19)$$

olur.



Şekil 7 Dilim geometrisinin manyetik alan değerinin $H^* < H_a < H^{**}$ için şematik gösterimi

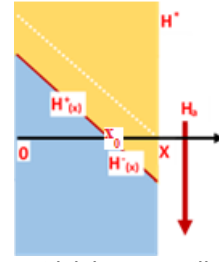
$$\langle M \rangle = \frac{1}{X} \left[\int_0^{x_i} H^+(x) dx + \int_{x_i}^x H^-(x) dx \right] - H_a \quad (20)$$

denkleminde $H^+(x)$ ve $H^-(x)$ yerlerine yazılırsa

$$\langle M \rangle' = -\frac{1}{4} (h_r - h_s)^2 + (h_r - h_s) - \frac{1}{2} \quad (21)$$

elde edilir. Bu şekli 11'deki M- H_a grafiğinde $H_a \geq H^{**}$ durumundan alanın sifira azaltılmasında 3 nolu eğriye karşılık gelir.

iv. Alanı negatif yönde arttırdığımızda,



Şekil 8 Dilim geometrisinin manyetik alan değerinin $H_a < H^*$ için şematik gösterimi.

$$H^+(x) = \alpha_B (x_0 - x) \quad (22)$$

$$H^-(x) = H_a - \alpha_B (X - x) \quad (23)$$

elde edilir. Dolayısı ile

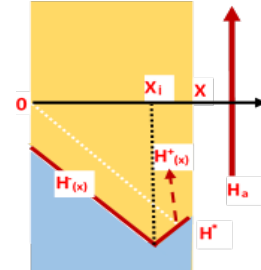
$$\langle M \rangle = \frac{1}{X} \left[\int_0^{x_0} H^+(x) dx - \int_{x_0}^X H^-(x) dx \right] - H_a \quad (24)$$

ifadesinden normalize edilmiş ortalama manyetizasyon

$$\langle M \rangle' = \frac{1}{2} \quad (25)$$

bulunur ve şekli 11'de M- H_a grafiğinde 4 nolu eğriye karşılık gelir. $-H^*$ ve $-H^{**}$ dan büyük değerlere alanı azalttığımızda bu değer değişmeyecektir.

v. Negatif yöndeki alanı $|-H_a| \geq |-H^{**}|$ değerinden azaltmaya başlarsak



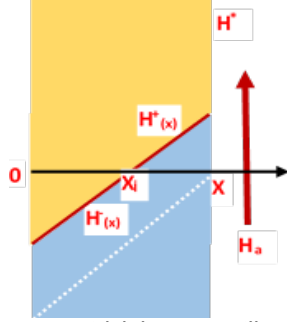
Şekil 9 Dilim geometrisinin manyetik alan değerinin $H^* < -H_a < H^{**}$ için şematik gösterimi

$$\langle M \rangle = -\frac{1}{X} \left[\int_0^{x_i} H^-(x) dx + \int_{x_i}^x H^+(x) dx \right] - H_a \quad (26)$$

$$\langle M \rangle' = \left[1 + \frac{h_r - h_s}{2} \right]^2 - \frac{1}{2} \quad (27)$$

elde edilir ve şekli 11'deki M- H_a grafiğinde 5 nolu eğriye karşılık gelir.

vi. Alanın sıfır olduğu durumda ve pozitif değerlere arttırıldığı durumda



Şekil 10 Dilim geometrisinin manyetik alan değerinin - $H_a < H^*$ için şematik gösterimi.

$$H^-(x) = \alpha_B(x_0 - x) \quad (28)$$

$$H^+ = H_a - \alpha(X^2 - x) \quad (29)$$

$$\langle M \rangle = \frac{1}{X} \left[-\int_0^{x_i} H^-(x) dx + \int_{x_i}^X H^+(x) dx \right] - H_a \quad (30)$$

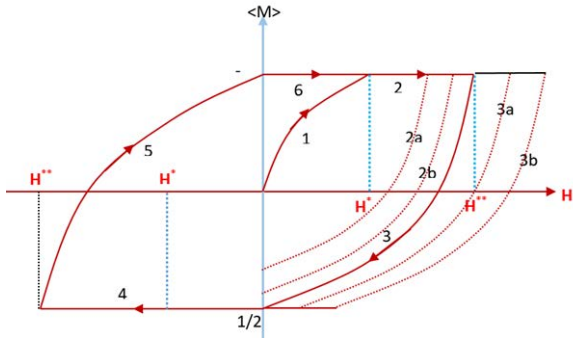
Buradan,

$$\langle M \rangle' = -\frac{1}{2} \quad (31)$$

elde edilir. Şekil 11'deki M- H_a grafiğinde 6 nolu grafiğe karşılık gelir.

Alanı bundan sonra arttırmaya devam ettirdiğimizde

$\langle M \rangle' = -\frac{1}{2}$ değerini koruyacaktır.



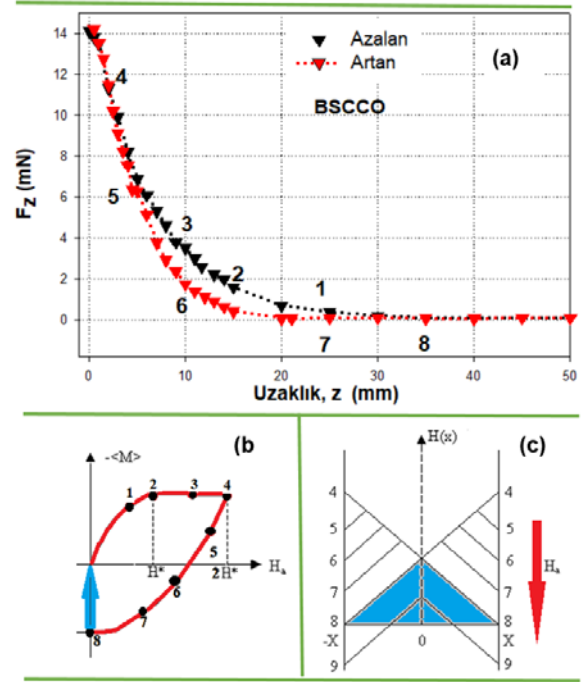
Şekil 11 M- H_a Grafiği

H_r alanı artırma esnasında azaltmanın başladığı maksimum alanı göstermek üzere, $H_r > H^*$ olduğu durumda ise numunenin M- H_a grafiğinde görünen 3 nolu eğrinin 3a ve 3b ile gösterilen sağa doğru kaymış hali elde edilir.

$H^* < H_r < H^*$ olduğu durumda ise şematik olarak 2a ve 2b ile gösterilen eğriler elde edilir. Bu durumda maksimum tuzaklanma gerçekleşmez. Yani $\langle M \rangle$, $\langle M_{max} \rangle = +1/2$ den küçük bir değer alır.

3. Levitasyon Kuvvetinin uzaklıkla değişiminin Bean Modeline göre incelenmesi

Süperiletken aileler içerisinde Bean modeli ile açıklamaya en uygun süperiletken Bi-tabanlı olanlardır. Dolayısıyla Bi-tabanlı olarak üretimi yapılmış ve kaldırma kuvveti ile uzaklık değişimi belirlenmiş bir süperiletkene ait sonuçlar kullanılmıştır (Şekil 12).



Şekil 12 (a) B(Pb)SCCO malzemesi için, Kaldırma kuvvetinin uzaklık ile değişimi[9], (b) M-H grafiği, (c) Bean modeline göre akı profilinin son aşaması.

Şekil 12.a'da ZFC işlemi ile yapılan ölçüm sonuçları görülmektedir. Şekil 12.a'da siyah renkli veriler uzaklık azalırken ve manyetik alan şiddet değeri 0-0.4 T aralığında artarken alınmış verilerdir. Dolayısıyla şekil 1'de anlatılan aşamaları içermektedir ve şekil 12.b'de belirtilen 1,2,3ve 4. basamağa kadar olan aşamayı tanımlamaktadır. Şekil 12.a'da kırmızı renkle işaretlenmiş veriler ise uzaklık artarken ve manyetik alan şiddet değeri 0-0.4 T aralığında azalırken alınmış verilerdir. Dolayısıyla şekil 2'de anlatılan aşamaları içermektedir ve şekil 12.b'de belirtilen 5, 6, 7 ve 8. Basamağa kadar olan aşmadaki akı profili tanımlamaktadır.

4.Sonuçlar

Yapılan incelemeler B(Pb)SCCO süperiletkenlerinin düşük akım yoğunluğuna sahip ve dar bir histeresiz sergilediklerini göstermektedir. Ancak bu durumdaki yapı en iyi Bean Kritik durum modeli açıklamaktadır. Sonuçlar da bunu göstermektedir.

Kaynaklar

- [1] Bean, C.P., 1964, Magnetization of High-Field Superconductors, Review of Modern Physics, 36, 31-38.
- [2] Kim, Y.-B., Hempstead, C. F. and Strnad, A. R., Phys. Rev. 129, 528, (1963).
- [3] Fietz, W. A., Beasley, M. R., Silcox, J. and Webb, W. W., Phys. Rev. 136, A335 (1964).]
- [4] Chen, D.-X. and Goldfarb, R. B., J. Appl. Phys. 66, 2489 (1989).
- [5] Chaddah, P., Bhagwat, K. V. and Ravikumar, G. Physica C 159, 570, (1989)
- [6] Johansen, T. H., and Bratsberg, H. Critical-state magnetization of type-11 superconductors in

rectangular slab and cylinder geometries, J. Appl. Phys. 77 (8), 15 April 1995.].

[7] Karaca I., "Preparation of High-Tc Superconductors and Effect of Adding Materials on Physical Properties ", Ph.D. Thesis, Karadeniz Technical University, 2001.

[8] Campbell, A.M., & Evetts, J.E. (1972). Flux vortices and transport currents in type II superconductors. *Advances in Physics*, 21, 199-428.

[9] Karaca, I. (2017). II Tip süperiletkenlerde manyetik kaldırma kuvvetinin bir karşılaştırmalı çalışması. *SAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 21 (6), 1-1. DOI: 10.16984/saufenbilder.273930.

COOLING CONDITION EFFECTS ON TRANSFORMATION TEMPERATURE AND MICROSTRUCTURE OF QUATERNARY CuAlNiTi SMA

^aFethi DAGDELEN¹, M.Sait KANCA¹, Mustafa BOYRAZLI³

¹Firat University, Faculty of Science Department of Physics, Elazığ, Turkey.

²Firat University, Faculty of Engineering, Department of Metallurgy and Material Engineering, Elazığ, Turkey

Abstract:

In this study, Cu₈₁-Al₁₃-Ni₄-Ti₂ alloy was produced by an arc-melting method. A piece of this alloy was subjected to heat treatment at 930 °C for 30 min and then shock-cooled in liquid nitrogen (-196°C), alcohol (0°C) and saline ice water (+6°C). Differential Scanning Calorimetry (DSC) was performed on samples with no heat treatment and on those subjected to three different heat treatments. It was observed that the heat treatments of choice significantly increased the phase transformation temperatures of the shape memory alloy. Some changes were also observed in the microstructure and microhardness values of the alloy after the heat treatment. The grain boundaries became more pronounced and martensite plates increased in the samples shock-cooled in alcohol and saline ice water. The crystalline structures of the samples were investigated at room temperature. The XRD diffractogram revealed that β and β' phases (martensite phases) increased in the alloys subjected to heat treatment.

Keywords: Shape memory alloy, transformation temperature, microhardness.

^aCorresponding author: Fethi Dagdelen @gmail.com)

1. Introduction

Cu-based shape memory alloys (SMAs) are metastable in the β -phase region and very sensitive to heat treatments, that is, heat treatments significantly change the martensite transformation temperatures[1]. It is also clearly known that heat treatments affect the microstructure of and change the microhardness of shape memory alloys. For this reason, it is important to select an appropriate heat treatment for such alloys to exhibit the desired transformation temperature [2-5].

In this study, quaternary Cu based shape memory alloy was produced by an arc-melting method. The alloy was subjected to different heat treatments, and changes in its phase transformation temperatures, microstructure and enthalpy values were determined.

2. Experimental

99.9% pure Cu, Al, Ni and Ti metal powders were mixed with a ceramic ball of 8-10 mm diameter at determined ratios using a Merk mechanical mixer.

These metal powders were pressed into pellets (disc) with a diameter of 13 mm under a pressure of 10 MPa. The pellets were melted in argon atmosphere in an arc-melting system. This process was repeated several times to make the alloys homogeneous, and Cu₈₁-Al₁₃-Ni₄-Ti₂ (% by mass) alloy was obtained. Alloys were cut in separate sizes with a dremel tool for the experiments. All samples were heat-treated at 800 °C for 1 h in order to remove the hard-strain effect during cutting and to ensure homogenization. A piece of this alloy was heat-treated at 930 °C for 30 min and then shock-cooled in liquid nitrogen (-196 °C) (sample B1), alcohol (0 °C) (sample B2) and saline ice water (+6 °C) (sample B3). Perkin Elmer Sapphire DSC (Differential Scanning Calorimetry) was used to determine the transformation temperatures and activation energies of these alloys. Nikon Eclipse MA200 optical microscope measurement systems were used to observe changes in the microstructure and microhardness of the alloys. A methanol solution of 20 ml HCl + 5 gr FeC₃H₂O + 96 ml was used as an etchant. Crystal structures were determined at room temperature using an X-ray diffractogram (Bruker Discover D8).

3. Conclusion and Discussion

3.1. Thermal Properties

Figure 1 shows the DSC heating/cooling curve (at a rate of 20 °C/min) of the untreated samples (sample B) homogenized at 800 °C for 30 min, and of the samples heat-treated at 930 °C for 30 min and then shock-cooled in liquid nitrogen (B1), alcohol (B2) and saline ice water (B3). Table 2 shows the phase transformation temperatures; A_s, A_f, M_s and M_f, and maximum points of transformation peaks; A_p and M_p of the alloys. The phase transformation temperatures are plotted in Figure 2. Table 2 and Figure 2 indicate that the heat treatments increased the transformation temperatures of the alloy. This increase is significant in samples B2 and B3, the shock-cooling temperatures of which are close to each other; the former was cooled in alcohol at 0 °C and the latter in saline ice water at 6 °C. It is clear that these two techniques will achieve slower cooling than in liquid nitrogen. This result indicates that slow cooling rate causes an increase in phase transformation temperatures. It can, therefore, be stated that the two heat treatments can be effective in increasing the transformation temperature of Cu₈₁-Al₁₃-Ni₄-Ti₂ SMA.

The transformation enthalpies (ΔH_{M-A}) of martensite to austenite phase were also investigated. It was determined that the heat treatments significantly increased the phase transformation enthalpies of the

alloys. It can be stated that the increase in the enthalpy value improved the shape memory feature of the alloy.

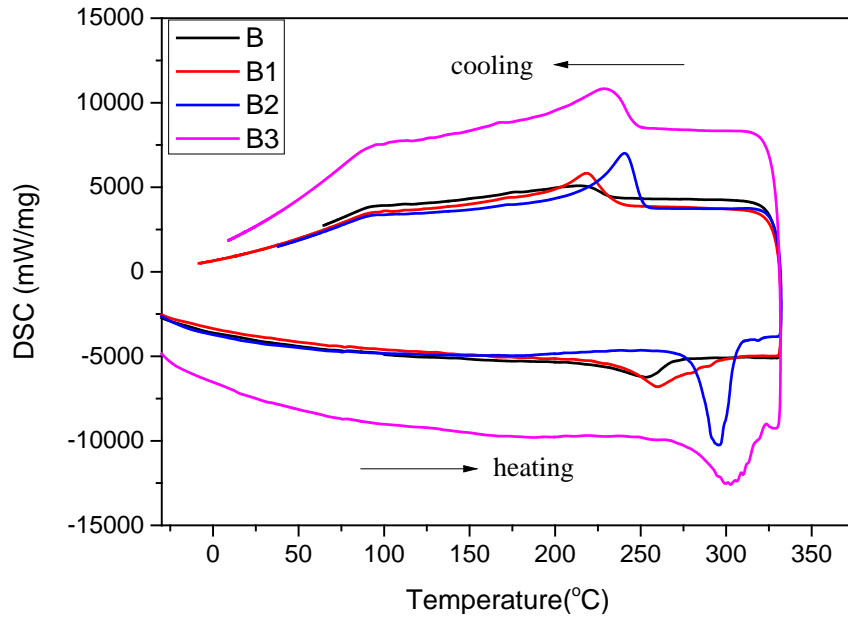


Figure 1. DSC curves of samples.

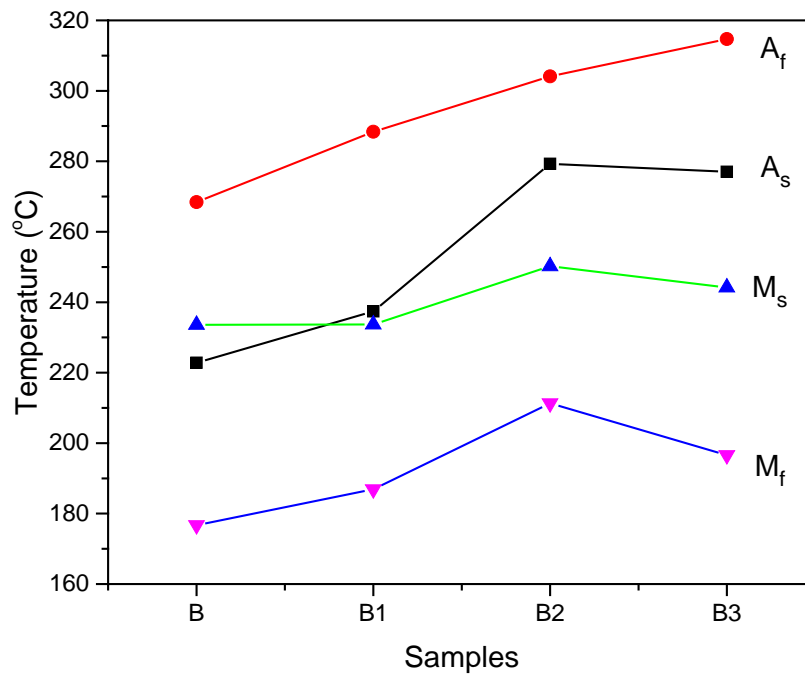


Figure 2. Comparison of transformation temperatures of samples.

Table 1. Phase transformation temperatures and transformation enthalpies obtained from DSC measurement.

Numune	A _s (°C)	A _p (°C)	A _f (°C)	M _s (°C)	M _p (°C)	M _f (°C)	ΔH _{M-A} (J/g)
B	222,8	252,5	268,4	233,6	214,6	176,7	2,97
B1	237,4	259,5	288,4	233,7	218,9	186,9	6,92
B2	279,3	295	304,1	250,2	240,6	211,3	10,9
B3	277	302,3	314,7	244,2	229,8	196,6	4,64

3.2. Microstructure

Figure 3 presents the optical microscope and SEM images of B, B1, B2 and B3 alloys. The martensite plates are clearly visible in the main sample (B) and in all Cu-Al-Ni-Ti alloys subjected to other cooling conditions. The martensite plates are clearly separated from each other by grain boundaries especially in samples B1, B2 and B3. The precipitate phases are in the form of beads at the grain boundaries. The optical microscope and SEM images show the differences caused by the cooling conditions. The SEM images clearly show that the grain sizes decreased, however, the martensite plates increased in samples B2 and B3.

The EDX results obtained from the samples are also given in Table 2. The EDX results clearly indicate that the heat treatments increased the martensite phase ratios in the grains. These data are consistent with the fact that the selected shock-cooling methods increase the phase transformation temperatures and enthalpy values; that is, they increase the shape memory effect [6].

Table 2. EDX results of samples.

B	Cu (% wt)	Al (% wt)	Ni (% wt)	Ti (% wt)
<i>Martensite phase</i>	78,26	13,85	5,69	2,18
<i>Grain boundaries</i>	-	-	-	-
B1				
<i>Martensite phase</i>	85,72	11,41	2,87	---
<i>Grain boundaries</i>	44,14	12,55	24,27	19,04
B2				
<i>Martensite phase</i>	88,46	10,04	1,30	0,20
<i>Grain boundaries</i>	55,96	12,09	19,99	11,96
B3				
<i>Martensite phase</i>	88,46	10,40	1,30	0,40
<i>Grain boundaries</i>	55,96	12,09	19,99	11,96

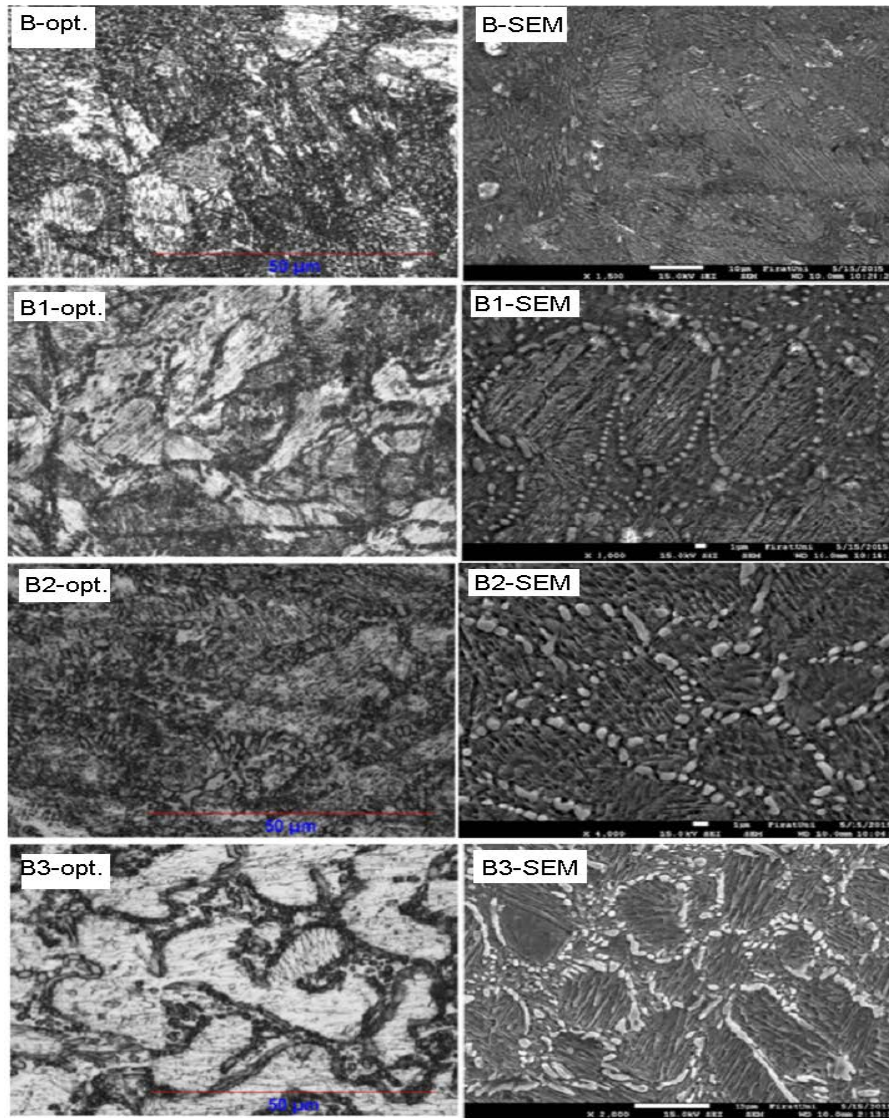


Figure 3. Optical micrographs and SEM images of samples.

3.3. X-ray

Figure 3 shows the x-ray peaks of the samples. X-ray measurement results were evaluated and indexed according to the literature [7-10]. The result of the measurement indicates that the intensity of x-rays of the main sample was very low. The intensity of the peaks was increased by the heat treatment. The greatest increase in the number and intensity of the peaks was observed in the samples cooled in alcohol and saline-ice water.

After the heat treatment, the intensities of $\beta'(0018)$ and $\beta'(128)$ peaks, which are the main peaks of the martensite phase, increased in alloys B2 and B3. This result is an indication of the increase of martensite plates in the structure. The overall crystal structure analysis reveals $\gamma'(202)$ fine-grained martensite phase, besides the martensite main phase (β'), for all the

cooling processes and for the main sample. In addition to these peaks, the precipitate phase of X(104) phase was observed [4]. As a result, the ideal x-ray diffractogram was found to belong to the alloy shock-cooled in alcohol and saline-ice water. This result is supported both by DSC results and by SEM and optical micrograph results. The increase in the intensity of β' peak in the X-ray peaks is an indication of an increase in the martensite plates, which refers to an increase in the shape memory effect.

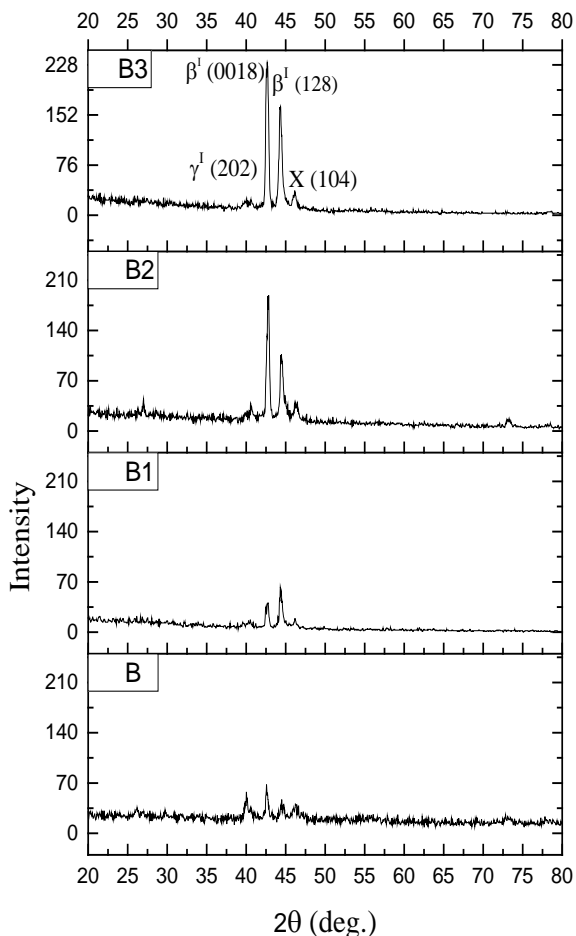


Figure 3. XRD diffractograms of samples

4. Discussion

In this study, different heat treatments were applied to quaternary CuAlNiTi SMA and the following conclusions were drawn from the results.

- a- The heat treatments of choice increase the transformation temperatures of Cu-Al-Ni-Ti shape memory alloy.
- b- These heat treatments increased the transformation enthalpy of martensite to austenite phase.
- c- According to the results obtained from the optical microscope, SEM and XRD measurements, the heat treatment increases the martensite phase in the structure. The XRD results reveal $\beta^I(0018)$, $\beta^I(128)$, $\gamma^I(202)$ and X(104) peaks.
- d- It can be stated that the most suitable heat treatment for Cu-Al-Ni-Ti shape memory alloy is alcohol and saline-ice water at 0 °C. It is clear that these heat treatments increase the martensite plates in the structure.

REFERENCES

- [1]. F.Dagdelen, T.Gokhan, A.Aydogdu, Y.Aydogdu, O.Adiguzel, Effect of thermal treatment on transformation behaviour in shape memory Cu-Al-Ni alloys, *Materials Letters* 57(2003) 1079-1085.
- [2]. Y.Aydogdu, M.Kok, F.Dagdelen, A.Aydođdu, A.S. Turabi and H.E.Karaca, The effect of thermal procedure on transformation temperature, crystal structure and microstructure of Cu-Al-Co shape memory alloy, 9th International Conference on Magnetic and Superconducting Materials (MSM); *Journal of Physics*: 667 (2016) 012010.
- [3]. M.Kok, F.Dagdelen, A.Aydogdu, Y.Aydogdu, The change of transformation temperature on NiTi shape memory alloy by pressure and thermal ageing, 9th International Conference on Magnetic and Superconducting Materials (MSM); *Journal of Physics*: 667 (2016) 012011.
- [4]. K.Yildiz, E.Balci, S.Akpinar, Quenching media effects on martensitic transformation, thermodynamic and structural properties of Cu-Al-Fe-Ti high temperature shape memory alloy, *J Therm Anal Calorim*, 2017, DOI 10.1007/s10973-017-6219-2.
- [5]. C.H.Gonzalez, C. A. N. Oliveira, E.A.C.Pina, S.L.U.Filho, O.O.A.Filho, C.J.Araújo, Heat treatments and thermomechanical cycling influences on the R-phase in Ti-Ni shape memory alloys, *Mat. Res.*, 2010, doi.org/10.1590/S1516-14392010000300008.
- [6]. S. Saud, E.Hamzah, T. Abubakar and S.Farahany, "Structure-Property Relationship of CuAlNiFe Shape Memory Alloys in Different Quenching Media, *JMEPEG* 10.1007/s11665-013-0759-9.
- [7]. J.L.L. Gama, C.C Dantas., N.F.Quadros, R.A.S. Ferreira and Y.P.Yadava "Microstructure-Mechanical Property Relationship to Copper Alloy with Shape Memory during Thermomechanical Treatments", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 37A, January 2006-77.
- [8]. S.N. Saud., E.Hamzah, T.Abubakar and S.Farahany,"Structure-Property Relationship of CuAlNiFe Shape Memory Alloys in Different Quenching Media",*JMEPEG* (2014) 23:255-261.
- [9]. A.T. Adorno., R.A.G.Silva, "Ageing Behavior in the Cu-10 wt.%Al and Cu-10 wt.%Al-4 wt.%Ag Alloys", *Journal of Alloys and Compounds* 473 (2009) 139-144.
- [10]. S. Saud, H.R.Bakhsheshi Rad, T.Abubakar, S.R. Hosseini, "X-Phase Precipitation in Aging of CuAlNi_xTi Shape Memory Alloys and its Influence on Phase Transition Behavior." Article in *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* June 2015 10.1007/s10973-015-4894-4.

LONG ENDURANCE OF PERFORMANCE FOR START STOP BATTERIES IN LIFETIME

START-STOP AKÜLERİN PERFORMANSININ ÖMRÜ BOYUNCA DAYANIMI

Yıldırım Eydemir^a, Mustafa Bahadır Özdemir^b

^aAko Akü, Çankırı, Türkiye, E-posta: yildirim.eydemir@akoaku.com

^bGazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Enerji Sistemleri Mühendisliği Bölümü, Ankara, Türkiye, E-posta: mbozdemir@gazi.edu.tr

Özet

Günümüzde kullanımı gittikçe artan stop-start araçlar için üretilecek olan akülerin performansı, yakıt tüketimi ve CO₂ emisyonunu doğrudan etkilemektedir. Yapılan çalışmanın amacı, akü performansının ömrü boyunca güç kaybetmeden etkin olmasını sağlayarak, yakıt tüketimi ve CO₂ emisyonundaki kazançların artırılmasıdır. Üzerinde çalışılan tasarımla imal edilecek yenilikçi ürün, akünün start-stop özelliğinin daha sık frekans ve daha uzun süre sağlanarak, gelişen teknolojide kullanıma sunulacak otomotiv sanayiye uluslararası tedarik yapılacak ve ülkeye katma değer sağlanacaktır.

Bu performansın sağlanması için, aküye gücünü veren plakaların üretiminde kullanılan hamur formülüne katılan kimyasal maddeler ile plakanın özel proseslerden geçirilerek morfolojik yapısında değişim hedeflenmiştir. Katılan kimyasallar ile quad-core adı verilen özel yapıların (tetrabazik PbSO₄) oluşması ve boyutları incelenmiştir. Yapılan deneyler sonucu üretilen plakaların kullanıldığı aküler ve çeşitli otomotiv firmalarının start-stop araçlarındaki aküler kıyaslanarak çalışma sonuçlandırılmıştır. Elde edilen sonuçlarda yakıt tasarrufu ve CO₂ emisyonundaki kazançların iki katına kadar çıkabildiği görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Akü, start-stop performans, CO₂ emisyon, yakıt sarfiyatı

Abstract

Battery performance of the start-stop vehicles which production rate increasingly go on, affects directly the CO₂ emission and fuel consumption. The object of this study is to increase the profits of fuel consumption and CO₂ emission by maintaining the effectiveness of the battery performance in lifetime. Produced innovative product by worked on design with more frequent and period of start-stop property of the battery will come into use in developing technology and add value to our country by supplying to international automotive industry.

To ensure this performance with additives which are added to paste that is used in production of plates are passed over special processes to change the morphological structure. Special structures (tetrabasic PbSO₄) called quad-core that are formed with paste additives and the formation and sizes of quad-core structures are analyzed. Batteries which are produced by the plates that are manufactured with these studies

and also several automotive suppliers' batteries are compared to conclude this study. Result of this study

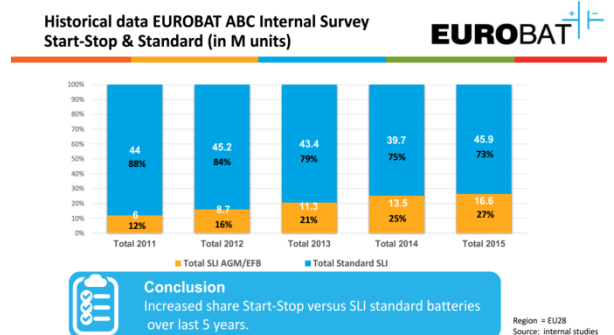
showed that profits in fuel consumption and CO₂ emission can be increased up to double.

Keywords: Battery, start-stop performance, CO₂ emission, fuel consumption

1. Giriş

Akü, elektrik enerjisini, kimyasal enerji olarak depo eden ve ihtiyaç halinde bunu elektrik enerjisi olarak veren cihaza denir. Araçlardaki ana görevi motora ilk hareketi veren marş motorunu çalıştırmaktır.

Günümüz otomotiv endüstrisinde, yakıt tasarrufu, hava kirliliği gibi etmenler yeni araç tasarımı ve üretimlerini en çok etkileyen faktörlerin başlarında gelmektedir. Bu kapsamda start-stop teknolojisi yeni araçlarda kullanılmaya başlanmıştır. Stop-start akülerin özelliklerini sergilediği bölgeler incelendiğinde; yüksek performans bölgesi, düşük performans bölgesi ve performans veremediği olmak üzere üç bölge tespit edilmiştir. Yakıt tasarrufu ve CO₂ emisyonundaki kazancı etkileyen en önemli bölge yüksek performans bölgesinin daha uzun süre sağlanmasıdır. Yüksek performans bölgesinde stop-start özelliği daha sık frekansta devreye girmektedir. Düşük performans bölgesinde stop-start özelliği daha az frekansta devreye girmektedir. Performanssız bölgede ise, stop-start özelliği devreye girmemektedir.



Şekil 1. Start-Stop ve Standart Akü Market Oranları

Şekil 1'de gösterilmiş olan, Avrupa akü üreticileri birliğinin 2016 yılında Malta'da gerçekleştiren konferansında yayınlamış olduğu rapordaki start-stop akülerin satış trendindeki artış incelendiğinde 2020 yılında start-stop akülerin toplam akü satışına oranının

%40'a çıkacağı beklenmektedir. Akü çalışma prensibinde deşarj işlemi sırasında PbO₂ (kurşun dioksit) ve kurşun, PbSO₄ (kurşun sülfata) dönüşür. Akü şarj edilirken pozitif plakada kurşun sülfat, kurşun dioksit dönüşür. Sülfat elektrolite geçer. Negatif plakada ise kurşun sülfat süngerimsi kurşuna dönüşür. Kurşun sülfat elektrolite geçer. Akü boşalırken elektrotların ikisi de sülfat halini alır. Elektrolitteki sülfat iyonları plakalar ile birleşir. Sülfat iyonlarının plakalara bağlanması plakalarda sertleşmeye ve iyon geçişinin azalmasına neden olur ve bu durum akünün ömrünü azaltır.

Bu çalışmada akünün ömrünü uzatmak için plakaya sıvanan hamura katılan kimyasal maddelerin kullanımı, farklı kütleme prosesi ile hamurun ızgaraya yapışmasının kuvevtlendirilmesi, akü şarjı sırasında farklı yoğunluktaki elektrolit kullanımı ve ilave proseslerden geçirilerek sülfat oluşumunun azaltılması amaçlanmıştır.

Yapılan literatür incelemesinde konuyla ilgili benzer çalışmalar yapıldığı tespit edilmiştir. Benzer bir çalışmada plaka üretiminde kullanılan hamura eklenen farklı özelliklerdeki cam elyaf örneklerinin akünün özgül enerjisini iki katına kadar çıkarabildiği belirtilmiştir. Özel gözenekli cam elyafın hamurda kullanılması, plakadaki gözenekli yapının daha fazla olmasına katkı sağladığı hakkında bilgi verilmiştir. [1]

McKinleya, Dlaskaa ve Batson tarafından hamura kırmızı oksit eklenmesinin aküye olan etkileri incelenmiştir. Uygun şartlarda kırmızı oksitin sıvama işlemi küçük β-PbO₂ çekirdeklerine dönüştüğü ve böylece aktif malzemenin daha kısa sürede şarj edilebildiği belirtilmiştir. β-PbO₂ çekirdeklerinin elektrokimyasal aktivitesinin fazla olmasından kaynaklı akünün ilk kapasitesinin de arttığı bildirilmiştir. İlk kapasitelerin artmasına bağlı olarak rezerv kapasitelerin ve çevrim performansının da artmasından bahsedilmiştir. [2]

Fonseca, Casanova ve Valdes tarafından start-stop sistemin CO₂ emisyonuna olan etkileri incelenmiştir. Aynı trafikte biri start-stop özelliği olan iki araçla deney yapılmış ve buna göre start-stop özellikli olan aracın %20 kadar daha az CO₂ emisyonu oluşturduğu tespit edilmiştir. Start-stop özelliğinin ayrıca yakıt tasarrufuna %5.3 katkısı olduğu belirtilmiştir. [3]

2. Materyal ve Metot

2.1 Materyal

Deneyler, TS EN 50342-1 ve TS EN 50342-6 standartlarına uygun olarak kurulmuş deney standında gerçekleştirilmiştir. Akünün ömür testi, soğuk marş gücü ve start-stop yapabilme kabiliyeti incelenmiştir. Standartta göre deneylerin gerçekleştirilebilmesi için, deney yapılan ortamın iyi havalandırılan, hava akımı olmayan, ortam sıcaklığı 25 ± 2 °C olan, doğrudan güneş radyasyonuna maruz kalmayan şarj havuzlarının bulunduğu bir ortam olması gerekir.[4]

Testler, Bitrode marka ekipman ve Visual CN 5.32 test programı kullanılarak Çankırı Ako Akü fabrikasında tamamlanmıştır.

2.2 Metot

TS EN 50342-6 standardına göre ilk adımda Nominal Deşarj Akımı (I_n) ile 3 saat deşarj edildikten sonra 48 saat dinlenmeye alınmıştır. İkinci adımda mikro çevrim testine geçilmiştir. [5] Buna göre;

1. 10 saniye bekleme modunda dinlendirilir,
2. 1+t_{DCH} (s) boyunca 14V, 100A şarj yapılır,
3. t_{DCH} (s) boyunca 48A deşarj yapılır,
4. 1sn 300A yüksek akımda deşarj yapılır,
5. İlk 4 adım 100 çevrim tekrarlanır,
6. 12 saat bekleme modunda dinlendirilir,
7. İlk 6 adım 80 çevrim tekrarlanır.

Böylece 8000 çevrim tamamlanmış olur.

$$t_{DCH} (s) = \frac{0.02 C_n [Ah] - 0.083 Ah}{48 A} * 3600 \frac{s}{h} \quad (1)$$

Testlerde 72Ah akü kullanıldığı için, C_n değeri 72 olarak alınmış olup buna göre t_{DCH} yaklaşık olarak 102 (s) olarak hesaplanmıştır.

Yukarıda belirtilen ikinci adımda ayrıca akü iç direnci R_{dyn} (Ω) hesaplanmıştır.

$$R_{dyn} (\Omega) = \frac{U(EOS)_{48A} [V] - U(EOS)_{300A} [V]}{|48A - 300A|} \quad (2)$$

İkinci adım bitiminden sonra 60 saat içinde üçüncü adımda mikro çevrim kontrolü yapılır.

1. I_n akımı ile deşarj yapılır. (alt sınır 10.5 V)
2. 5I_n akımı ile 24 saat şarj yapılır
3. I_n akımı ile deşarj yapılır. (alt sınır 10.5 V)
4. 5I_n akımı ile 24 saat şarj yapılır.

Yukarıda belirtilen üçüncü adımda akü efektif kapasiteleri C_e hesaplanmıştır.

Ayrıca TS EN 50342-1 standardına göre yol verme performans deneyi yapılarak akü soğuk marş değerleri (CCA) belirlenmiştir.[4]

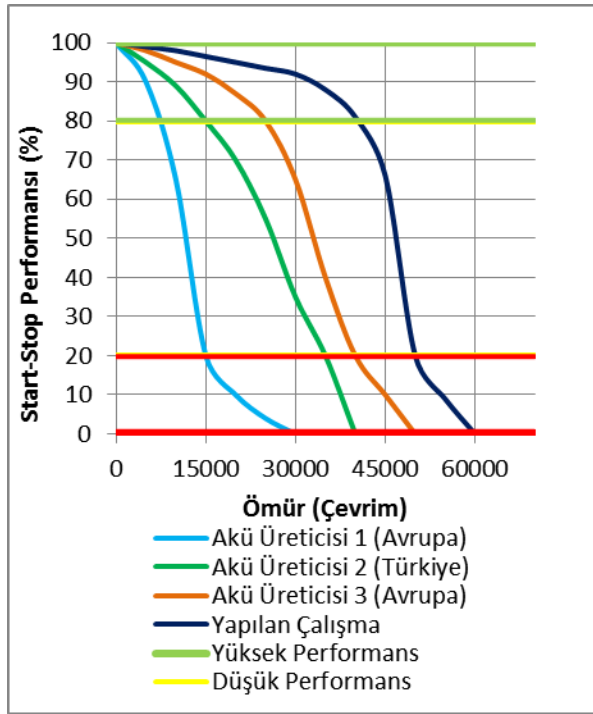
3. Deney ve Analiz Sonuçları

Yapılan deney çalışması neticesinde Çizelge 1'de akünün soğuk marş gücü, çevrim sayısı, akü iç dirençleri ve efektif kapasiteleri gösterilmiştir.

Çizelge 1. Akü Test Karşılaştırmaları

	Soğuk Marş Gücü (CCA) (EN)	Ömür (Çevrim)	R _{dyn} (Ω)	C _e (Ah)
Akü Üretici 1 (Avrupa)	614	< 30000	0,0123	70
Akü Üretici 2 (Türkiye)	637	< 40000	0,0107	69
Akü Üretici 3 (Avrupa)	688	< 50000	0,0092	71
Yapılan Çalışma	716	< 60000	0,0072	73

Yapılan deneyler sonucuna göre, plaka üretiminde kullanılan hamura katılan kimyasalların ve akü şarjında kullanılan elektrolit yoğunluğunun değiştirilmesi ile beraber farklı proseslerin uygulanması sonucu üretilen akünün akü iç-direnci düşmesi gözlemlenmiş ve farklı marka aküler ile kıyaslandığında sülfat oluşumu azaltılması sağlanmış olup akünün şarj kabulü ile beraber şarj edilebilmesi ve ömrünün uzatılması gerçekleştirilmiştir. Arabaya ilk ateşlemeyi veren soğuk marş gücü ile efektif kapasitenin de arttığı ayrıca gözlemlenmiştir.



Şekil 2. Akünün Start-Stop Yapabilme Kabiliyeti

Farklı akülerin start-stop çevrimleri yapılan çalışma neticesine göre belirlenmiş ve Şekil-2'de gösterilmiştir. Yeşil iki düz çizgi arasında kalan bölge, akünün iç direncinin düşük olduğu ve akünün şarj edilebilmesinin (şarj kabulü) yüksek olduğu bölge olup, start-stop özelliğini yüksek performanslı olarak gösterdiği bölümdür. Sarı iki düz çizgi arasında kalan bölge, akünün iç direncinin yükselmeye başladığı ve şarj edilebilmesinin düşmeye başladığı bölge olup, start-stop özelliğini düşük performanslı olarak gösterdiği bölümdür. Kırmızı iki düz çizgi arasında kalan bölge, akünün iç direncinin çok yükseldiği ve şarj edilebilmesinin çok düşük olduğu bölge olup, start stop özelliğini kaybetmeye başladığı ve bu özelliğinin bittiğini gösteren bölümdür.

4. Tartışma ve Öneriler

Yapılan çalışmada, akülerin çevrim testlerinin ve kapasitelerinin ölçüldüğü uygun deney düzeneğinden ve deney şartlarından bahsedilmiştir. Standartlara uygun olarak yapılan deneylerin nasıl gerçekleştirildiğinden bahsedilmiştir. Elde edilen deney sonuçlarının nasıl elde edildiği gösterilmiştir.

Start-stop akülerin uygulanmasında iki önemli faktör bulunmaktadır. Bunlardan ilki yakıt tasarrufunun sağlanması, diğeri ise ekolojiye zararlı CO₂

emisyonunun azaltılmasıdır. Günümüzde büyükşehirlerin giderek artan nüfusu ve araç trafiği ile start-stop teknolojisindeki araçların üretimi artmaktadır. Start-stop akülerin dizaynı ve üretimi yapılırken çok farklı faktörler devreye girmektedir. Bu çalışmada akünün temel yapıtaşlarından olan hamur kimyasalları ve elektrolit yoğunluğu üzerine çalışılmış olup ayrıca üretimde farklı proseslerden yararlanılmıştır.

Üretilen akü incelendiğinde start-stop yapabilme kabiliyetinin yüksek olduğu ve çevrim testlerinin sonucunda ömrünün iki katına kadar çıkabildiği görülmüştür. Start-stop yapabilme kabiliyeti ve ömrünün uzun süre dayanımı sonucu yakıt tasarrufu ve CO₂ emisyonu kazançları aynı akü kullanılarak daha uzun süre ve etkin olarak sağlanmış olacaktır.

Bu çalışma yeni yapılacak olan çalışmalar için yol gösterici olup, farklı kimyasallar denenerek ve farklı proses denemeleri yapılarak akü teknolojisine katkılar yapılabilecektir.

Simgeler

CO ₂	Karbondioksit
PbSO ₄	Kurşunsülfat
β-PbO ₂	Orthorombic Kurşun Dioksit
I _n	Nominal Deşarj Akımı (A)
t _{DCH}	Mikroçevrim Deşarj Test Saniyesi
s	Saniye
h	Saat
U	Test Adımındaki Voltaj (V)
V	Voltaj (Volt)
A	Akım (Amper)
Ah	Ampersaat
R _{dyn}	Akü İç Direnci (Ω)
C _e	Efektif Kapasite

Kısaltmalar

TS	Türkiye Standardı
EN	Avrupa Normu
EOS	Test Adımı Sonu
CCA	Soğuk Marş Gücü

Kaynaklar

- [1]T.C. Dayton, D.B.Edwards, Improving the performance of a high power, lead-acid battery with paste additives, Journal of Power Sources, 85 (2000), 137-144
- [2]J.P.McKinley, M.K. Dlaska, R. Batson, Red lead: understanding red lead in leadacid batteries, Journal of Power Sources, 107 (2002), 180-186
- [3]N.Fonseca, J.Casanova, M.Valdes, Influence of the stop/start system on CO₂ emissions of a diesel vehicle in urban traffic, Universidad Politecnica de Madrid, Department of Energy Engineering and Fluid Mechanics, Madrid, Spain
- [4]Türk Standardları Enstitüsü (2016). TS EN 50342-1: Kurşun Asit Akümülatörler - Bölüm 1: Genel Kurallar ve Deneysel Metotları, TSE, Ankara, 1-24.
- [5] Türk Standardları Enstitüsü (2016). TS EN 50342-6: Kurşun Asit Akümülatörler - Bölüm 6: Mikro-Çevrim Uygulamaları İçin Akümülatörler, TSE, Ankara, 1-27.

EFFECTS OF NANO DOPANT ON THE LOW-TEMPERATURE PHASE IN Ba-Ca-Cu-O SUPERCONDUCTOR

Ba-Ca-Cu-O SÜPERİLETKENİNDE DÜŞÜK SICAKLIK FAZI ÜZERİNE NANO KATKININ ETKİLERİ

Şahin Ünlüer^a, İbrahim Karaca^b, Nihat Şimşek^c

^a Bor Vocational School, Niğde Ömer Halisdemir University, 51240 Niğde, Turkey, E-mail: sunluer@ohu.edu.tr

^b Department of Physics, Niğde Ömer Halisdemir University, 51240 Niğde, Turkey, E-mail: i.karaca@ohu.edu.tr

^c Yıldırım Beyazıt Anatolian High School, Kırıkkale, Turkey, E-mail: n.simsekr@gmail.com

Özet

Düşük sıcaklık (90K) fazına SnO nano parçacıklarının katılma etkisi, $Ba_2Ca_3Cu_{6-x}Sn_xO_y$ ($x = 0.0; 0.5; 1.0; 1.5; 2.0$) nominal kompozisyonu için araştırılmıştır. $Ba_2Ca_3Cu_{6-x}Sn_xO_y$ yapısı iki faza sahiptir. Heyecan verici faz, 126K'de oluşan yüksek süperiletken geçiş sıcaklığı fazıdır, ancak bu faz kararsızdır ve elde etmek için daha yüksek basınç gerektirir. Bu olumsuz durumlardan dolayı, Ba-Ca-Cu-O süper iletkenleri araştırmacılar için ilginç bir alan olmamıştır. Bir diğer faz, yaklaşık 90-95K'lık bir süperiletken geçiş sıcaklığına sahip olan düşük sıcaklık fazıdır. Bu çalışmada düşük geçiş sıcaklığı fazının TG/DTA, XRD ve SEM ile araştırılması üzerine odaklanılmıştır. Sonuç olarak, XRD piklerinin analizi, düşük sıcaklık fazının matriste baskın şekilde oluştuğunu göstermiştir.

Anahtar kelimeler: Ba-Ca-Cu-O süperiletkeni; SnO; düşük-sıcaklık fazı; XRD; SEM.

Abstract

The doping effect of SnO nano particles of the low-temperature phase (~90 K) has been investigated to the nominal composition of $Ba_2Ca_3Cu_{6-x}Sn_xO_y$ ($x=0.0;0.5;1.0;1.5;2.0$). $Ba_2Ca_3Cu_{6-x}Sn_xO_y$ have two phases. The exciting phase is the high superconducting transition temperature at 126 K, but this phase is unstable and requires higher pressure to obtain. Because of these negative situations, Ba-Ca-Cu-O superconductors have not been an interesting area for researchers. The another phase is the low-temperature phase which has a superconducting transition temperature nearly 90-95 K. In this work, it has been focused on to investigate the low transition temperature phase by TG/DTA, XRD, and SEM. As a result, the analysis of XRD peaks has shown that the low-temperature phase has dominantly occurred within the matrix.

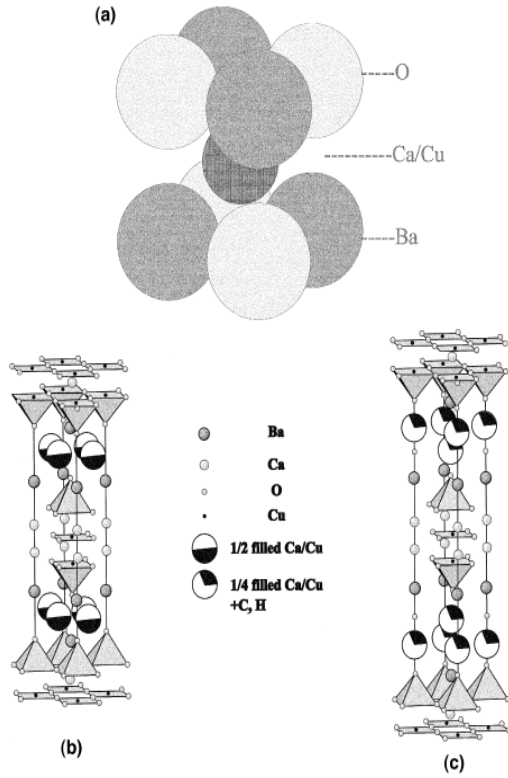
Keywords: Ba-Ca-Cu-O superconductor; SnO; low-temperature phase; XRD; SEM.

1. Giriş

1911 yılında H.K. Onnes[1] tarafından süperiletkenliği keşfinden bugüne kadar en çok araştırma yapılan yüksek sıcaklık süperiletkenleri olmuştur. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin oldukça cazip olmasının

elbetteki süperiletken geçiş sıcaklıklarının sıvı azot sıcaklığı 77 K nin üzerinde olmasından dolayı incelenmesi ve teknolojik kullanımları yaygındır. Bulk (külçe) yapıdaki polikristal süperiletkenler genellikle birden fazla kristal yapıya sahiptirler. Örneğin BiPbSrCaCuO (BSCCO) süperiletkenler yapı içerisinde en yaygın olarak bilinen üç farklı faza sahiptirler. $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{4+2n}$ yapıda $n=1$ geçiş sıcaklığı $T_c=20$ K olan 2201 faz durumu, $n=2$ geçiş sıcaklığı $T_c=80$ K olan 2212 faz durumunu ve $n=3$ geçiş sıcaklığı $T_c=110$ K olan 2223 faz durumunu ifade etmektedir[2]. Teknolojik kullanım alanı bakımından en çok tercih edilen Bi-2223 ve $T_c \approx 110$ K olması gerekirken, bunlardan ikincisi olan Bi-2212 ve $T_c \approx 91-95$ K geçiş sıcaklığına sahip olan fazın dominant yüzdeye sahip olanı teknolojik açıdan en yaygın kullanılanıdır. Yani geçiş sıcaklığı 110 K olana göre düşük olmasına rağmen, diğer Bi-2212 fazının özellikleri kullanım amacına göre daha çok tercih edilmektedir. Ekonomik açıdan da soğutma için sıvı azot (77 K) yeterlidir. Ba-Ca-Cu-O süperiletkenleri için de iki faz rapor edilmektedir. Birincisi 126K geçiş sıcaklığına sahip olanıdır[3]. Ancak bu fazı elde etmek için yüksek basınç ihtiyacı vardır ve bu faz basınç ortamı yok olduğunda kararlılığını çok kısa sürede kaybederek diğer faza dönüşmektedir. Diğer faz ise 90K geçiş sıcaklığına sahip ve daha büyük $c=33.7$ Å örgü sabitine sahip olan fazdır. Bu faz ve özellikleri literatürde yaygın olarak araştırılmamıştır. Araştırma imkanı bakımından 126 K fazın üretimi üniversitemizde mümkün değildir. Bu sebeple asıl amaçta 126 K fazın üretimi değildir. Çalışma ekibinin alt yapısı, BiPbSrCaCuO, YBCO ve SmBaCuO süperiletkenlerini üretme ve bunların fiziksel özelliklerini araştırma bakımından yeterlidir. Günümüzde yüksek manyetik alan kaynağına ihtiyaç duyan MR cihazları gibi pek çok alette YBCO süperiletkenlerinin yanısıra tercih edilen ikinci yapıdaki düşük sıcaklık BSCCO Bi-2212 fazına sahip yapıdır. Halbuki 110 K lik yüksek geçiş sıcaklığına sahip Bi-2223 fazının teknolojik açıdan tercih edilmemektedir. Sebebi üretim aşamasındaki zorluklar ve çok dar bir üretim sıcaklığına sahip olması ve teknolojik kullanımı açısından zayıf mekanik özelliklere sahip olmasıdır.

Bu çalışmanın temel hedefi Sn katkısı ile 90 K geçiş sıcaklığına sahip, yüksek basınç gerektirmeyen ana yapıyı üreterek, Sn katkısının fiziksel özellikler üzerine etkilerini araştırmaktır. Üretimi planlanan malzemeye ait faz yapısı Şekil 1.c' de görülmektedir.



Şekil 1. a) Şematik ana yapıda BaO görünümü
 b) 126 K geçişe sahip yapı için önerilen model
 c) 90K geçişe sahip faz için önerilen model[3].

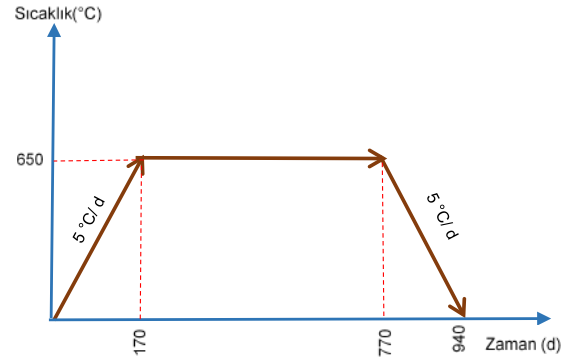
2. Malzeme Üretimi

($x=0.0;0.5;1.0;1.5;2.0$) by solid state reaction method. Malzeme üretimi için yüksek saflıkta(%99,9) CaO, BaO,CuO, SnO tozları $Ba_2Ca_3Cu_{6-x}Sn_xO_y$ ($x=0.0;0.5;1.0;1.5;2.0$) başlangıç kompozisyonuna uygun olarak beş basamak hassasiyete sahip RADWAG AS220/C/2 marka terazi kullanılarak uygun tartımlar yapıldı. Tartım sonrasında yaklaşık 60 dakika havan içerisinde el ile öğütüldükten sonra kalsinasyon işlemleri 650°C sıcaklıkta 600 dakika sürede gerçekleştirildi.

3. Isıl İşlemler

3.1 Kalsinasyon

Hazırlanan öğütülmüş materyal KSL-1100X yüksek sıcaklık fırının kapağı kapatılıp Şekil 4.4'de Kalsinasyon eğrisinde görüldüğü gibi, fırın önce 650°C' ye kadar ısıtıldı ve 10 saat ısıl işleme tabi tutuldu. Daha sonra soğutulurken fırından oda sıcaklığında çıkarıldı.

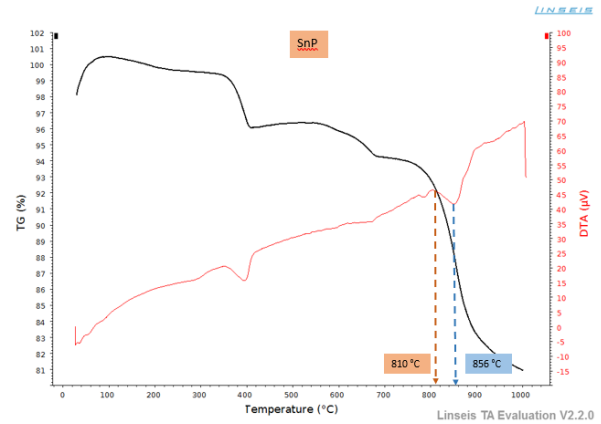


Şekil 2 Kalsinasyon için ısıl işlem basamakları.

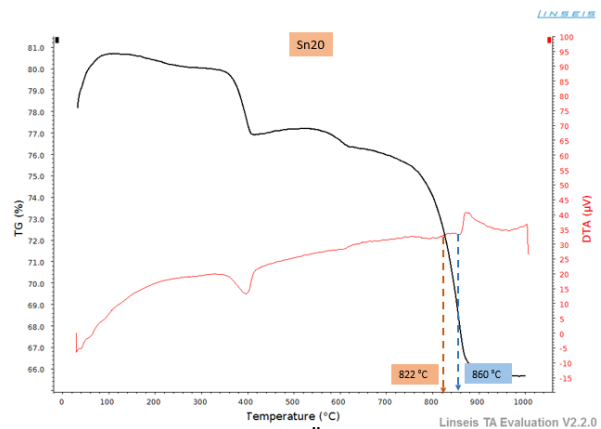
Kalsinasyon işlemi tamamlanan örnek tozlar bir agat içerisinde yaklaşık 2 saat kadar öğütüldü.

3.2 TGA/DTA Ölçümleri

Isıl işlem için seçilecek sıcaklık tespitinde TGA/DTA Ölçümlerinden yararlanıldı. Yapılan ölçüm sonuçlarından sinterleme için en iyi sıcaklık 880°C olarak belirlendi. SnSaf ve Sn20 malzemeleri için çekilen TGA/DTA Ölçümleri şekil 3 ve 4'de görülmektedir.



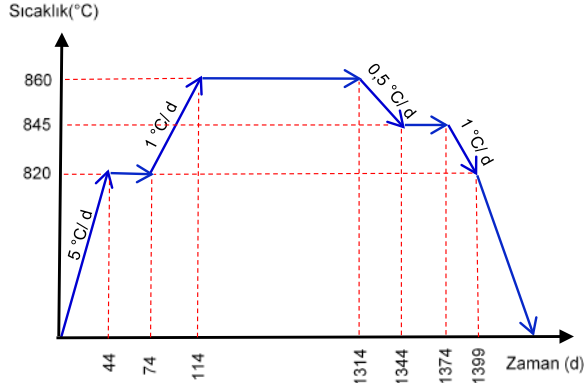
Şekil 3 SnSaf için TGA/DTA Ölçümleri.



Şekil 4 Sn20 için TGA/DTA Ölçümleri.

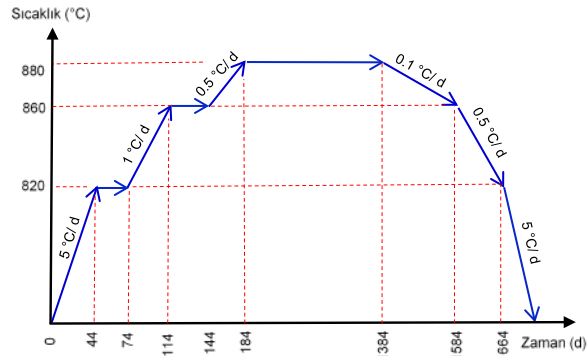
3.3 Sinterleme

Kalsinasyon sonrası tozlar ayrı ayrı yaklaşık 120 dakika havan içerisinde el ile öğütüldü. Öğütülen tozların herbiri, paslanmaz çelikten özel olarak yaptırılmış kalıplar kullanılarak yaklaşık 300 MPa basınç altında 14 mm çapında 5mm kalınlığında tabletler şeklinde üretildi. Malzemeler iki defa sinterleme işlemine tabi tutuldu. İki sinterleme ısıl işlem basamakları şekil 5 ve 6'da verilmektedir.



Şekil 5 İlk sinterleme için ısıl işlem basamakları.

İlk sinterleme sonrasında tablet halindeki malzemeler birincisinden farklı ısıl basamakları ve sıcaklıklar için ikinci defa aynı atmosferde sinterleme yapıldı (Şekil 6).



Şekil 6 İkinci sinterleme için ısıl işlem basamakları.

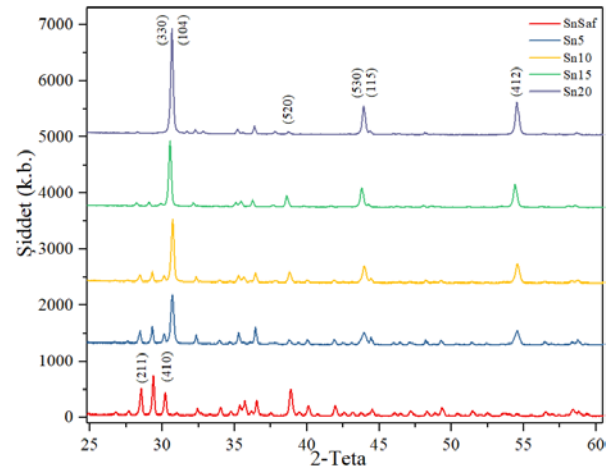
3.4 X-ışını kırınım desenleri (XRD)

Üretimi tamamlanmış olan malzemelerin Kristal yapısını araştırmak amacıyla X-ışını kırınım desenlerinden yararlanıldı. Malzemelerin X-ışını kırınım desenleri şekil 7 de verilmektedir. Kırınım desenleri incelendiğinde malzemede 2-Teta açısı 25-60 aralığında kristal yapılara ait pikler gözlemlenmiştir. Saf malzemenin kırınım desenlerinde yaklaşık 2-Teta 28 derecede gözükken (211) ve yaklaşık 39 derecede gözlemlenen (520) piklerinin artan kalay (Sn) miktarıyla birlikte özellikle Sn20 malzemesinde bu iki pikin yapı içerisinde önemsenmeyecek kadar azaldığı görülmektedir. Ayrıca artan kalay miktarı, SnSaf malzemesinde düşük şiddette veya hiç gözükmeyen (410), (530), (412) piklerinin, sırasıyla 2-Teta 31, 44 ve 54 derecelerinde oluşumuna sebep olmuştur. Kristal yapı analizi yapıldığında polikristal yapıya sahip olan malzemelerde

Ortorombik ve Tetragonal Kristal yapılarının çoğunlukla olduğu gözlemlenmiş ve Kristal yapı bilgileri Çizelge 1 de verilmiştir.

Çizelge 1 Malzemelerin Kristal Yapısı, örgü parametreleri ve birim hücre hacmi

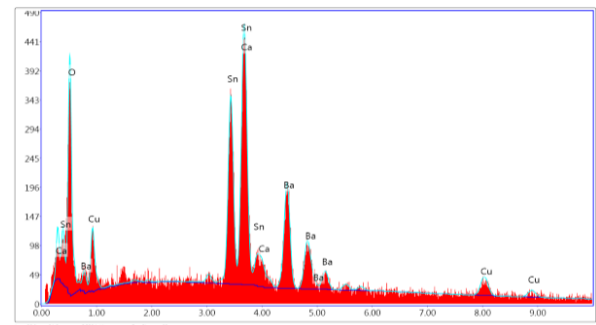
Malzeme	Kristal Yapısı	Örgü parametreleri			Birim Hücre Hacmi (nm ³)
		a (nm)	b (nm)	c (nm)	
Ba-Ca-Cu-Sn-O	Tetragonal	2,039	2,039	6,517	27,094
	Ortorombik	1,300	1,028	3,458	4,627



Şekil 7 Malzemelerin X-ışını kırınım desenleri.

3.5 Enerji Dağılımlı X-Ray Analizi (EDX)

Malzemelerin temel bileşimini tanımlamak için EDS veya EDAX olarak anılan Enerji Dağılımlı X-Ray Analizi (EDX) inceleme tekniği kullanıldı. Polikristal yapıyı oluşturmak için kullanmış olduğumuz Ba-Ca-Cu-Sn elementlerinin varlığı Şekil 8 de verilen EDX grafiğinde görülmektedir. Ayrıca bu elementlerin ağırlıkça yüzde oranları Çizelge 2 de verilmektedir.



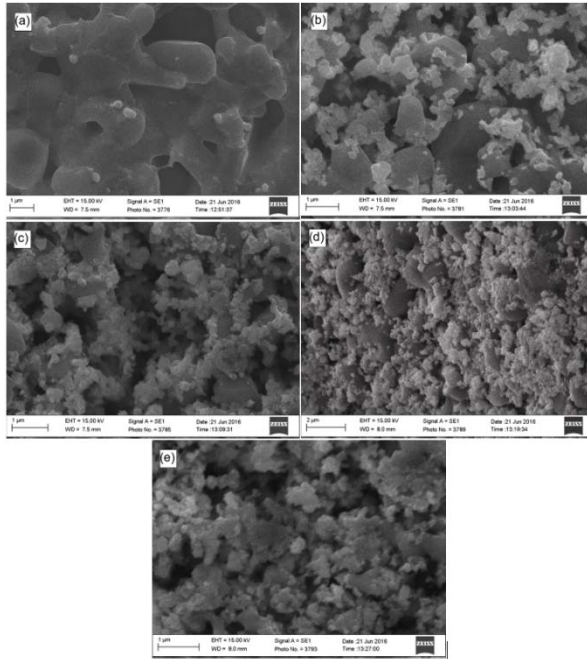
Şekil 8 Malzemelerin EDX ölçümü.

Çizelge 2 Elementlerin ağırlıkça yüzde oranları.

Element	Ağırlıkça %	Atomik %
O K	12,75	44,34
Cu L	6,99	6,07
Sn L	29,50	13,83
Ca K	15,42	21,42
Ba L	35,39	14,34

3.6 SEM incelemesi

Üretimi yapılmış olan malzemeler SEM fotoğrafları (Şekil 9) ile morfolojik açıdan incelendiğinde artan kalay miktarının yüzeyel erimeler ve tane küçülmesine sebep olduğu görülmektedir. Tane boyutlarının ufalması akım yoğunluğu gibi tane temasının iyi olması istenen bazı özellikler açısından olumlu etki yapmaktadır. Tabiki bu ufalma ile birlikte istenmeyen kirililiklerin de oluşması ihtimal dahilindedir. Bunun anlaşılması oldukça geniş imkan ve araştırmaya ihtiyaç duymaktadır. Çalışılan Malzeme özelinde düşünüldüğü zaman buna ihtiyaç olduğu açıktır.



Şekil 9 Malzemelerin SEM fotoğrafları.

4. Sonuçlar

Bu çalışmada düşük sıcaklık (90K) fazına SnO nano parçacıklarının katılanma etkisi, $Ba_2Ca_3Cu_{6-x}Sn_xO_y$ ($x = 0.0; 0.5; 1.0; 1.5; 2.0$) nominal kompozisyonu için araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi verilebilir.

1. Ba-Ca-Cu-O süperiletkenleri 126K ve 90K geçiş sıcaklığına sahip ve daha büyük $c=33.7 \text{ \AA}$ sahip iki faz bilinmektedir. Ancak 126K'lik fazı elde etmek için yüksek basınca ihtiyaç vardır ve bu faz basınç ortamı yok olduğunda kararlılığını çok kısa sürede kaybederek diğer faza dönüşmektedir.
2. X-ışını kırınım desenleri incelendiğinde malzemede 2-Teta açısı değeri 25-60 aralığında kristal yapılara ait pikler gözlemlenmiştir. Saf malzemenin kırınım desenlerinde yaklaşık 2-Teta 28 derecede gözükürken (211) ve yaklaşık 39 derecede gözlemlenen (520) piklerinin artan kalay (Sn) miktarıyla birlikte özellikle Sn20 malzemesinde bu iki pikin yapı içerisinde önemsenmeyecek kadar azaldığı görülmektedir. Ayrıca artan kalay miktarı, SnSaf malzemesinde düşük şiddette veya hiç gözükmemeyen (410), (530), (412) piklerinin, sırasıyla 2-Teta 31, 44 ve 54 derecelerinde oluşumuna sebep olmuştur. Kristal yapı analizi yapıldığında polikristal yapıya sahip olan malzemelerde Ortorombik ve Tetragonal Kristal yapılarının çoğunlukla oluştuğu gözlemlenmiştir.
3. Malzemelerin temel bileşimini tanımlamak için EDS veya EDAX olarak anılan Enerji Dağılımlı X-Ray Analizi (EDX) inceleme tekniği kullanıldı. Polikristal yapıyı oluşturmak için kullanılan olduğumuz Ba-Ca-Cu-Sn elementlerinin varlığı EDX grafiğinde görülmektedir.
4. SEM incelemesinden artan kalay miktarının yüzeyel erimeler ve tane küçülmesine sebep olduğu görülmektedir.

Teşekkür

Bu çalışma, Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi BAP Birimi tarafından FEB2016/25 nolu, BAGEP projesi kapsamında desteklenmiştir.

Kaynaklar

- [1] Onnes, H.K. (1911) The Resistance of Pure Mercury at Helium Temperatures. Commun. Phys. Lab. Univ. Leiden, 12, 1.
- [2] Kareem A. Jasim, Tariq J. Alwan and Ilham K. Onees, Preparation and Physical Properties of Doped $Bi_{2-x}Sb_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$ Superconductors, ZANCO Journal of Pure and Applied Sciences, ZJPAS (2016), 28 (s6); s22-s26
- [3] Y.Y. Xue, Y.Y. Sun, I. Rusakova, D.K. Ross, Z.L. Du, N.L. Wu, Y. Cao, L. Gao, B. Hickey, C.W. Chu, Phase identification of the new 126 K Ba-Ca-Cu-O Superconductor, Physica C 294, 1998. 316-326.

EFFECT OF DIFFERENT METAL OXIDES ON VICKERS HARDNESS OF THE FRIT BASED CRYSTALLINE GLAZES

Keriman Pekkan^a, Yalçın Gün^b

¹Dumlupınar University, Faculty of Fine Arts, Department of Ceramic and Glass, Kütahya, Türkiye, E-mail: keriman.pekkan@dpu.edu.tr

²Dumlupınar University, Graduate School of Natural and Applied Science, Master of Science in Materials Science and Engineering, Kütahya, Türkiye, E-mail: yalcingun.tr@hotmail.com

Abstract

Frit based glaze is a thin glassy surface coating which gives technical and aesthetic value to the ceramic product after firing. Crystalline glazes are one of the most important type of artistic glazes formed through a controlled crystallization of glass during a special heat treatment. Crystals are visible to the naked eye and the product can have only a few single crystals on the surface or the entire surface can be coated with crystals. The preferred clay substrate for crystalline glazes is porcelain and in some cases may be used for the macrocrystallines. Usage of these types of glazes as porcelain tile coatings is an alternative choice for relevant ceramic industry and these glazes strongly enhance the visual quality of the final products. When designing crystalline glazes for porcelain tiles; besides the chemical composition, mechanical properties such as hardness is also an important factor. Within the scope of experimental studies, frit based crystalline glazes which consist of different nucleating agents such as MnO, Fe₂O₃, NiO, CoO, CuO and Cr₂O₃ were applied on the raw porcelain bodies and then subjected to a special heat treatment cycle. The aim of this study was to investigate the effect of different metal oxides on crystallization capacity of newly developed fritted glaze compositions and Vickers hardness of the final products. Micro hardness of the glazes was measured with Vickers hardness test method. Characterization of crystalline glazes was done by x-ray diffraction (XRD) technique.

Keywords: Hardness, crystallization, metal oxides

1. Introduction

There are many types of glazes in the ceramic industry and the demand for new products is increasing each passing day. Ceramic glazes can be classified as raw or fritted depending on their composition or method of production or, by making a generalization that can cover all of these groups, as liquid or viscous liquid. They can also be classified as single-firing and double-firing glazes or according to the different firing atmospheres [1,2]. There are glazes with various colours and surface properties currently being used. The physical and mechanical properties of the final product is related to some factors such as firing procedure, temperature, application method, and its ingredients. Therefore, in order to develop and calculate a new glaze, it is necessary to control the whole

production process and know the behaviour and effect of its component materials [3].

Glazes provide hardness, chemical resistance and protection against external effects to the materials they coat. When developing a new product for ceramic market by using crystalline glazes, the final appearance is not the only factor because the glaze should also fulfil the desired mechanical properties. Hardness is one of the most important mechanical properties of ceramic glazes and microhardness is defined as the resistance offered by the materials against breaking. Conventionally, the measurements in the hardness test are performed using a Vickers loading tip. The Vickers hardness test is performed by exerting a force of 1 kg (9.81 N) for a specific period of time [4-6].

An artistic type of glaze, the crystal glazes are glazes that contain crystals which enlarge while cooling, along with the firing process [7]. With crystal glazes, very diverse visual effects such as transparent, opaque, glossy or nacreous effects may be achieved on the glaze surface thanks to the micro and macro crystals dispersing within the glaze during the firing process. These glazes may be prepared as raw or fritted glazes. If the glaze does not contain soluble materials, it can be prepared as a raw glaze and cost effective glazes can be obtain. However, fritted glazes are more advantageous because they mature shortly with respect to raw ones [8,9].

Various factors play a role in the crystallization within the glaze. The most prominent of these factors is the fact that the liquidity of the glaze can be as high as possible, i.e. the viscosity is low [2]. As the components in a glaze with low viscosity are unable to move easily, a uniform structure (crystallization) is not created and vitreous solidification occurs [10]. The most convenient firing for the formation of crystal glazes is the oxidation firing [9, 11-12].

One of the most important factors for crystal glazes is the firing regime. Firing program not only determines the structure, but also determines the quantity of crystals that are reformed [13]. While forming these types of glazes, the temperature at which crystal cores (the smallest formation units) are created and at which the crystallization speed is the highest must be determined [14]. The size and growth of crystals are belong to firing regime and holding at the crystal growth temperature too much results in larger crystals [9].

If the amount of certain oxides is sufficient in the glaze

composition, crystallization occurs during cooling. The crystals of each material have different shapes and different growth speeds. While crystals in the shape of stripes, which are sometimes diagonal or which overlap each other, are formed with Zinc oxide (ZnO), crystals in the form of bunches that shine under the sunlight are obtained with rutile (TiO₂) [2,9,14,15]. In this study, the degree to which the metal oxides added as colorants affect the hardness of the crystal glaze is examined.

2. Experimental Studies

In this study, a new crystal glaze composition is developed by taking the crystal glazes [16-17] obtained from previous researches as the reference (Table 1). 100 grams of crystal glaze frits was weighed, loaded on the porcelain glaze mills containing carboxymethylcellulose (CMC) and sodium tripolyphosphate (STPP) addition as well as alumina

balls, and subjected to wet grinding for 50 minutes (Table 2). New recipes were developed by adding different percentages of MnO, Fe₂O₃, NiO, CoO, CuO and Cr₂O₃ metal oxides to this glaze, which is coded as R1. Prepared glazes are applied on raw porcelain structures with the pouring method. Amount of metal oxides added to the glaze compositions are given in Table 3 and firing regime for glazed porcelain structures are depicted in Table 4. Glazes were characterized via x-ray diffractometer (XRD) method and the microhardness of crystals formed was measured by the device model DUROLINE-M of METKON. Hardness values were obtained for 15 seconds from different points of the crystal glaze samples fired using Vickers hardness testing method by using a load of 1 kg. For each sample, the measurements are obtained from the crystal and the area without crystals. Three measurements were obtained from each area and the averages for these measurements were calculated.

Table 1. Composition ranges of the frits used in the studies

K ₂ O.Al ₂ O ₃ .6SiO ₂	Na ₂ CO ₃	Li ₂ CO ₃	CaMg(CO ₃) ₂	CaCO ₃	ZnO	SiO ₂	TiO ₂
20-25	4-6	1-3	1-3	3-12	20-25	35-40	2-5

Table 2. Glaze composition (% wt)

Material	Weight %
Frit	95
Kaolin	5
Water	50
Carboxymethylcellulose (CMC)	0.15
Sodium tripolyphosphate (STPP)	0.25

Table 3. Amount of metal oxides added to the glaze compositions (wt %)

R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7
-	3% Cr ₂ O ₃	3% CuO	3% MnO	3% Fe ₂ O ₃	3% CoO	0.03% NiO

Table 4. Firing regime for glazed porcelain structures*

Glaze firing temperature (°C)	Waiting period (min.)	Crystal formation temperature (°C)	Waiting period (hour)
1295	5	1175	1

*Heating speed 3 °C/min. and cooling speed 2°C/min.

3. Results and Discussion

Photos of the samples were taken after the firing and their surface properties were examined. Crystal glazes in different colours and shapes were obtained after the firing of glazes prepared by adding metal oxide (Figure 1). Vickers hardness values of the samples are shown in Table 5 and the comparison of the hardness values

of glassy and crystal phases schematically are depicted in Figure 2. When the hardness measurements results were examined, it was determined that the glaze containing MnO metal oxide, coded R4, had the highest Vickers microhardness value. However, CuO is decreased the hardness value of the glaze. Other recipes with a high hardness value are R7, R6, R5, R2, R1 and R3, respectively. When the hardness values obtained from the glaze and crystal for each sample are

examined, it is observed that the crystal formation increases the hardness of the glaze. Glaze R1, to which no metal oxide was added, has the lowest hardness value.

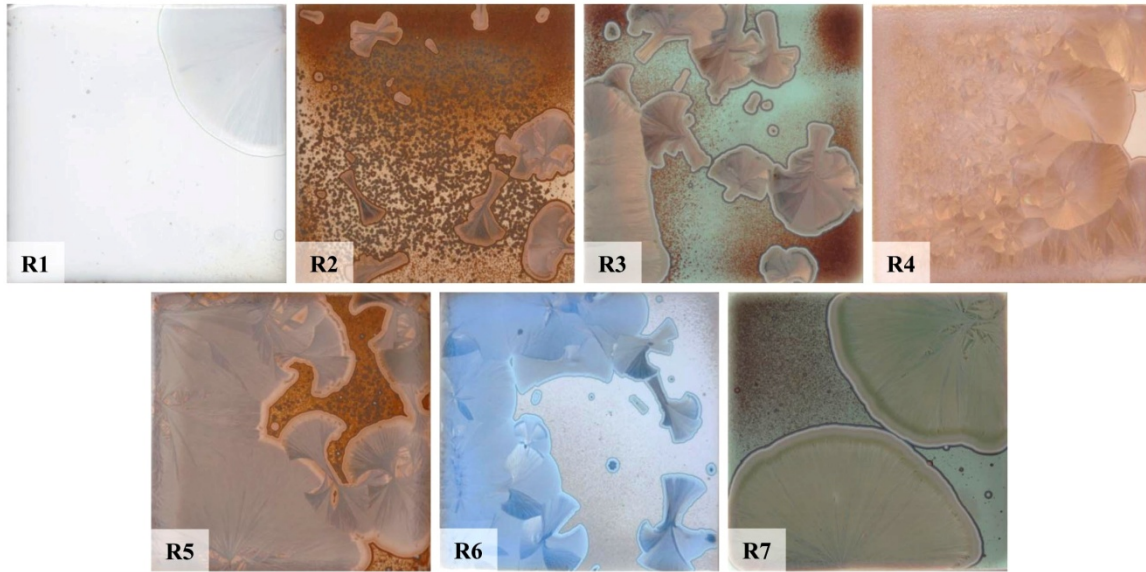


Figure 1. Surface images of samples fired with glazes.

Table 5. Hardness values of the samples.

Recipes	Glassy Phase Hardness (MPa)	Crystal Hardness (MPa)
R1	5070	6522
R2	5649	6894
R3	5247	5806
R4	6198	8630
R5	5816	7130
R6	5649	7336
R7	5335	8012

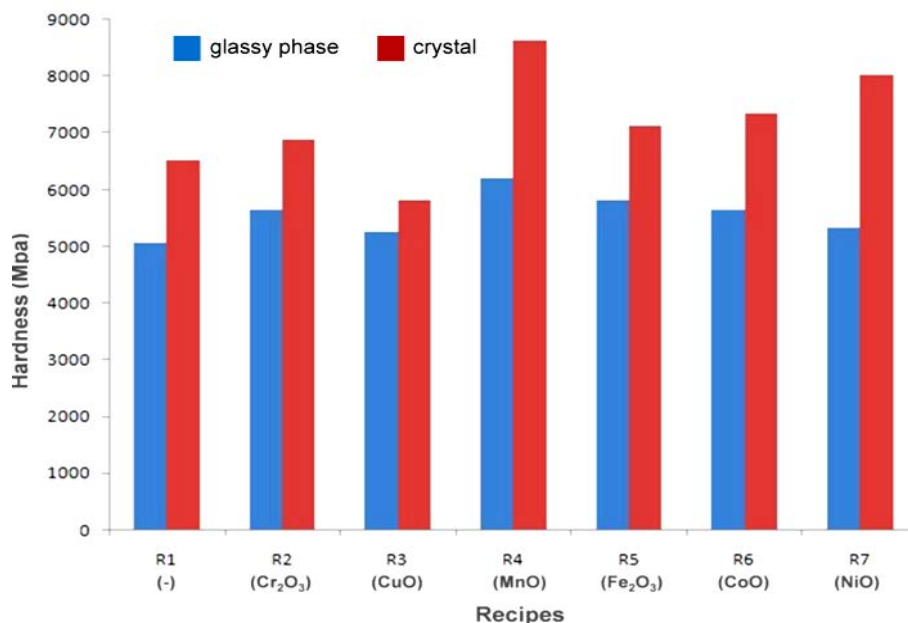


Figure 2. Comparison of the hardness values of glassy and crystal phases.

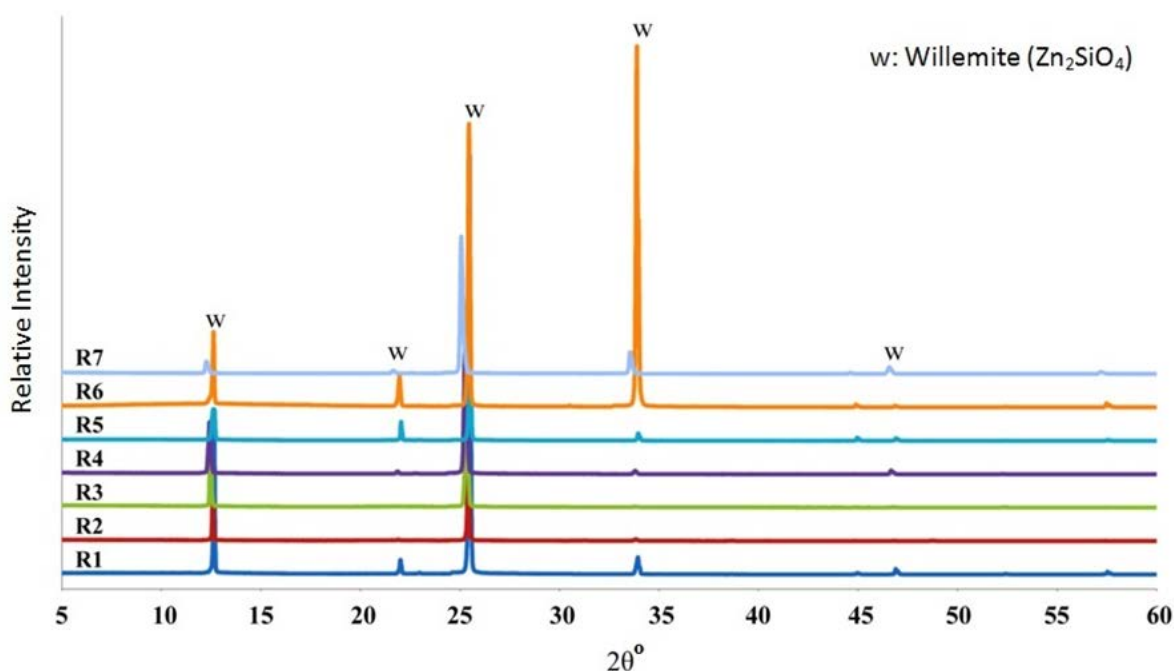


Figure 3. XRD patterns of the studied glazes.

Accordance to XRD results, all of the glazes contain willemite crystals predominantly (Figure 3). R 6 glaze which consist of 3% CoO, exhibited a relatively high peak intensity of willemite crystal. CoO is a strong colorant and gives shades of blue in glaze system [11]. Besides its powerfull colourant effect, CoO increased the peak intensity of willemite crystals amongst the other colorant metal oxides in the studied glaze compositions. A distinctive amount of zinc containing frit systems generally tend to form large macro crystalline zinc silicate (willemite) $2ZnOSiO_2$ [18-19]. Small crystals in the glaze structure give rise to whiteness and opacity, where as willemite grow in a

transparent, residual transparent, and amorphous phase with a nakedly visible macro size. The chemical and mechanical conditions of the glass surface directly influence the nucleation. The growth process of the willemite crystal is generally related to the firing procedure, chemical composition of the glaze, and the nucleating agents. The crystal formation is provided by ZnO and SiO₂ affects the growth process of the glassy phase crystals [20-21]. Generally, the nucleation starts on the surface of the glassy coatings. In order to control the willemite crystals, it is necessary to control the diffusion speed of silicon and zinc from the starting centre until the end of the acicular willemite crystal in which it grows. In this way, the growth rate of

the willemite crystals in the spherical areas can be determined. It is necessary to conduct a special firing regime and apply a slow firing for zinc containing frit based macro crystal glazes. This results from the fact that crystallization in such systems requires a slower process, especially compared to other fast firing glazes [9,20,22].

4. Conclusions

It was determined that the metal oxide contribution into the glaze recipe increased the hardness values of the glazes generally. Moreover, the Vickers hardness values of the willemite crystals depicted higher degrees with respect to the glassy phases. MnO increased the hardness of the glaze much higher than Fe₂O₃, NiO, CoO, Cr₂O₃. However, it is observed that the hardness value of crystals in the R3 glaze, which is prepared by adding CuO is lower compared to the hardness of crystals in glaze colorant oxide free R1 and other glazes prepared by adding metal oxides (MnO, Fe₂O₃, NiO, CoO, Cr₂O₃).

5. Acknowledgements

We would like to thank Dumlupınar University and the employees of Dumlupınar University Advanced Technologies Center (ILTEM) for their support in the realization of this study.

References

- [1] Şölenay, E., Seramik Sanat Eğitiminde Sırlama ve Pişirme Yöntemleri El Kitabı. Murat Kitapevi, Ankara, 2012.
- [2] Arcasoy, A., Ceramics Technology. Marmara University Güzel Sanatlar Fakültesi Seramik Ana Sanat Dalı Yayınları, İstanbul, 1983.
- [3] Chavarria, J., Ceramic Class: Glazing Techniques. Pages 6-10, 1998.
- [4] Quinn, G.D., Hardness Testing of Ceramics. Advanced Materials & Processes, 1998.
- [5] Parmelee, C. W. and Harman, C. G., Ceramic glazes. CBI Publishing, Boston, MA, 1973.
- [6] ASTM, ASTM C., 1327-03, Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics, ASTM-International, Metals Park, OH, 2003.
- [7] O'Bannon, L.S. and McColm, I.J., Dictionary of Ceramic Science and Engineering. Plenum Press, New York, 1994.
- [8] Karasu, B., Çakı, M. and Turan, S., The Development and Characterization of Zinc Crystal Glazes. Used for Amakusa-like Soft Porcelains, Journal of the European Ceramic Society, 20(12), 2225-2231, 2000.
- [9] Pekkan, K., The Thermal and Microstructural behavior of a R₂O-RO-(ZnO)-Al₂O₃-(TiO₂)-SiO₂ Based Macro-Crystalline Raw Glaze System. Ceramics International 41(2015)7881-7889, 2015.
- [10] Kartal, A., Sır ve Sırlama Tekniği. Çizgi Matbaacılık, Ankara, 1998.
- [11] Karasu, B., Turan, S., Effects of Cobalt, Copper, Manganese and Titanium Oxide Additions on the Microstructures of Zinc Containing Soft Porcelain Glazes. J. Eur. Ceram. Soc. 22, 1447-1455, 2002.
- [12] Pekkan, K., Taşçı, E., Gün, Y., The Effect of ZnO on Development of Crystals in Crystal Glaze Applications. Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 30(2), 2015.
- [13] Taylor, J.R. and Bull, A.C., Ceramics Glaze Technology. Oxford, Pergamon, 1986.
- [14] Göncü, Y., Investigation of the Usage of Wastes Containing ZnO in Crystal Glazes, Master of Science Thesis, Anadolu University, Graduate School of Sciences, Ceramic Engineering Program, Eskişehir, 2006.
- [15] Gozalbo, A., Orts, M.J., Mestre, S., Gómez, P., Agut, P., Lucas, F. and Blanco, C., Ceramic Glazes With Aventurine Effect. In Qualicer 2006. IX World Congress on Ceramic Tile Quality, Vol. 2, 2006.
- [16] Pekkan, K., Gün, Y., Taşçı, E. and Gülaçtı, N., Large Individual Crystals For Floor Tile Bodies. International Porous Powder Materials Symposium and Exhibition, 450-455, 2015.
- [17] Pekkan, K., Taşçı, E., Gülaçtı, E., Ünersoy, Y., Gün, Y. and Ateş, H.A., The Evaluation of Frit Based Artistic Crystalline Glaze Systems Using as Industrial Floor Tile Glazes. Scientific Research Project, Project Final Report, 2014-48. 2014.
- [18] Rudkovskaya, N.V. and Mikhailenko, N.Y., Decorative Zinc-Containing Crystalline Glazes for Ornamental Ceramics (A Review). Glass Ceram. 58, 387-390, 2001.
- [19] Escardino, A., Amoros, J.L., Gozalbo, A., Orts, M.J. and Moreno, A., Gahnite devitrification in ceramic frits: mechanism and process kinetics. J. Am. Ceram. Soc. 83, 2938-2944, 2000.
- [20] Lewis, M.H., Glasses and Glass Ceramics. Chapman and Hall, New York, 1989.
- [21] Mirhadi, B. and Mehdikhani, B., Crystallization behavior and microstructure of (CaO-ZrO₂-SiO₂)-Cr₂O₃-based glasses. J. Non-Cryst. Solids 357, 3711-3716, 2011.
- [22] Kingery, W.D., Bowen, H.K. and Uhlmann, D.R., Introduction to Ceramics. John Wiley and Sons, New York, 1976.

EFFECT OF Cr PARTICLE REINFORCEMENT AT DIFFERENT RATIOS ON THE MECHANICAL PROPERTIES AND MICROSTRUCTURE OF Cu MATRIX COMPOSITES

FARKLI ORANLARDA Cr PARTİKÜL TAKVİYESİNİN Cu MATRİSLİ KOMPOZİTLERDE AŞINMA PERFORMANSINA VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Mahir UZUN^a, Üsâme Ali USCA^b

^a Bingöl Üniversitesi, Bingöl, Türkiye, E-posta: muzun@bingol.edu.tr

^b Bingöl Üniversitesi, Bingöl, Türkiye, E-posta: ausca@bingol.edu.tr

Özet

Bu çalışmada toz metalürjisi (T/M) yöntemi kullanılarak farklı oranlarda Cr partikülleri, Cu matrisi içerisinde kullanılarak Cu matrisli kompozit malzeme üretilmiştir. Saf Cu tozu içerisinde Cr partikülleri ağırlıkça %5, %10 ve %15 olmak üzere farklı oranlarda katılmıştır. Hazırlanan karışımlar 400 MPa basınç altında şekillendirilmiştir. Şekillendirilen parçalar 900 °C'de 30 dakika boyunca sinterlenmiştir. Sinterleme işleminin başarısı yoğunluğun ve SEM görüntülerinin incelenmesi ile değerlendirilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin mikroyapı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Mikroskop incelemeleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak yapılmıştır. Mekanik özelliklerin belirlenmesinde ise sertlik ölçüm metodu kullanılmıştır. Yapılan SEM incelenmesinde, eş eksenli tanelerden oluşan Cu matrisi içerisinde Cr fazının dengeli dağıldığı gözlenmiştir. Ayrıca artan Cr oranına bağlı olarak sertliğin artışı da gözlenmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin aşınma davranışları pin-on-disk aşınma deneyi yöntemiyle incelenmiştir. Bu inceleme sonucunda kompozit malzemelere; 50N ve 75N yük uygulanarak 0.4 m/s kayma hızında ve 1500m kayma mesafesinde, aşınma derinlikleri, ağırlık kayıpları, sürtünme katsayısı değişimi, aşınma çaplarının değişimi incelenmiştir. Yapılan bu incelemeler sonucunda Cr partikül takviyesi oranı arttıkça aşınma direncinin de olumlu olarak artış gösterdiği tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Aşınma, bakır, krom, kompozit, sertlik

Abstract

In this study, Cr particles in different proportions were produced by using powder metallurgy (P/M) method, and composite materials with Cu matrix were produced by being used in Cu matrix. Cr particles were added at different weight ratios of 5%, 10% and 15%, in pure Cu dust. The prepared mixtures were shaped under a pressure of 400 MPa. The shaped pieces were sintered at 900°C for 30 minutes. The success of the sintering process was evaluated by examining the intensity and SEM images. The microstructures and mechanical properties of the produced composites were investigated. Microscope studies were performed using scanning electron microscopy (SEM). Hardness

measurement method was used for determining the mechanical properties. In the SEM analysis, it was observed that the Cr phase was uniformly distributed in the Cu matrix composed of coaxial grains. In addition, an increase in the hardness was observed depending on the increase in the Cr ratio. The wear behaviors of the composite materials produced were investigated by pin-on-disk wear test. As a result of this examination, composite materials; depth of wear, losses in the weight, variation of friction coefficient, variation of wear diameters at 0.4 m/s shear rate and 1500 m shear distance were investigated by applying 50N and 75N loads. As a result of these investigations, it has been found that as the Cr particle reinforcement ratio increases, the wear resistance also increases positively.

Keywords: Wear, copper, chromium, composite, hardness

1. Giriş

Günümüzde teknoloji çok hızlı gelişmekte ve yeni üretim metotları ile farklı malzemeler geliştirilmektedir. Bu malzemeler günümüz şartlarına daha uygun olmakta ve kullanımları da yaygınlaşmaktadır. Metal matrisli kompozit malzemeler bu amaca uygun olarak son yıllarda yaygın olarak kullanılmakta ve geliştirilmektedir.

T/M ile üretim yöntemi, tam veya yarı mamul ürünleri üretmek için kullanılan bir yöntemdir [1]. Yapılan bir çalışmada "bazı metallerin ergime sıcaklıklarının çok yüksek olduğundan dolayı ve bu sıcaklıklara ulaşılmasının endüstriyel şartlar altında mümkün olmamasından dolayı bazı kompozit malzemelerin, süper alaşım ve sert metaller gibi bazı malzemelerin üretiminin ancak T/M yöntemi ile olduğunu" ifade edilmiştir [2,3,4].

Metal matrisli kompozitler yüksek elastik modülü, yüksek mukavemet ve tekrar üretilebilme gibi birçok pozitif özelliklere sahiptir [5]. Ayrıca bu malzemeler partikül takviyelerinden dolayı çok iyi aşınma direncine de sahiptirler [6,7]. Bakır matrisli kompozitler de yaygın olarak araştırılmaktadır [8].

Cu alaşımları kimya endüstrisi ve elektro teknolojilerde kullanılırlar [9,10,11]. İyi ısı direncine ve elektriksel direncine ilaveten yüksek korozyon ve oksidasyon

direncine de sahiptirler [12]. Ayrıca bakır, iyi bir süneklığe ve tokluğa sahiptir [13]. Cu matrisli kompozitlerin termal iletkenliği ve elektriksel iletkenliği yüksektir. Ayrıca bu kompozitlerin mekanik özellikleri ve tribolojik özellikleri de iyidir [14,15,16,17].

Bakır matrisine, Ni₃Al partikülleri katılarak aşınma dayanımı geliştirilmiştir [5]. Cu-Cr SiC kompozit malzemesi üretilerek sertlik özellikleri geliştirilmiştir [18]. Ayrıca, Cu matrise FeMn_p ve FeCr_p katılarak mikroyapı ve mekanik özellikleri incelenmiştir [19]. Cu matrisine takviye yapılabilir; sertliği, mukavemeti, aşınma direnci

ve iletkenliği geliştirilebilir [20].

Fiziksel ve kimyasal yöntemlerle malzeme yüzeyinden parçacık uzaklaştırılması aşınma olarak tarif edilmiştir [20]. Zn-60Al-(1-5)Cu alaşımlarının kuru sürtünme durumundaki aşınma özellikleri pin-on-disk esaslı bir deney düzeneği ile incelenerek aşınma ile meydana gelen hacim kayıplarının, çalışma süresi ve uygulanan basınçla doğru orantılı olarak arttığı gözlemlenmiştir. Ayrıca değişen Cu matris oranları içerisinde çekme dayanımının %4 oranına kadar arttığı; %4 oranında sonra ise azaldığı ve Cu matris oranının artmasıyla sertliğin de arttığı gözlemlenmiştir [22].

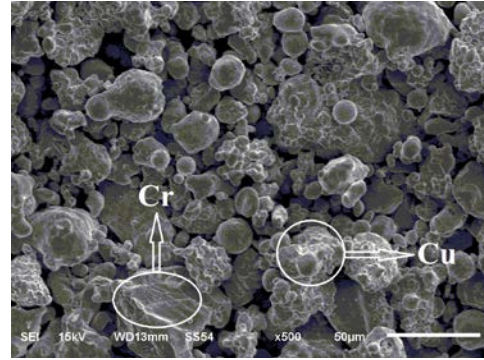
Yapılan bir çalışmada %60 SiC-Al kompozitlerinin aşınma davranışına SiC partikül boyutunun etkisini incelenerek; büyük taneli SiC ile takviye edilmiş kompozitlerin, ince taneli SiC partikülleri ile takviye edilen kompozitlere göre daha yüksek aşınma direncine sahip olduğu gözlemlenmiştir [23]. Literatürde yapılan başka bir çalışmada ise T/M yöntemiyle üretilen demir esaslı FeCu-Grafit malzemelerin (borlanmış, borlanmamış ve borlandıktan sonra bilyalı dövme uygulanmış), pin on disk test cihazında aşınma deneyleri yapılarak; ağırlık kayıpları incelenmiş ve borlanmamış FeCu-Grafit kompozitinin diğer kompozitlere oranla ağırlık kaybının 20-25 kat daha fazla olduğu kanısına varılmıştır [4].

Bu çalışmada T/M yöntemi ile Cu matrislerine Cr partikülleri takviye edilerek kompozit malzemeler üretilmiştir. Ağırlıkça %5-15 aralığında farklı oranlarda Cr takviyesiyle üretilen malzemelerin mikroyapı incelemeleri SEM(Scanning electron microscope) kullanılarak yapılmıştır. Mekanik özelliklerinin belirlenmesinde ise sertlik ölçüm metodu ve pin on disc aşınma deneyi kullanılmıştır.

2. Materyal ve Yöntem

2.1. Deneysel Numunelerin Hazırlanması

Deneysel çalışmalarda kullanılmak üzere Cu partikül boyutu 60 µm'nin altında kullanılmıştır. Kullanılan Cr tozunun partikül boyutu ≤ 50 µm olacak şekilde seçilmiştir. Şekil 1'de Cu-Cr tozunun SEM görüntüsü ve Tablo 1'de EDS analiz raporu verilmiştir.

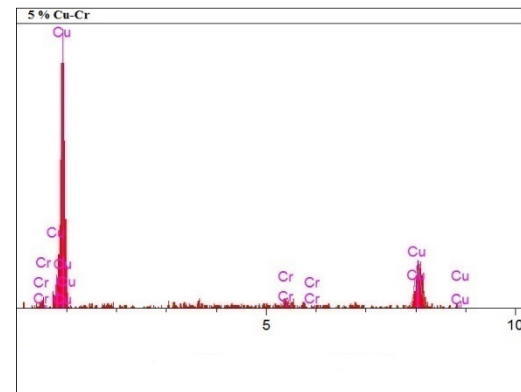


Şekil 1. Ağırlıkça %5 Cr içeren Cu-Cr tozunun SEM görüntüsü.

Tablo 1. Ağırlıkça %5 Cu-Cr tozunun EDS analiz raporu.

ELT.	INTENSITY (C/S)	ERROR 2-sig	CONC.	UNITS
CR	2.74	0.855	5.479	WT.%
CU	13.34	1.932	94.521	WT.%

Metal matrisli kompozit malzemeler, toz metalürjisi yöntemi ile üretilmiştir. Metal matris içerisine ağırlıkça %5, %10 ve %15 oranında Cr takviyesi yapılarak homojen bir karışım sağlanması ile turbula karıştırıcı kullanılarak 24 saat karıştırılmıştır. Karışımın homojen dağılımı SEM'de yapılan EDS analizi ile doğrulanmıştır (Şekil 2).



Şekil 2. EDS analizi grafiği.

Daha sonra karıştırılan tozlar hidrolik pres kullanılarak 400 MPa basınç altında şekillendirilmiştir. Şekillendirilmede kullanılan kalıp Ç1040 çelik malzemeden, silindirik şekilli olup 12 mm çapında ve 25 mm derinliğindedir.

Presleme sonrası elde edilen numuneler 900°C'de 30 dakika boyunca koruyucu atmosfer altında sinterlenmiştir. Bu işlem Protherm GSL-1500X marka tüp fırında alümina altlık kullanılarak yapılmıştır. Sinterlenen numunelerin ağırlıkları A&D HR-250AZ marka hassas terazi kullanılarak belirlenmiştir.

Kütleleri belirlenen numunelerin çapları ve boyları ölçüldükten sonra hacimleri bulunmuştur.

$$\rho_{true} = \frac{m}{v} \quad (1)$$

ρ_{true} : Numunenin gerçek yoğunluğu (gr/cm³), m: Numune kütlesi (gr), v: Numune hacmi(cm³)

Gerçek yoğunluk formül 1'e göre hesaplanarak bulunmuştur. Numunelerin teorik yoğunluğu ise;

$$Dt = [(\%W_{cu} * D_{cu}) + (\%W_{cr} * D_{cr})] \quad (2)$$

Dt: Numunenin teorik yoğunluğu (gr/cm³), D_{cu}: Bakır numunesinin yoğunluğu (gr/cm³), D_{cr}: Krom numunesinin yoğunluğu (gr/cm³), %W_{cu}: Ağırlıkça Cu yüzde oranı, %W_{cr}: ağırlıkça Cr yüzde oranı

formül 2'ye göre hesaplanmıştır. Gerçek yoğunluğun teorik yoğunluğa oranlanmasıyla bağlı yoğunluk elde edilmiştir (Şekil 10).

Numunelerin sertlik ölçümleri ise her bir numunenin beş farklı noktasından ölçüm alınarak Mitutoyo Sertlik Ölçüm cihazında 10 sn boyunca 200 gr yük altında Vickers sertlik metodu yöntemi ile ölçülmüştür (Şekil 4).

2.2. Deney Numunelerine Ait Metalografik Çalışmalar

Presleme sonrası sinterlenen mazlemeler sırasıyla 1000, 800 ve 400 meşlik SiC zımpara ile sulu zımparalanmış ve elmas pasta ile yüzeyi parlatılmıştır. Her bir numune, elmas pasta ile parlatıldıktan sonra etil alkol ile temizlenme işlemine tabi tutulmuştur.

Mikroyapısal incelemeler yapılmak üzere yüzeyleri parlatılan numunelerin her biri %5 Nital ile dağlandıktan sonra etil alkolle temizlenip sıcak hava fırınında 50^o C'deki sıcak hava ile yaklaşık 1 saat kurutulmaya tabi tutulmuştur. Kurutma işleminden çıkan numunelerin mikroyapısal özellikleri JEOL JSM-6510 Scanning Electron Microscope (SEM) cihazında incelenmiştir.

2.2. Sertlik Ölçüm Testi

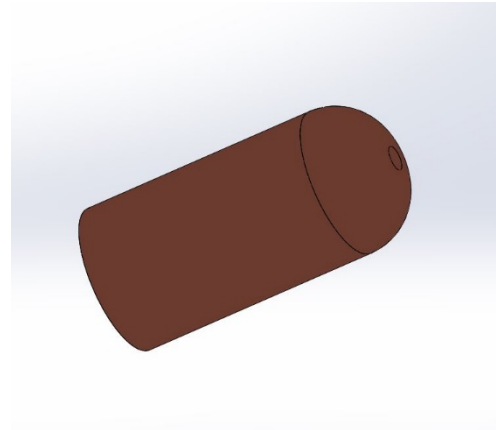
Numunelerin sertlik ölçümleri, her bir numunenin beş farklı noktasından ölçüm alınarak Vickers mikrosertlik ölçüm metodu ile 10 sn boyunca 200 gr yük altında Mitutoyo Sertlik Ölçüm cihazında gerçekleştirilmiştir. (Şekil 4).



Şekil 4. Mitutoyo sertlik ölçüm test cihazı.

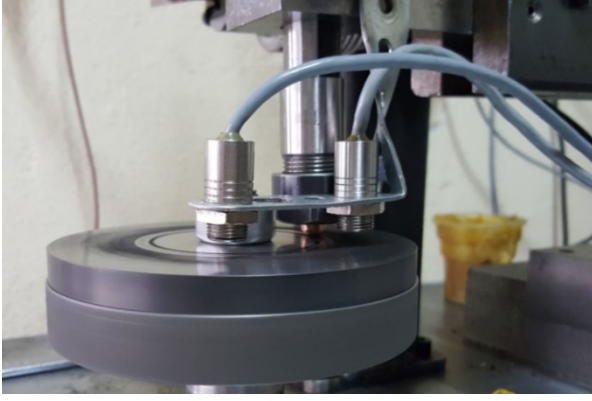
2.4. Aşınma Testi

Deney numunelerinin aşınma özelliklerinin incelenmesinden önce deney numuneleri pin-on-disc esaslı aşınma test cihazının pin kısmına uygun bir şekilde hazırlandı. Bu hazırlık işlemi çerçevesinde deney numunelerinin uç kısımlarına üniversal torna tezgahında 4 mm radyus verilerek talaşlı imalat işlemi yapıldı (Şekil 5)



Şekil 5. Aşınma testine tabi tutulacak numunelerin CAD ortamında gösterimi.

Numunelerin aşınma deneyleri ASTM-G99-05 standardına uygun pin on disk aşınma deney cihazında yapılmıştır. (Şekil 6).



Şekil 6. Pin-on-disk aşınma test cihazı.

Bu deney cihazında aşındırıcı olarak metal bir disk kullanılmıştır. Deney cihazının bu metal diskisi AISI 1050 çeliğinden imal edilmiş olup 100 mm çapındadır. Bu disk, nitrasyon ısı işlemi ile yüzeyi sertleştirilmiştir. Isıl işlem sonrası sertlik değerleri, vickers sertlik ölçüm metoduna göre 1kg altında 10 sn süre ile diskin 4 farklı yerinden yapılarak; ortalama 596.3 HV sertlik değeri bulunmuştur.

Aşınma testi öncesi numunelerin kütleleri 0.001 mg hassasiyete sahip hassas terazi ile ölçüldü.

Aşınma deneyi oda sıcaklığında, 50N ve 75N sabit yük altında ; her bir numune için 1500 m kayma mesafesi ve 0.4 m/s kayma hızına denk şekilde tekrarlandı. Her tekrar boyunca aşındırıcı diskin farklı yüzeyleri ve farklı çapları kullanıldı. Farklı devirlerde gerçekleşen deney her bir numune için yaklaşık olarak bir saat sürdü.

Aşınma deneyinden sonra aşınan malzemeler etil alkolle yıkanarak temizlendi. Oda sıcaklığında 24 saat kurutulma işlemi tamamlandıktan sonra 0.0001 mg hassasiyete sahip hassas terazi ile numunelerin kütleleri ölçüldü.

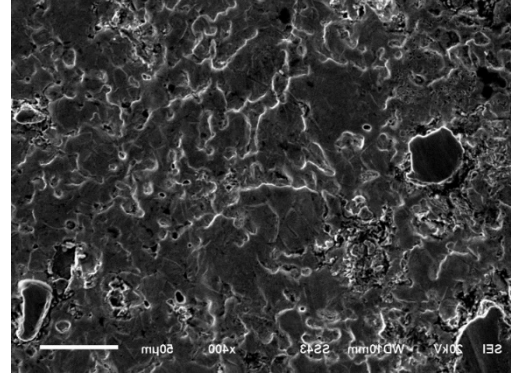
Deney sonrası üretilen bu kompozit malzemelerin kütle kayıpları, sürtünme katsayıları ve aşınma derinlikleri tespit edilerek kıyaslamalar yapılmıştır. Ayrıca numunelerin aşınma yüzeyleri metalografik incelemeler için tekrar hazırlanmıştır. Hazırlanan numuneler SEM cihazında incelenerek aşınma yüzeyi ve aşınma çapları hakkında bilgi edinilmiştir.

3. Bulgular ve Tartışmalar

Bu çalışmada Cu metal matrisli tozlara farklı oranlarda Cr partikülleri katılarak toz metalurjisi tekniği ile Cu matrisli kompozit malzemeler üretilmiştir. Üretilen malzemelerin mikroyapıları ve malzemelerin sertlik değerleri incelenmiştir. Yapılan deneysel çalışmalar neticesinde aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

3.1. Mekanik Özellikler

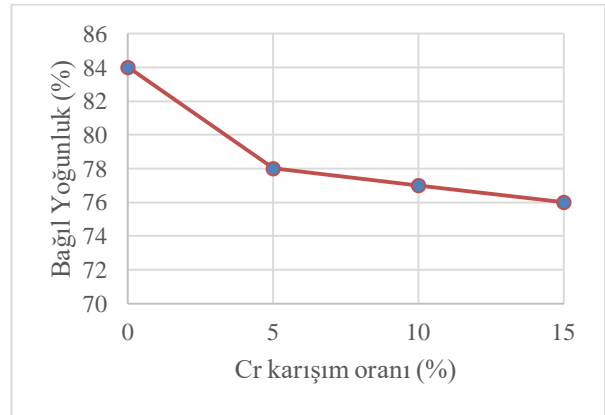
Sinterleme sonucunda, yüzey dağlanmış ve kompozit malzemelerin ağırlıkça %5-%15 arasındaki numunelerin ve saf bakır numunesinin SEM görüntüsü alınmıştır (Şekil 7).



Şekil 7. %5 Cr partikülü içeren Cu-Cr kompozitinin SEM görüntüsü.

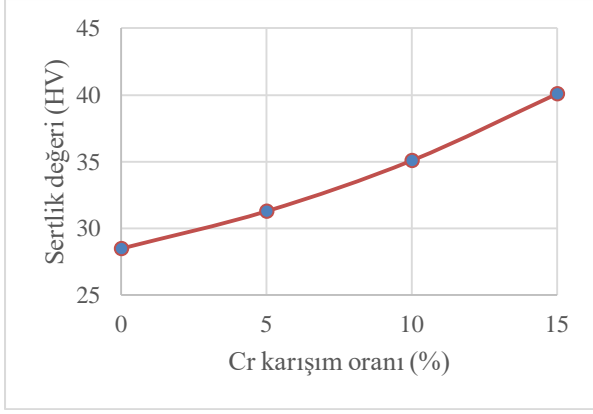
SEM görüntülerinden sinterleme sonrası taneler arasında sağlıklı ikizlenmelerin oluştuğu ve gözenek yapının azaldığı, ayrıca tane sınırlarının net bir şekilde görülebildiği tespit edilmiştir.

Ayrıca takviye edilen Cr partiküllerinin homojen dağıldığı ve herhangi bir bölgede kümelenmediği anlaşılmıştır. SEM görüntülerinden tane boyutlarının 50 µm altında olduğu, dolayısı ile tane irileşmesinin olmadığı tespit edilmiştir. Üretilen Cu-SiC kompozit malzemesinde bazı Cu-SiC ara yüzeylerinde gözenekler olduğu bu nedenle bağıl yoğunluğun artan SiC oranı ile düşüş sergilemesinde Cu matrisin SiC partiküllerini ıslatma kabiliyetinin de etkili olduğu belirtilmiştir [24]. Bunun yanında sinterleme sonucu bağıl yoğunluk değerlerinin azaldığı tespit edilmekle beraber, Cr oranının da arttıkça bağıl yoğunluğun azaldığının gözlenmesi bu kanıyı desteklemektedir. (Şekil 8).



Şekil 8. Cr partikülü takviye oranı – bağıl yoğunluk grafiği.

Yapılan mikro sertlik ölçümlerinde ağırlıkça % Cr partikül oranı artışına paralel olarak sertlik değerlerinde artış olduğu belirtilmektedir [18]. Beş farklı noktadan yapılan ölçümlerin ortalamalarının alınmasıyla oluşturulan Şekil 9'da verilen sertlik ölçüm değerlerinde artışın görülmesi bu çalışmayı desteklemektedir.



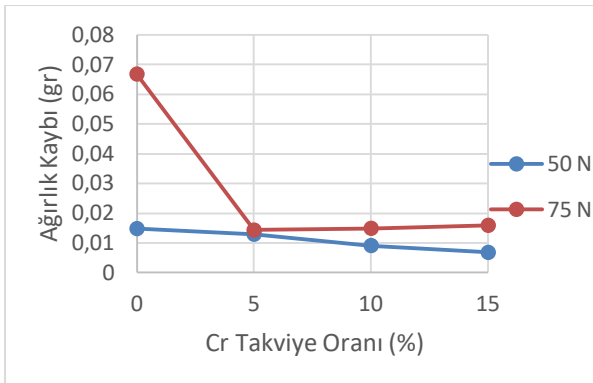
Şekil 9. Sertlik Ölçümleri.

Yapılan incelemede en yüksek sertlik değeri 40 HV değeri ile ağırlıkça %15 Cr partikül takviyeli numunelerde görülmüştür. Sertlik değerlerindeki bu artış oranı, Cr takviye oranına paralel olarak artış göstermektedir. Sertlikteki bu değer artışı, Cr takviye oranının artışı ile birlikte diğer mekanik özelliklere de olumlu yansıtacağını göstermektedir.

3.2. Aşınma Deneyi

Farklı Cr takviye oranlarındaki Cu matrisli kompozitler için 50N ve 75N altında 0.4 m/s sabit kayma hızı ve 1500 m kayma mesafesi için her bir numune için ağırlık kaybı, sürtünme katsayısı ve aşınma derinliği ölçülmüştür.

Aşınma deneyi öncesi ve sonrasında yapılan ölçümler neticesinde ağırlık kayıpları ile ilgili elde edilen veriler şekil 10'da verilmiştir.



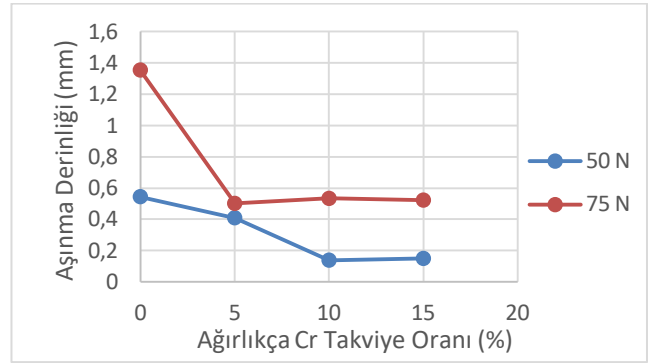
Şekil 10. Cr partikülü takviye oranı – ağırlık kaybı grafiği.

Deney verileri sonuçlarına göre en fazla ağırlık kaybı yaklaşık olarak 0.07 gr, saf bakır numunesi ile 75 N yükte meydana gelmiştir. En az ağırlık kaybı ise yaklaşık 0.01 gr, %15 Cr takviyeli Cu-Cr kompoziti ile 50 N yükte meydana gelmiştir. Cr takviye oranının artması ile genel olarak ağırlık kaybı azalmıştır.

Dolayısıyla 75 N ve 50 N yüklerde uygulanan deney sonuçlarına bakıldığında her bir yük grubunda da Cr takviye oranının artmasıyla aşınmanın azaldığı görülmüştür. Cr partikül takviyeli numunelerin, saf bakır numunelerinin aşınma direnci ile kıyaslandığında pozitif yönde çok ciddi katkı sağladığı görülmüştür. Ancak grafik dikkatle incelendiğinde %5 Cr takviye oranından sonra 75 N değerinde yük için, ağırlık kaybı neredeyse dengelenerek değişme olmadığı hatta çok küçük bir miktar ağırlık kaybının arttığı gözlemlenmiştir. Bunun sebebinin, %5 Cr takviye oranının aşınmaya karşı oluşturduğu direncin, eşik değeri olduğu tahmin edilmektedir.

Ağırlık kaybindan elde edilen sonuçların desteklenmesi amacı ile, deney cihazında bulunan sensör yardımıyla numunedeki aşınma derinliğinin ölçümü yapılmıştır.

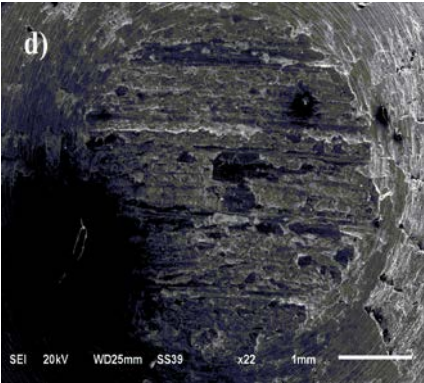
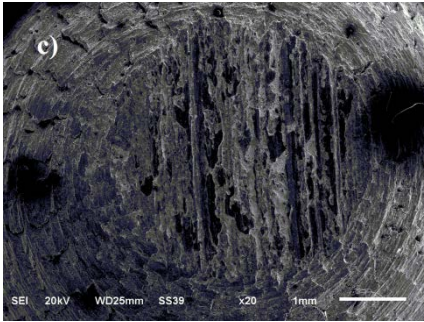
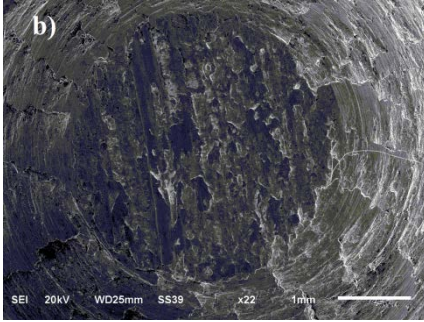
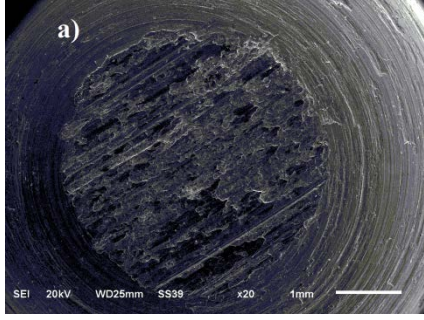
Yapılan aşınma deneyi sonucunda herbir numune için elde edilmiş olan aşınma derinlikleri şekil 11'de verilmiştir.



Şekil 11. Cr partikülü takviye oranı – aşınma derinliği grafiği.

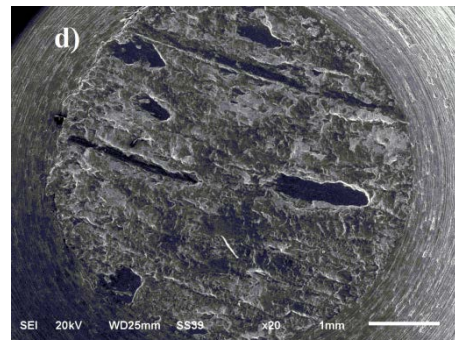
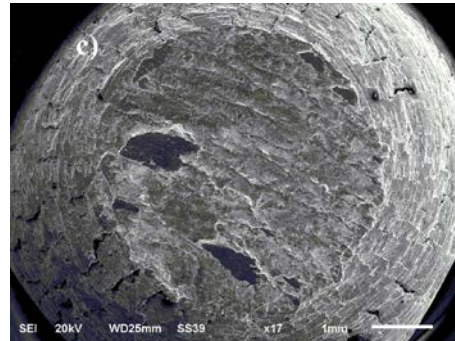
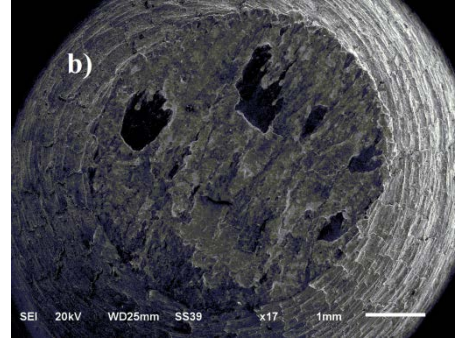
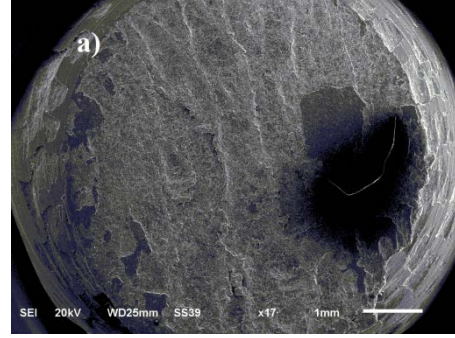
Aşınma deneyi sonucunda aşınan kütlelerin derinliği ölçüldüğünde, en yüksek aşınma derinliğine sahip olan numunenin; yaklaşık olarak 1.4 mm aşınma derinliğine sahip, 75 N yük uygulanan saf bakır numunesi olmuştur. Uygulanan yük grupları içerisinde Cr takviye oranının artmasıyla aşınma derinliğinin genel olarak azaldığı görülmüştür. Bu sonuçlara bakıldığında aşınma derinliğinin, numunelerin sertlik değeri ve aşınma ağırlık kaybıyla doğru orantılı olduğu görülmüştür.

Aşınma deneyinden elde edilen diğer bir sonuç ise SEM görüntüleri ile elde edilen aşınma çaplarıdır. Şekil 12'de 50 N yük altında uygulanan deneyin aşınma çaplarına ait SEM görüntüleri verilmiştir.



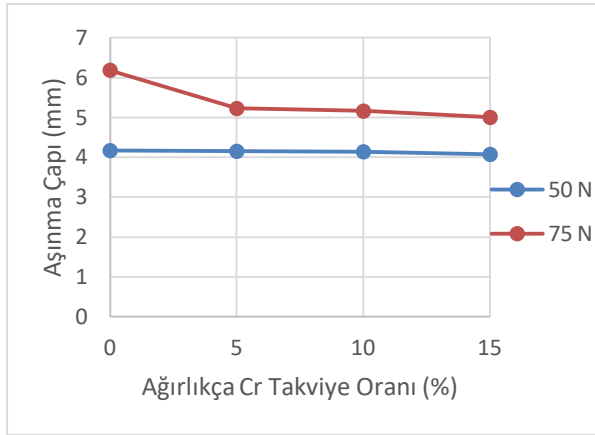
Şekil 12. a) Saf bakır b) %5 Cr takviye oranlı Cu-Cr kompoziti c) %10 Cr takviye oranlı Cu-Cr kompoziti d) %15 Cr takviye oranlı Cu-Cr kompoziti.

Şekil 13'de ise 75 N yük altında uygulanan deneyin aşınma çaplarına ait SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 13. a) Saf bakır b) %5 Cr takviye oranlı Cu-Cr kompoziti c) %10 Cr takviye oranlı Cu-Cr kompoziti d) %15 Cr takviye oranlı Cu-Cr kompoziti.

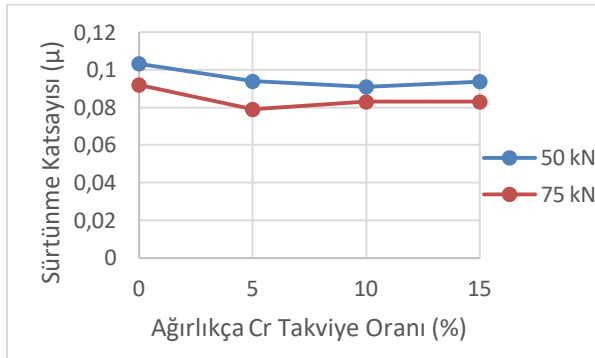
Aşınma deney sonucu numunelerde meydana gelen aşınma sonucu aşınma çapları değerleri şekil 14' de verilmiştir.



Şekil 14. Cr partikülü takviye oranı – aşınma çapı grafiği.

Bu grafiğe bakıldığında en yüksek aşınma çapı, 75 N yük altında uygulanan saf bakır numunesinde olduğu görülmektedir. Burdan yola çıkarak yine en büyük acım kaybı da yine bu numude gerçekleşmiştir. Cr takviye oranının artmasıyla aşınma derinliğinin azaldığı gözlenmiştir. Deney numunesinin aşınan kısımlarının geometrik şekli (Şekil 5) göz önünde bulundurulduğunda aşınma çapı en az olan %15 Cr takviye oranına sahip Cu-Cr kompozitinin 75 N yük altında uygulanan deney de hacim kaybının da en az olduğu görülmüştür.

Aşınma deneyinden elde edilen son veri ise deney numunelerine ait sürtünme katsayısı verisidir. Deney numunesinde bulunun bir kuvvet ölçer yardımıyla sürtünme kuvvetleri elde edildikten sonra deney süresince uygulanan yüke bölünerek elde edilen sürtünme katsayısı şekil 15'de gösterilmiştir.



Şekil 15. Cr partikülü takviye oranı – sürtünme katsayısı grafiği.

Elde edilen sürtünme katsayısı verilerine göre sürtünme katsayısı en yüksek çıkan numune, 50 N yük altında uygulanan saf bakır numunesine aittir. Bu numune için ortalama değer yaklaşık 0.1 olduğu görülmüştür. 75 N yük altındaki saf bakır için ise bu değer yaklaşık olarak 0.09'dir. Her iki numune için sürtünme kuvveti hesaplandığında 75 N yük altındaki saf bakır için sürtünme kuvvetinin daha fazla çıktığı görülecektir. Sürtünme kuvvetinin fazla olan numunenin aşınması daha fazla olduğu için bu veriler daha önce elde edilmiş olan ağırlık kaybı ve aşınma derinliği verileri ile paralellik göstermektedir. Eşit yükteki farklı takviye

oranlarına sahip numuneler üzerinde yapılan deneylerde, saf bakır numunesinin sürtünme katsayısının diğer takviye oranlarına göre daha yüksek çıkması, sürtünme kuvvetinin de yüksek çıkması anlamına gelmektedir. 50 N yük altındaki %15 Cr takviyeli kompozit numunesinde, ortalama sürtünme katsayı değeri yaklaşık 0.09 olduğu ancak aynı yükte saf bakır numunesinde ise bu değer 0.1 olduğu görülmektedir. Böylece saf bakır numunesinin sürtünme kuvveti daha fazla olmaktadır.

4. Sonuç

Bu çalışmada saf bakır numunesine %5,10,15 oranlarında Cr takviyesinin, Cu-Cr kompozitinin mekanik ve aşınma özelliklerine etkisi incelenmiştir. Elde edilen bulgulara göre Cr takviyesi saf bakırın sertliğini artırdığı görülmüştür. Ayrıca yapılan aşınma deneyi ile aşınma sonucu Cr takviyesinin; sürtünme katsayısını, ağırlık kaybını, aşınma çapını ve aşınma derinliğini azaltarak aşınmaya karşı direnç oluşturduğu görülmüştür.

Bu sonuçlar neticesinde Cr partikül takviyesi, bakır matrisli kompozit numunelerinde aşınmaya karşı direnç oluşumuna pozitif yönde katkı sağlamıştır. Bu sebepten ötürü, bu çalışma yapılacak çekme dayanımı tespiti ile desteklenebilir. Ayrıca bu çalışmada saf bakır tozuna yapılan Cr takviyesinin, saf bakırda meydana getirdiği kimyasal değişim ve elektrik iletkenliğinin değişimi de incelenebilir. Yine farklı Cr takviyeleri sonucunda malzemede aşınma dayanımının tespit edilmesi ile birlikte, üretilen bu kompozit malzemenin endüstride kullanımı desteklenebilir.

5. Teşekkür

Bu çalışma Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından (Proje no: MMF.3.16.001) desteklenmiştir.

Kaynaklar

- [1]Yılmaz, S.S., The effects of physical and mechanical properties of surface hardening treatments at ferrous based P/M parts, Ph.D. diss., (Ph.D. thesis), Celal Bayar University Institute of Natural and Applied Sciences, Manisa, 2004.
- [2]Lawley, A., Atomization, The Production of Metal Powders", MPIF, Princeton, 1992
- [3]Turan, H., Sarıtas, S., "Gaz Atomizasyonu ile Metal Tozu Üretimi", 6.Uluslararası MakineTasarım ve Đmalat Kongresi, ODTU, Ankara, 1994.
- [4]Yılmaz, S.S., Unlu, B.S., Varol, R., Borlanmış ve bilyalı dövülmüş demir esaslı T/M malzemelerinin aşınma ve mekanik özellikleri, Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, 7-16, 2008.
- [5]Muratoğlu, M. ve Demirel, M., Cu/Ni₃Al Metal Matrisli Kompozitlerin Kuru Kayma Aşınma Davranışlarının Araştırılması Influence of Non-Standard Geometry of

- Plastic Gear on Sliding Velocities, 5. Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu, 759-764, Karabük, 2009.
- [6]Alpas, A. T. ve Zhang, J., Effect of SiC particulate reinforcement on the dry sliding wear of aluminium-silicon alloys, *Wear*, 155, 1, 83-104, 1992.
- [7]Chen, R., Iwabuchi, A., Shimizu, T., Shin, S. H., ve Mifune, H., The sliding wear resistance behavior of NiAl and SiC particles reinforced aluminium alloy matrix composites, *Wear*, 213, 1-2, 175-184, 1997.
- [8]Liang, Y., Zhao, Q., Zhang, Z., Li, X. ve Ren, L., Effect of B4C particle size on the reaction behavior of self-propagation high-temperature synthesis of TiC-TiB₂ ceramic/Cu composites from a Cu-Ti-B4C system, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 46, 71-79, 2014.
- [9]Tandon, K. N. ve Tian, R. Z., Effect of Sb on the wear behavior of a CuPb alloy, *Scripta Metallurgica et Materialia*, 29, 6, 857-861, 1993.
- [10]Bargel, H.J. ve Schulze, G., *Werkstoffkunde*, 113-118, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1980.
- [11]Yamamoto, K., Sakai, K. ve Sakamoto, M., Properties of the new Cu-Sn-P-Pb-Graphite bearing material with steel backing, *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 41, 3, 335, 1994.
- [12]Barmouz, M., Basharati, G. M. K. ve Seyfi, J., On the effect of processing parameters in producing Cu/SiC metal matrix composites via friction stir processing: Investigating microstructure, microhardness, wear and tensile behavior, *Materials Characterization*, 62, 1, 108-117, 2011.
- [13]Barmouz, M., Asadi, P., Basharati G.M.K. ve Taherishargh, M., Investigation of mechanical properties of Cu/SiC composite fabricated by FSP: Effect of SiC particles' size and volume fraction, *Materials Science and Engineering: A*, 528, 3, 1740-1749, 2011.
- [14]Funkenbusch, P. D., Courtney, T. H. ve Kubisch, D.G., Fabricability of and microstructural development in cold worked metal matrix composites, *Scripta Metallurgica*, 18, 10, 1099-1104, 1984.
- [15]Chen, Z., Lui, P., Verhoeven, D.J. ve Gibson, E. D., The sliding wear resistance behavior of deformation-processed Cu-15vol.%Cr in situ composites, *Wear*, 195, 1-2, 214-222, 1996.
- [16]Saka, N. ve Karalekas, D. P., Friction and wear of particle-reinforced metal ceramic composites, *The International Conference on Wear of Materials*, 784-793, Canada, 1985.
- [17]Nath, D., Biswas, S. K. ve Rohatgi, P. K., Wear characteristics and bearing performance of aluminum-mica particulate composite materials, *The International Conference on Wear of Materials*, 161-167, Canada, 1997.
- [18]Yönetken, A., Erol, A. ve Kaplan, H., Microwave sintering and characterization of Cu-Cr-SiC composite materials, *Metal 2015*, Brno, 2015.
- [19]Turhan, H., Yıldız, T. ve Gülenç, B., Toz metalürjisi ile üretilen Cu/FeMn_p ve Cu/FeCr_p matrisli kompozitlerin mikroyapı ve mekanik özellikleri, *Fırat Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 19, 4, 569-574, 2007.
- [20]Callister, W. D. ve Rethwisch, D.G., (2007). *Materials Science and Engineering*, John Wiley & Sons, 2007.
- [21]Sawla, S., Das, S., Combined effect of reinforcement and heat treatment on the two body abrasive wear of aluminum alloy and aluminum particle composites. *Wear*, 257, 555-561, 2004.
- [22]Bektasoglu, A., Savaskan, T., Zn-60Al-(1-5) Cu alaşımlarının kuru sürtünme durumundaki aşınma özelliklerinin incelenmesi, *Mühendis ve Makina*, 46, 31-39, 2005.
- [23]Ahlatci H., Candan E., Cimenoglu, H., The effect of SiC size on the wear behaviour of 60 vol % SiC-Al composites, *itu dergisi/d*, 2, 37-42, 2003.
- [24]Özgün, Ö., Balalan, Z. ve Ekinçi, Ö., (2016). Farklı oranlarda SiC partikül takviyesi yapılmış Cu matrisli kompozitlerin mikroyapı ve mekanik özellikleri, *Uluslararası Malzeme Bilimi ve Teknolojisi Konferansı*, 229-233, Nevşehir.

INVESTIGATION OF THE EFFECTS OF NANOPARTICLES ON THE PROPERTIES OF EPOXY COATING

EPOKSİ KAPLAMAYA KATILAN NANOPARTİKÜLLERİN KAPLAMA ÖZELLİKLERİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ

Fazliye Karabörk^a Ümit Esra Özcan^b, Şakir Yazman^c, Ahmet Akdemir^d

^a Aksaray Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölüm, Aksaray, Türkiye, fazliyekarabork@hotmail.com

^b Aksaray Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Aksaray, Türkiye, esra980@gmail.com

^c Selçuk Üniversitesi, İlgın Meslek Yüksekokulu, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, Konya, Türkiye, syazman@selcuk.edu.tr

^d Necmettin Erbakan Üniversitesi, Uzun ve Havacılık Fakültesi, Konya, Türkiye, aakdemir@konya.edu.tr

Özet

Bu çalışmanın amacı, epoksi kaplamaya katılan nano partiküllerin etkilerinin araştırılmasıdır. Bu çalışmada, farklı türde ve oranlarda nano partiküller (grafen, SiO₂ ve hibrit) katılan epoksi kaplamalar hazırlanmış ve çelik alt tabaka üzerine uygulanmıştır. Nano partikül katılan kompozit kaplamaların mekanik ve termal performansları çeşitli analizlerle değerlendirilmiştir.

Anahtar kelimeler: Epoksi kaplama, Nano partikül, Silika, Grafen

Abstract

The aim of this study is the investigation on the effect of nano particles additions on epoxy coatings. In this study, the epoxy coatings filled with different nanoparticles (graphene and SiO₂) contents were prepared and applied on the steel substrate. The mechanical and thermal performance of the nanoparticle filled composite coatings were evaluated by various analysis.

Keywords: Epoxy coatings, Nano particles, Silica, Graphene

1. Giriş

Polimerik kaplamalar çevresel ve mekanik etkilere karşı çelik yapıların korunması amacıyla yaygın olarak kullanılmaktadır. Epoksi reçineler sağladıkları avantajlar ve özellikleri nedeniyle çok farklı endüstriyel uygulamalar için kaplama malzemesi olarak en çok kullanılan malzemelerin başında gelmektedir [1]. Ancak, yüksek çaprazbağlı yapıları nedeniyle oluşan zayıf çekme dayanımları ve gevrek yapıları uygulama alanlarını sınırlandırmaktadır [2,3]. Bu durumun üstesinden gelebilmek ve daha yüksek dayanım ve tokluğa sahip epoksi kaplamalar geliştirebilmek için araştırmacılar, çeşitli nanopartiküller katarak epoksi reçineyi modifiye etme yoluna gitmişlerdir.

Polimerik kaplamalarla ilgili çalışmalarda en yaygın kullanılan nano partiküller arasında; TiO₂, ZnO, ZrO₂, CeO₂, CaCO₃, Fe₂O₃, SiO₂ ve karbon nanotüpler (CNT) yer almaktadır [4]. Nano partikül katılan kaplamalarda özellikler; nanopartikülün türü, boyutu, miktarı, nanopartiküllerin birbiriyle ve polimer matrisle uyumu

gibi çeşitli faktörler tarafından etkilenmektedir [5,6]. En az bunlar kadar etkili olan bir diğer faktör ise nanopartiküllerin matris içinde homojen olarak dağılmaması durumudur, yapılan çalışmalarda nanopartiküllerin yüzey alanları ve yüzey enerjileri nedeniyle topaklanma eğiliminde olduklarını göstermektedir [7-9]. Ultrasonik karıştırma ve nanopartikül miktarının mümkün olduğunca düşük tutulması matris içinde daha homojen bir dağılım için yapılabilecek uygulamalardır [10,11].

Silika çok amaçlı bir nanopartiküldür ve farklı uygulamalar için nanokompozit kaplamaların üretiminde kullanılabilir. Diğer nanopartiküller arasında yüksek sertliği, hidrofilik yüzey yapısı ve uygun fiyatı ile öne çıkmakta; çizilme ve aşınma direnci yüksek, şeffaf ve maliyeti düşük kaplamaların elde edilmesini sağlamaktadır [4]. Diğer taraftan karbon nanotüp ve grafen (G) gibi çeşitli karbon formları da polimer kompozitlerin özelliklerini geliştirmek için kullanılan diğer nanopartiküllerdir. Grafen mekanik, elektrik ve termal özellikleriyle dikkati çeken bir malzemedir, ancak polimer kaplamalara katılması durumunda özellikleri nasıl etkilediğine dair yapılan sınırlı sayıda çalışma bulunmakta, yeterince veri bulunmamaktadır [12].

Bu çalışmanın amacı, epoksi kaplamaya katılan, nano SiO₂, grafen ve hibrit nanopartiküllerin (SiO₂-G) etkilerinin incelenmesidir. Bu amaçla, çelik altıklar üzerine farklı oranlarda nanopartikül içeren epoksi kaplama uygulanmış ve çeşitli analizler yapılarak nanopartikül katılan kaplamaların mekanik ve termal performansları değerlendirilmiştir.

2. Materyal ve Metot

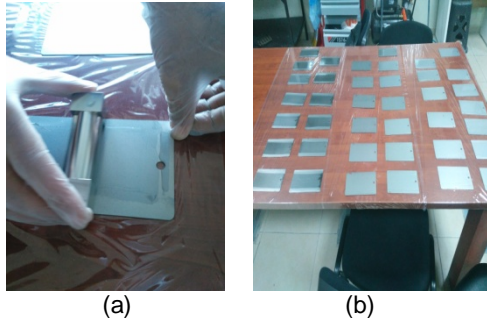
2.1. Malzeme

Kaplama uygulaması için kullanılan epoksi reçine Hexion marka MGS-L285 reçinesidir. Bu reçine 600-900 mPas viskoziteli, ve iki fazlı olup (% 80-90 diglisidil eter bisfenol A ve %10-20 alifatik diglisidil eter karışımı) kürleştiricisi/sertleştiricisi ise yine Hexion markasına ait olan MGS-H285 (% 70- 90 sikloalifatik amin ve % 10-30 polioksil alkil amin karışımı)'dir. Reçineye katılan sertleştirici oranı ağırlıkça 40/100'dür. Kullanılacak olan nanopartiküller, 6nm kalınlık ve 24 µm çap sahip grafen ve 16 nm boyutunda yüzeyi silanla modifiye edilmiş % 97,3 saflıkta SiO₂ Nanografi (Türkiye) firmasından temin edilmiştir. Altık olarak 160x80x2 mm ölçülerinde çelik sac malzeme kullanılmıştır. Altık yüzeyi kaplama

uygulanması yapılmadan önce asetonla temizlenmiş ve alkolle silinerek hazırlanmıştır. Kaplama filminin uygulanması amacıyla Şekil 1a'da görülen boya (film) aplikatörü kullanılmıştır.

2.2. Epoksi Nanokompozit Kaplamanın Hazırlanması ve Uygulanması

Nanopartiküller epoksi reçineye ilave edilerek ultrasonik karıştırıcıda 40 dk karıştırılmıştır. Sertleştirici ilave edilip 5 dk mekanik karıştırıcı ile karıştırıldıktan sonra vakum fırınına konularak hava kabacıklarının alınması sağlanmıştır (-1,5 bar). Bu şekilde karışımlar kaplama uygulaması için hazır hale getirilmiş ve film aplikatörü kullanılarak çelik altlık üzerine kaplama uygulaması yapılmıştır (Şekil 1a). Ağırlıkça % 1 oranında silika katılan, % 0,1 oranında grafen katılan, hibrit nanopartikül katılan (% 1 silika ve % 0,1 grafen) ve karşılaştırma amacıyla nanopartikül katılmamış olan epoksi ile kaplanmış numuneler Şekil 1b'de görülmektedir. Kaplama yapıldıktan sonra numuneler 24 saat oda sıcaklığında bekletilmiş, 15 saat 80 °C sıcaklıkta fırında kürlenmiştir.



Şekil 1. a) Aplikatör ile boya filmi uygulaması
b)Kaplanmış numuneler (Sağdan sola; saf epoksi, silika katkılı, grafen katkılı epoksi kaplama uygulamaları)

2.3. Karakterizasyon

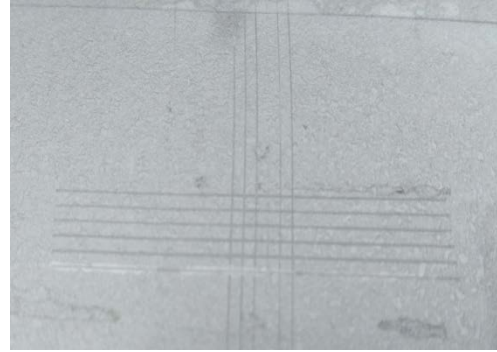
Kaplamanın fiziksel ve mekanik özelliklerini belirlemek amacıyla; yapışma testi (kafes çizgi testi (Cross-Cut testi), ASTM D 3359-90), boya elastikiyeti ölçümü (konik bükme ve Erichsen deformasyon testi, EN ISO 1520) ve darbe direnci ölçümü (ASTM-D 2794) Tümosan A. Ş. (Konya) Boya Test Laboratuvarında yapılmıştır.

Epoksi reçine ve nanopartikül arasındaki etkileşimi ve oluşan kimyasal grupları belirlemek için Fourier Transform İnfrared Spektroskopik Analiz (FTIR) yapılmıştır. Analiz Perkin Elmer 400 markalı cihazda (ODTÜ laboratuvarı), 500 – 4000 cm^{-1} aralığında 4 cm^{-1} çözünürlükte infrared spektrumlar alınarak gerçekleştirilmiştir. Kaplamanın termal kararlılığını belirlemek için Termogravimetrik Analiz (TGA) yapılmıştır. Analiz, 800 °C'ye kadar 10 °C/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir (Aksaray Üniversitesi laboratuvarı).

3. Sonuçlar ve Tartışma

Kaplama, film aplikatörü kullanılarak 60 μm olarak uygulanmıştır, ancak yapılan ölçümlerde elde edilen

kuru film kalınlıkları yaklaşık 45-55 μm olmuştur. Kaplamanın metal yüzeye tutunabilme derecesini belirlemek amacıyla kafes çizgi testi yapılmıştır. Bu testte, kaplama üzerine, birbirine 90° açı ile iki gurup çizgi çizilir ve çizilen yüzey üzerine bant yapıştırılıp kaldırılarak yüzeyden kalkan boya miktarı standartlarda verilen miktarlarla karşılaştırılarak, sırasıyla çok fazla dökülenden dökülme olmayan yüzeye karşılık gelen 0B ile 5B aralığında değişen sınıflara ayrılırlar. Bu çalışmada tüm numuneler üzerinde oluşan izler 5B sınıfında değerlendirilmiş ve bir numune için Şekil 2'de verilmiştir. Bu sonuç, test sonrası kaplamalarda bir dökülmenin olmadığı anlamına gelmektedir.



Şekil 2. Kafes çizgi testi uygulanmış kaplama numunesi

Kaplama filminin herhangi bir çatlama, yırtılma göstermeden bükülebilmesi ve uzayabilmesinin göstergesi olan elastikiyetini belirlemek için yapılan konik bükme testi Şekil 3'te gösterilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde tüm panellerde yırtılmanın meydana geldiği görülmüştür. En iyi sonuç grafen katkılı epoksi kaplamada meydana gelmiştir. Sonra sırasıyla hibrit katkılı epoksi, silika katkılı epoksi ve saf epoksi kaplama gelmektedir.



Şekil 3. Konik bükme testi uygulanmış numune

Elastikiyetin bir diğer ölçüsü Erichsen deformasyon testi uygulanan numuneler Şekil 4'te görülmektedir. Bu testte, sabit bir hızla, kaplanmış panelin arka yüzüne doğru itilen 20 mm çapındaki yarı küre biçimli bir zımba, paneli 0,2 mm/sn hızla deforme etmeye başlar, zımbanın panele değdiği ilk andan kaplamanın çatladığı ana kadar aldığı yol kaydedilir. Bu değer saf epoksi kaplamada 4,8 mm, nanosilika katkılı epoksi kaplamada 4,5 mm, grafen katkılı epoksi kaplamada 5,2 mm ve hibrit nanopartikül katkılı kaplamada 2,9 mm olarak ölçülmüştür. Bu sonuçlar; en esnek kaplama malzemesinin grafen katkılı epoksi olduğunu, hibrit

katkılı epoksi kaplamanın diğer katkılara göre oldukça gevrek bir davranış sergilediğini ortaya koymuştur.



Şekil 4. Erichsen deformasyon testi uygulanmış numune

Kaplamanın, üzerine gelen ani kuvvetlere karşı gösterdiği direnç darbe direnci testi ile ölçülmüştür. Bu testte ucu küresel şekilde olan belirli bir ağırlık, yatay durumdaki kaplamalı panel üzerine dik olarak belirli bir mesafeden düşürülür. Bu işleme, kaplama filminde bir bozulma (çatlama, kabarma, pullanma gibi) meydana gelinceye kadar, her seferinde küresel ağırlığın yüksekliği biraz daha artırılarak devam edilir. Kaplama filminin herhangi bir bozulma göstermeden direnç gösterdiği en fazla yükseklik darbe direnci olarak alınır. Darbe direncini belirlemek için test uygulanmış numuneler Şekil 5'te görülmektedir.



Şekil 5. Darbe direnci testi uygulanmış numune

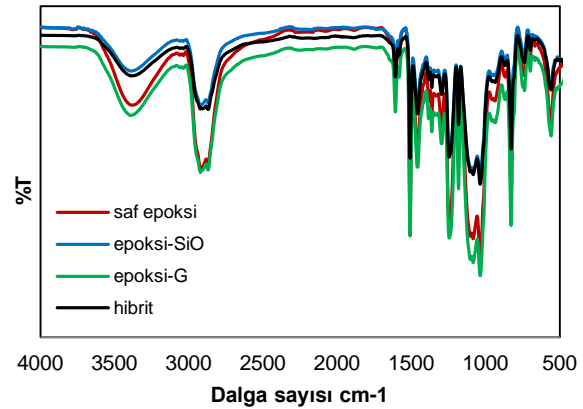
Bu çalışmada tüm numuneler; 35, 40, 50, 70, 80 ve 90 cm yüksekliklerden numune üzerine 0,907 kg ağırlık düşürmek suretiyle teste tabi tutulmuştur. Saf epoksi kaplamada 35 cm yükseklikte kabarma meydana gelirken, silika ve hibrit katkılı epoksi kaplamalarda 35 ve 40 cm yükseklikte hasar meydana gelmemiş, 50 cm yükseklikte çok küçük deformasyon meydana gelmiş ve 70cm yükseklikte kabarmasının arttığı gözlenmiştir. Grafen katkılı epoksi kaplamada tüm yüksekliklerde herhangi bir çatlama meydana gelmemiş, 90cm yükseklikte ise çatlama oluşmaya başladığı görülmüştür.

Tablo 1. Kaplamaların fiziksel ve mekanik özellikleri

Numune*	Nano partikül miktarı	Kafes çizgi testi	Erichsen deformasyon testi (mm)	Darbe direnci testi (cm)
SE	-	5B	4,8	35
SiE	1	5B	4,5	50
GE	0,1	5B	5,2	90
HE	1 SiO ₂ 0,1G	5B	2,9	50

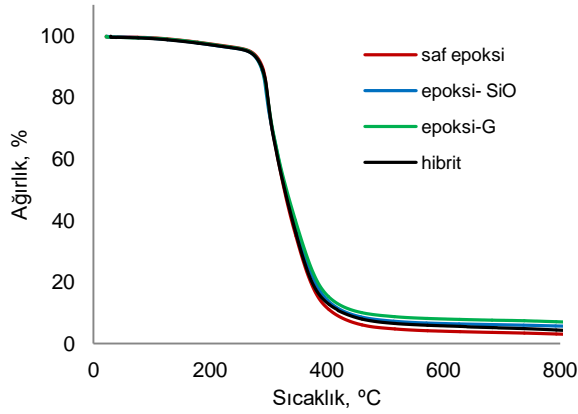
*Saf epoksi (SE), Silika katkılı epoksi (SiE), Grafen katkılı epoksi (GE), Hibrit katkılı epoksi (HE)

Boya ve nanopartikül arasındaki etkileşimi ve oluşan kimyasal grupları belirlemek için yapılan FTIR analizi ile elde edilen sonuçlar Şekil 6'da verilmiştir. Piklerde oluşan kaymalar, epoksi ile nanopartiküller arasında etkileşimin varlığını [13] göstermekle birlikte spektrum üzerinde yeni piklerin oluşmaması kimyasal bir etkileşimden daha çok fiziksel bir etkileşim olduğunu göstermektedir [14].



Şekil 6. Kaplamalara ait FTIR spektrumları

Termogravimetrik analiz numunelerin sıcaklık arttıkça fiziksel ve kimyasal özelliklerinde meydana gelen değişiklikleri belirlemek için yapılmıştır ve elde edilen sonuçlar Şekil 7 ve Tablo 2'de verilmiştir. Katılan nanopartiküllerin epoksi kaplamanın termal davranışını çok fazla etkilemediği anlaşılmıştır. % 5 ve % 50 ağırlık kaybının olduğu sıcaklık değerlerinde bir miktar artış olduğu gözlenmiştir. Bu sonuç, organik ve inorganik yapılar arasındaki etkileşimin ve oluşan bağların termal kararlılığı geliştirebildiğini göstermektedir [15]. Benzer etki 800 °C'de kalan malzeme miktarlarında da gözlenmiş ve saf epoksidede %3,08, nanosilika katılan numunede % 5,65, grafen katılan numunede % 7,04 ve hibrit numunede % 4,46 olarak elde edilmiştir. Ayrıca, artan malzeme miktarının kaplamanın alev direncinin göstergesi olduğu yapılan çalışmalarda ifade edilmiştir [15].



Şekil 7. Kaplamalara ait TGA eğrileri

Tablo 2. Kaplama numunelerinin TG analiz sonuçları

Numune	%5 (°C)	%50 (°C)	800 °C'de kalan malzeme miktarı
SE	267	327	3,08
SiE	265	329	5,65
GE	266	330	7,04
HE	263	328	4,46

1. Sonuçlar

Bu çalışmada, SiO₂, grafen ve hibrit (SiO₂-G) nanopartiküllerin epoksi reçineye katılarak çelik malzeme üzerine yapılan kaplama uygulamalarında özellikleri nasıl etkilediği ele alınmıştır.

Kaplamanın yüzeye yapışma durumunu belirlemek için yapılan kafes çizgi testi sonucunda, tüm numunelerde yüzeyden herhangi bir kalkma olmadığı gözlenmiştir.

Kaplama filminin elastikiyetini belirlemek için yapılan konik bükme ve Erichsen deformasyon testleri sonucunda en yüksek elastik özellikler grafen katkılı numunelerde elde edilmiştir. Kaplamanın, üzerine gelen ani kuvvetlere karşı gösterdiği direnci belirlemek için yapılan darbe direnci testi sonucunda, grafen katkılı epoksi kaplama diğer numuneler içinde en yüksek darbe direncini göstermiştir.

FTIR analizi sonucunda, yeni kimyasal grupların oluşmadığı, sadece piklerde epoksi ile nanopartiküller etkileştiği için hafif bir kaymanın olduğu gözlenmiştir. Termogravimetrik analiz sonucunda, epoksiye katılan nanopartiküllerin termogramların biraz yüksek sıcaklıklara kaymasına neden olarak, termal kararlılığı bir miktar arttırdıkları gözlenmiştir.

Teşekkür

Bu çalışma, Aksaray Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından desteklenen 2016-007 numaralı tez projesi kapsamında hazırlanmıştır.

Kaynaklar

- [1] Ghasemi-Kahrizsangi, A; Neshati, J; Shariatpanahi, H; Akbarinezhad, E, Improving the UV degradation resistance of epoxy coatings using modified carbon black nanoparticles. Prog. Org. Coat., 85, 199–207, 2015.
- [2] Haeri, S. Z; Ramezanzadeh, B; Asghari, M, A novel fabrication of a high performance SiO₂-graphene oxide (GO) nanohybrids: Characterization of thermal properties of epoxy nanocomposites filled with SiO₂-GO nanohybrids. Journal of Colloid and Interface Science, 493, 111-122, 2017.
- [3] Conradi, M; Intihar, G; Milena Zorko, M, Mechanical and wetting properties of nanosilica/epoxy-coated stainless steel, MTAEC9, 49, 613, 2015.
- [4] Ghanbari A. and Attar M. M., A study on the anticorrosion performance of epoxy nanocomposite coatings containing epoxy-silane treated nano-silica on mild steel substrate, Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 23, 145–153, 2015.
- [5] Perera, D. Y., Effect of pigmentation on organic coating characteristics. Review. Progress in Organic Coatings, 50, 247-262, 2004.
- [6] Kotnarowska, D; Przerwa, M; Szumiata, T, Resistance to erosive wear of epoxy-polyurethane coating modified with nanofillers, Journal of Materials Science Research, 3, 2, 2014.
- [7] Rong M. Z; Zhang M. Q; Liu H; Zeng H. M; Wetzel B. and Friedrich K., Microstructure and tribological behavior of polymeric nanocomposites, Ind Lubr Tribol., 53(2), 72-79, 2001.
- [8] Avella M; Errico M. E; Martelli S; Martuscelli E, Preparation methodologies of polymer matrix nanocomposites, Appl Organometal Chem., 15, 434–9, 2001.
- [9] Wetzel, B; Hauptert, F; Zhang M. Q, Epoxy nanocomposites with high mechanical and tribological performance, Composites Science and Technology, 63, 2055–2067, 2003.
- [10] Ramezanzadeh, B; Moradian, S; Tahmasebi, N. ve Khosravi, A., Studying the role of polysiloxane additives and nano-SiO₂ on the mechanical properties of a typical acrylic/melamine clearcoat, Prog. Org. Coat., 72, 4, 621-631, 2011a.
- [11] Boumaza, M.; Khan, R.; Zahrani, S. An experimental investigation of the effects of nanoparticles on the mechanical properties of epoxy coating, Thin Solid Films, 620, 160-164, 2016.
- [12] Tong, Y; Bohm S. & Song, M, Graphene based materials and their composites as coatings, Austin J. Nanomed. & Nanotech., 1, 1, 2013.
- [13] Dhoke, S. K; Mangal Sinha T. J; and Khanna A. S., Effect of nano-Al₂O₃ particles on the corrosion behavior of alkyd based waterborne coatings,

Journal of Coatings Technology Research, 6, 353–368, 2009.

- [14] Barletta, M; Vesco, S; Puopolo, M; Tagliaferri, V, Graphene reinforced UV-curable epoxy resins: Design, manufacture and material performance, Progress in Organic Coatings, 90, 414-424, 2016.
- [15] Kahraman, M. V; Kuşu, M; Menciloğlu, Y; Kayaman Apohan, N. and Güngör, A, The novel use of organo alkoxy silane for the synthesis of organic-inorganic hybrid coatings, Journal of non-crystalline solids, 352, 21-22, 2143-2151, 2006.

INTERNAL STRUCTURE – RESISTANCE RELATIONSHIP OF FLY ASH MORTAR MIXTURES AT EARLY AGES

ERKEN YAŞLARDA UÇUCU KÜLLÜ HARÇLARDA İÇYAPI-DAYANIM İLİŞKİSİ

Eda Taşçı^a, Abdullah Demir^b, M. Uğur Toprak^b, Zişan Demirdaş^a

^aDumlupınar Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Kütahya, Türkiye:
eda.tasci@dpu.edu.tr

^bDumlupınar Üniversitesi İnşaat Mühendisliği Bölümü, Kütahya, Türkiye:
abdullah.demir@dpu.edu.tr

Özet

Günümüzde çimento endüstrisinin geleceğini ekonomik trendlerle birlikte çevresel faktörler de şekillendirmektedir. Bu nedenle çimento endüstrisi, yüksek kalitede ama daha az klinker üreterek puzolanik maddeler olan endüstriyel atıklar (Uçucu kül, cüruf vb.) ve doğal puzolanları (tuf, zeolit ve diatomit) daha etkili bir şekilde kullanılmaktadır. Ancak puzolanik maddelerin fiziksel, kimyasal ve mineralojik yapıları oldukça farklı olması nedeniyle katıldıkları çimento ve betonların özelliklerine hem olumlu hem de olumsuz etkileri olmaktadır.

Uçucu kül, endüstriyel bir atık olmasının yanında mikro küresel taneciklerden oluşması puzolanik özelliklerinin yüksek olmasına neden olmaktadır. Ancak ileriki yaşlarda mukavemet ve durability'yi artırmasına rağmen prize geciktirmekte ve buna bağlı olarak erken dayanımları düşürmektedir. Bugün uçucu küllerin bu olumsuz özelliklerinin nedenlerinin araştırılması ile bu ürünün yapı endüstrisinde daha verimli bir şekilde değerlendirilmesi bilimsel araştırmaların ana konusunu oluşturmaktadır.

Bu çalışmada çimento endüstrisi açısından yeni bir kavram olarak çimento-uçucu kül etkileşiminde taneciklerin iç yapı-dayanım ilişkisi araştırılmıştır. Bu amaçla farklı oranlarda (% 0-10-20-30) harç katkısı olarak ilave edilen uçucu külün hazırlanan hammaddelerin (CEM I ve Uçucu kül) fiziksel (tane boyutu ve dağılımı), kimyasal (XRF), mineralojik (XRD) gibi özellikleri belirlenmiştir. Çimento pastalarında hidrasyon gelişimi; yapısal (XRD) ve mikroyapı (SEM) analiz teknikleri kullanılarak araştırılmıştır. Hazırlanan uçucu kül katkılı harçların birim ağırlık, su emme, dinamik elastisite ve mekanik dayanım ile incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: İç yapı, uçucu kül, dayanım ilişkisi.

Abstract

Today not only economic trends but also environmental factors construct the future of cement industry. Therefore, by producing less clinker at higher quality, the cement industry utilizes pozzolanas - industrial by product (fly ash, slag) and natural ones (tuff, zeolite and diatomite) more effectively. Depending on their large variety of physical, chemical and mineralogical structures, pozzolanas have both positive and negative impacts on the properties of the cement and concrete,

in which they are mixed. In addition to being an industrial byproduct, spherical fly ash micro particles have high pozzolanic properties. Although it increases

strength and durability of concrete at later ages, it delays setting and decreases the early strength. Research of such negative properties of fly ash and more efficient utilization of this product by the construction industry constitutes the main subject of the scientific studies.

In this study, the internal structure-strength relationship of (0-10-20-30 %) fly ash substituted mortars at early age (2,7 and 28d) were studied. For this purpose, firstly, physical (particle size and distribution), chemical (XRF) and mineralogical (XRD) analysis were conducted on raw fly ash and cement. Hydration development was studied using XRD and SEM analyses on paste samples. Unit weight, water absorption, dynamic elasticity and mechanical strength of fly ash mortars were examined on mortar samples.

Keywords: Internal structure, fly ash, strength, SEM, XRD.

1.GİRİŞ

Dünyada son yıllarda hepimizin tanık olduğu büyük değişimler gözlenmektedir. 1990'lar ve arkasından 2000'li yıllar son 600 yılın en sıcak yılları olarak tarihe geçmiştir. Global ısınma olarak adlandırılan bu değişimlerin ana faktörlerinden biri çimento endüstrisinin de sorumlu olduğu sera gazlarıdır.

Artık çimento endüstrisinin geleceğini ekonomik trendlerle birlikte çevresel faktörler de şekillendirmektedir. Bu nedenle çimento endüstrisi, yüksek kalitede ama daha az klinker üreterek puzolanik maddeler olan endüstriyel atıklar (uçucu kül, cüruf vb.) ve doğal puzolanları (tuf, zeolit ve diatomit) daha etkili bir şekilde kullanılmaktadır. Ancak puzolanik maddelerin fiziksel, kimyasal ve mineralojik yapıları oldukça farklı olması nedeniyle katıldıkları çimentoların özelliklerine hem olumlu hem de olumsuz etkileri olmaktadır.

Çimento içerisinde puzolanik etkinin artmasını sağlayarak hidrasyon gelişimini etkileyen uçucu kül, mikro küresel taneciklerden oluşan endüstriyel bir atık malzemedir. Uçucu kül, ileriki yaşlarda dayanım ve dayanıklılığı artırmasına rağmen prize geciktirmekte ve buna bağlı olarak erken dayanımları düşürmektedir. Bugün uçucu küllerin bu olumsuz özelliklerinin

nedenlerinin araştırılması ile bu ürünün yapı endüstrisinde daha verimli bir şekilde değerlendirilmesi bilimsel araştırmaların konusunu oluşturmaktadır.

UK'ler, ASTM C 618'e göre de iki başlık altında toplanmaktadır. Bunlardan ilki, antrasit veya bitümlü kömürlerden elde edilen ve puzolanik özelliğe sahip olan $SiO_2+Al_2O_3+Fe_2O_3$ (S+A+F) toplamı %70'in üzerinde olan F sınıfı UK'lerdir. İkincisi ise, genellikle linyit veya düşük bitümlü kömürlerden elde edilen ve puzolanik özelliğinin yanı sıra kendiliğinden de bir miktar bağlayıcı özelliğe sahip S + A + F toplamı 50'in üzerinde olan C sınıfı UK'lerdir [4]. UK'ün fiziksel özellikleri, genel olarak termik santralde yakılan kömürün özelliklerine ve yanma sistemine bağlı olarak değişiklik göstermektedir [1]. UK'ün tane şekli küreseldir ve çapları, 1-150 μm arasında değişiklik göstermektedir. UK'ün yoğunluğu, 2,1-2,7 (ortalama 2,4) g/cm dolayındadır.

UK, çok ince oluşu nedeni ile çimento hamuru-agrega arayüzünü ve kılcal boşlukları tıkamakta, boşlukların küçülmesine ve kılcal boşlukların kesilmesine neden olmakta, ürünün mekanik ve fiziksel özelliklerini iyileştirmektedir. Bunun sonucu olarak UK su veya sülfat iyonlarının kütle içine difüzyonunu zorlaştırmakta, su ve sülfat etkisine karşı dayanıklılığını artırmaktadır [2]. Ayrıca UK'lerin çimento ve betonda priz başlama ve priz sonu süresini katkı oranına bağlı olarak artırdığı ifade edilmektedir [3-4].

Türkiye'de ve Dünya'da bu atığın değerlendirilmesi durumunda enerji tasarrufu sağlanması, daha ucuz ve kaliteli malzeme üretilmesi, atık malzemenin geri dönüştürülmesiyle ülke ekonomisine katkı sağlanmasının yanı sıra hem doğal hammadde ile ekolojik dengenin korunması hem de çevre kirliliğinin önlenmesi mümkün görünmektedir.

2.MALZEME VE YÖNTEM

Bu çalışmada Eskişehir Çimento fabrikası tarafından üretilen CEM I 42.5 tipi Portland Çimentosu (PÇ) kullanılmıştır. Puzolan katkısı olarak, Kütahya Seyitömer termik santralinde linyit kömürün yakılmasıyla ortaya çıkan F tipi uçucu kül (UK) kullanılmıştır. Seyitömer uçucu külü, reaktif kireç miktarının %10'un altında olması nedeniyle TS-EN 197-1'de verilen V sınıfı (silisli uçucu kül) kapsamına girmektedir. Reaktif silis miktarının %25'in üzerinde olması nedeniyle TS-EN 197-1'de V sınıfı uçucu kül için istenen koşullara tamamen uymaktadır. $SiO_2+Al_2O_3+Fe_2O_3$ miktarı %88.71 olup, ASTM C 618'e göre %70.00'in üzerinde ve CaO'nun % 10'dan az olması nedeniyle F sınıfı (düşük kireçli) uçucu kül sınıfına girmektedir. $SiO_2+Al_2O_3+Fe_2O_3$ 'in %70 üzerinde olması nedeniyle TS 639'da istenen şarta da uymaktadır. SO_3 değeri EN 450 standardında, SO_3 için istenen en fazla %3 sınırları içinde (%0.10) kalmaktadır. Sonuç olarak Seyitömer uçucu külü dört ayrı standartta kimyasal bileşen bazında gereken koşullara tamamen uymaktadır.

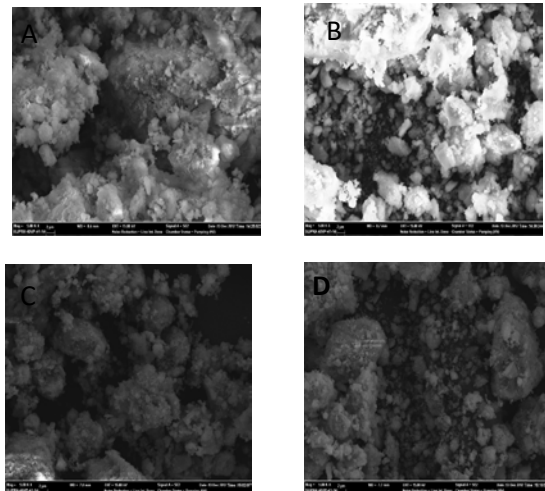
PÇ numunelerinin hazırlanmasında TS EN 196-1'e uygun Rilem Cembureau Pınarhisar kumu ve Kütahya ili şebeke suyu kullanılmıştır. Reçeteler UK'ün, PÇ' sonda ağırlıkça (%0-10-20-30) oranında azaltılması ile

üretimiştir. Deneylerde kullanılan hammaddelerin (PÇ ve UK) fiziksel (tane boyutu ve dağılımı), kimyasal (XRF), mineralojik (XRD) analizleri yapılmıştır.

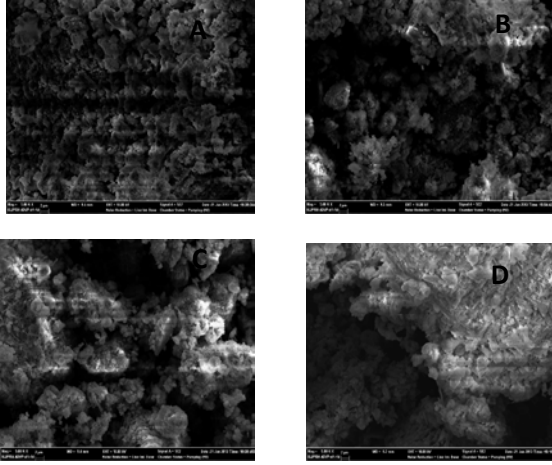
PÇ kimyasal olarak ağırlıklı olarak % 63,58 CaO, % 21,30 SiO_2 'den oluşurken UK ise ağırlıklı olarak % 54,06 SiO_2 , % 18,22 Al_2O_3 , 10,85 Fe_2O_3 'den oluşmaktadır. UK içerisinde % 44,19 oranında reaktif SiO_2 bulunmaktadır. PÇ mineralojik olarak, kimyasal analizden Bogue formüllerine göre hesaplanan mineralojik fazlar sırasıyla C3S % 58,09, C2S %17,24, C3A %4,88 ve C4AF %8,18 olarak hesaplanmıştır. UK ve PÇ'nin XRD cihazı ile yapılan mineralojik analiz sonrasında PÇ C₃S-Alit ($3CaOSiO_3$), C₂S-belit ($2CaOSiO_3$), Cc-Kalsit ($CaCO_3$), CH-Portlandit ($Ca(OH)_2$) fazlarından oluşurken, UK ise Q-Kuvars (SiO_2) ve M-maghemite (M) fazlarından oluşmaktadır. Referans çimento ve katkı çimento karışımları TS EN 196-1'e göre hazırlanmıştır. Her bir karışımda 450 gram çimento, 1350 gr CEN standart kumu ve 225 ml su kullanılarak PÇ'ler hazırlanmıştır. Basınç dayanımının belirlenmesinde her deney için referans çimento ve katkı çimentolardan 3 adet olmak üzere toplam 12 adet harç numunesi hazırlanmıştır. Üretilen taze çimentolar 40x40x160 mm. boyutlarında dikdörtgenler prizması şeklinde kalıplara dökülerek sarsma cihazında sarsılmış ve harcın kalıplara yerleşmesi sağlanmıştır. Hazırlanan bu örnekler 24 saat %90 bağıl rutubetli $20\pm 2C^\circ$ 'de rutubetli ortamda bekletilmiş ve bu sürenin sonunda kalıplardan çıkarılarak ilgili testleri yapıncaya kadar $20\pm 2C^\circ$ 'da tutulan bir odada kür amacıyla musluk suyu bulunan havuzlarda sabit sıcaklık ve nem koşullarında bekletilmişlerdir. Deney gününde (7.gün, 28.gün ve 56.gün) bu havuzlardan alınan örnekler TS-EN 196-1'e uygun ile basınç dayanımı testlerine tabi tutulmuşlardır.

3.DENEYSEL ÇALIŞMALARIN SONUÇLARI

Bu çalışma kapsamında % 0-10-20-30 UK çimento- uçucu kül etkileşiminde taneciklerin iç yapı-dayanım ilişkisini incelemek amacıyla katkı çimentoların hidrasyon gelişimi elektron mikroskobu ve standart beton testleri ile incelenmiştir. 28 gün ve 56 gün olarak hidrate edilmiş UK katkı harçların SEM analizlerinden bazıları Şekil 1 ve Şekil 2'de verildiği gibidir.



Şekil 1.a)%0 Uçucu Kül katkılı 28 Günlük 5000 Büyütmede Mikro Yapı Görünümü
b)%10 Uçucu Kül katkılı 28 Günlük 5000 Büyütmede Mikro Yapı Görünümü
c)%20 Uçucu Kül katkılı 28 Günlük 5000 Büyütmedeki Mikro Yapı Görünümü
d)%30 Uçucu Kül katkılı 28 Günlük 5000 Büyütmede Mikro Yapı Görünümü

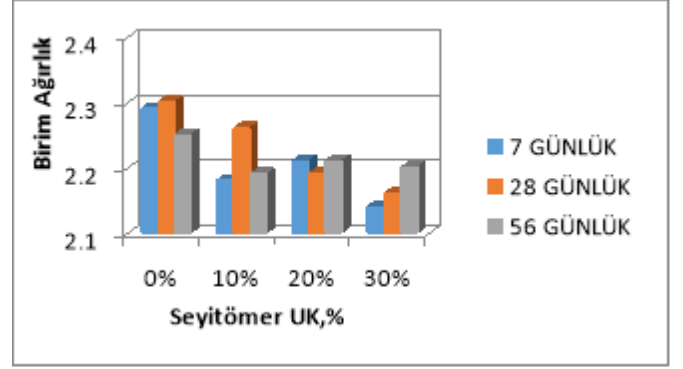


Şekil 2: a)%0 Uçucu Kül katkılı 56 Günlük 5000 Büyütmedeki Mikro Yapı Görünümü.
b)%10 Uçucu Kül katkılı 56 Günlük 5000 Büyütmedeki Mikro Yapı Görünümü.
c)%20 Uçucu Kül katkılı 56 Günlük 5000 Büyütmede Mikro Yapı Görünümü.
d)%30 Uçucu Kül katkılı 56 Günlük 5000 Büyütmedeki Mikro Yapı Görünümü

Şekil 1'de %0, %10 %20 %30 UK katkılı 28 günlük hidrasyon sonrasında elde edilen SEM görüntülerine göre mikroyapılarda ağırlıklı olarak C-S-H tabakaları görülmektedir. C-S-H tabakaları arasındaki tane sınırları belirgin olmamakla birlikte yapı içerisindeki boşluklar çok az ve boyutları 10 µm civarındadır. Bu yapıları 10000 büyütmede daha net bir şekilde görmemiz mümkün olabilir.

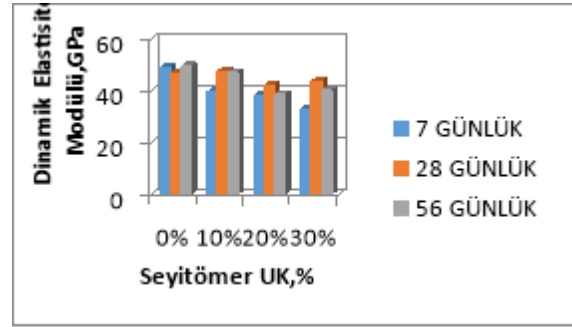
Benzer büyütme oranında hidrasyon süresi arttıkça ve katkı oranı arttıkça hidrate tanecikler üzerinde CH fazları ile birlikte C-S-H tabakalarının ve hidrasyon ürünlerinin net bir şekilde artış gösterdiği görülmektedir. UK oranı arttıkça %0 ilaveli yani katkısız PÇ'nin hidrasyon sonrasındaki SEM sonuçlarına göre daha karmaşık ve dağınık bir hidrasyon gelişimi olduğu görülmektedir. %20 ve %30 UK katkılı PÇ'nin hidrasyon sonrasındaki SEM görüntüleri ile benzer bir mikroyapı özelliği gösterdikleri görülmektedir.

28 gün hidrate edilmiş ve 56 gün hidrate edilmiş %10 %20 %30 UK katkılı numunelerin birim ağırlık deney sonuçlarına göre katkı oranı arttıkça birim ağırlık değerlerinde genel olarak azalma görülürken, hidrasyon süresi arttıkça birim ağırlık değerlerinde farklılıklar gözlenmektedir (Şekil 3).



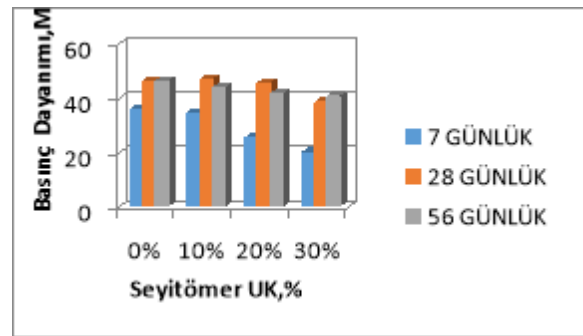
Şekil 3: Birim ağırlık deney sonuçları.

28 gün hidrate edilmiş ve 56 gün hidrate edilmiş %10 %20 %30 UK katkılı numunelerin dinamik elastisite modülü deney sonuçlarına göre UK miktarının artmasıyla dinamik elastisite değerleri artış göstermektedir.



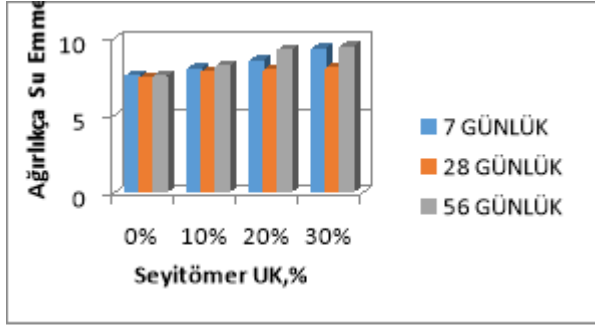
Şekil 4: Dinamik elastisite deney sonuçları.

28 gün hidrate edilmiş ve 56 gün hidrate edilmiş %10 %20 %30 UK katkılı numunelerin basınç dayanım değerleri deney sonuçlarına göre katkı oranı miktarı arttıkça ve hidrasyon süresi arttıkça basınç dayanımı değerleri artış göstermektedir.



Şekil 5: Dinamik elastisite deney sonuçları.

28 gün hidrate edilmiş ve 56 gün hidrate edilmiş %10 %20 %30 UK katkılı numunelerin su emme değerleri deney sonuçlarına göre katkı oranı arttıkça ve hidrasyon süresi arttıkça su emme değerleri artış göstermiştir.



Şekil 6: Ağırlıkça su emme deney sonuçları.

4.Kaynakça

- [1] Yılmaz, B., "A study on the effects of diatomite blend in natural pozzolan blended cements", *Advances in Cement Research*, 20: 13-21, 2008.
- [2] Aruntaş, H.Y., Tokyay M., "Katkılı çimento üretiminde diyatomitin puzolanik malzeme olarak kullanılabilirliği", *Çimento ve Beton Dünyası*, 1 (4): 3-41, 1996.
- [3] Shiqun, L. and Della, M.R., "Investigation of relations between porosity, pore structure, and C_1^- diffusion of fly ash and blended cement pastes", *Cement and Concrete Research*, 16 (5): 749-759, 1986.
- [4] Prigione, S.G., "Portland-zeolite-cement for minimizing alkali-aggregate expansion", *Cement and Concrete Research*, 17 (3): 404-410, 1987.
- [5] Chibowski ve Carpio, "R.P., A novel metod for surface free energy determination of powdered solids", *J. of Colloid and Science*, 240, p.473-479 (2001).

SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND INVESTIGATION OF MESOMORPHIC PROPERTIES OF NOVEL CALAMITIC 2,5-DIMETOXY IMINE DERIVATES

KALAMİTİK MOLEKÜL GEOMETRİSİNE SAHİP YENİ 2,5-DİMETOKSİ TÜREVİ İMİN BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE MESOGENİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Hülya ELMALI GÜLBAŞ^a, Ali ANTEPLİ^b, Belkız BİLGİN ERAN^c

^a Uşak Üniversitesi, Uşak, Türkiye, E-posta: hulya.elmali@usak.edu.tr

^b Uşak Üniversitesi, Uşak, Türkiye, E-posta: ali.antepli@yandex.com

^c Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul, Türkiye, E-posta: bilgineran@yahoo.de

Özet

Sıvı kristal bileşikler dışarıdan gelen termal, elektriksel ve manyetik uyarılara karşı çok hassas olmaları ve hızlı cevap verebilmeleri nedeniyle malzeme bilimi için yüksek uygulama potansiyeline malzemelerdir. Bu çalışmada kalamitik molekül geometrisine sahip iki farklı (desiloksi- ve dodesiloksi-) terminal alkiloksi zincir uzunluğuna sahip mesogenik imin bileşiklerinin sentezlenmiştir. Sentezlenen imin bileşiklerinin yapıları spektroskopik yöntemlerle (FT-IR, ¹H-NMR ve ¹³C-NMR) ile karakterize edilmiştir. Sentezlenen imin bileşiklerinin mesogenik özellikleri Polarizasyon Mikroskobu (PM) ve Diferansiyel Tarama Kalorimetrisi (DSC) ile belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Sıvı Kristal İmin, Kalamitik İmin Bileşikleri, 2,5-Dimetoksi İmin Türevi.

Abstract

Liquid crystal compounds are highly sensitive to external thermal, electrical and magnetic excitations and are of high application potential for material science due to their ability to respond quickly. In this study, mesogenic imine compounds with two different (decyloxy- and dodecyloxy-) terminal alkyloxy chain lengths having a calamitic molecular geometry were synthesized. The structures of the synthesized imine compounds were characterized by spectroscopic methods (FT-IR, ¹H-NMR and ¹³C-NMR). Mesogenic properties of the synthesized imine compounds were determined by Polarization Microscopy (PM) and Differential Scanning Calorimetry (DSC).

Keywords: Liquid crystal imine, Calamitic Imine Compounds, 2,5-Dimethoxy Imine Derivates.

1. Giriş

Sıvı kristaller, yüksek teknolojik maddeler olarak, endüstriyel ve teknoloji uygulamalarında geniş yer bulmakta, farklı yapıdaki sıvı kristal malzemelerin dizaynı, sentezi ve elektro-optik özelliklerinin belirlenmesi ile ilgili çalışmalar giderek artmaktadır. Sıvı kristal bileşiklerde yapı-mesogenite ilişkisi en çok çalışılan alanlardan biridir.

Bu çalışmada teknolojik uygulama potansiyeli olan kalamitik molekül geometrisine sahip mesogenik 2,5-Dimetoksi türevi imin bileşiklerinin sentezi, karakterizasyonu ve terminal alkil zincir uzunluğundaki değişimin sıvı kristal özellikler üzerindeki etkisinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

2. Genel

Pek çok saf organik madde ısıtıldığında katı → sıvı arasında tek bir geçiş göstermezler. Bunun yerine katı → sıvı arasında ısı yükseldikçe, bir veya daha fazla geçiş gösterirler. Bu yeni fazların mekaniksel, optiksel ve yapısal özellikleri, kristal katı ile izotropik sıvı arasındadır. Katı ve sıvı fazların her ikisinin özelliğini taşıyan bu fazlar, sıvı kristal fazlar olarak adlandırılırlar. Bu fazlar Friedel tarafından ara faz (mesofaz) veya mesomorfik faz olarak da adlandırılır [1-3].

Sıvı kristaller ilk defa 1888 yılında Avusturyalı botanikçi Reinitzer'in Kolesteril benzoat ile yaptığı çalışmalar sırasında keşfedilmiştir [4].

Sıvı kristal bileşikler mesofazı oluşturma şekillerine göre iki ana sınıfta incelenmektedir. Katı fazdan sıvı faza geçiş, sırasında mesofaz sıcaklık etkisi ile oluşuyor ise 'termotropik mesofaz' mesofaz oluşumu uygun çözücü ve ısı etkisi ile gerçekleşiyor ise 'liotropik mesofaz' olarak adlandırılmaktadır [5].

Sıvı kristal fazları kararlılığı, paketlenmesi, mesomorfik davranışları, mesofazı oluşturan bileşiklerin kimyasal yapısı ile doğrudan ilgilidir.

Kalamitik sıvı kristaller, çubuksu molekül geometrisine sahip mesogenlerdir.

İlk keşfedilen ve ekran teknolojisinde düşük güç tüketimi, dayanıklılık, düşük maliyetleri gibi avantajları olan en yaygın kullanılan sıvı kristaller, eşsiz bir mesomorfik durum olan kalamitik molekül geometrisine sahip olan termotropik sıvı kristallerdir. Kolay sentezlenebilmeleri ve gösterge teknolojisindeki kullanım alanları nedeniyle yapı-mesogenite açısından en çok araştırılan gruptur.

Endüstriyel ve teknolojik gelişmelere paralel olarak malzemeye kazandırdıkları avantajlar ve iletişim ve bilgi işlem cihazları gibi teknolojik uygulamalarda kullanılabildikleri için sıvı kristal bileşiklerin

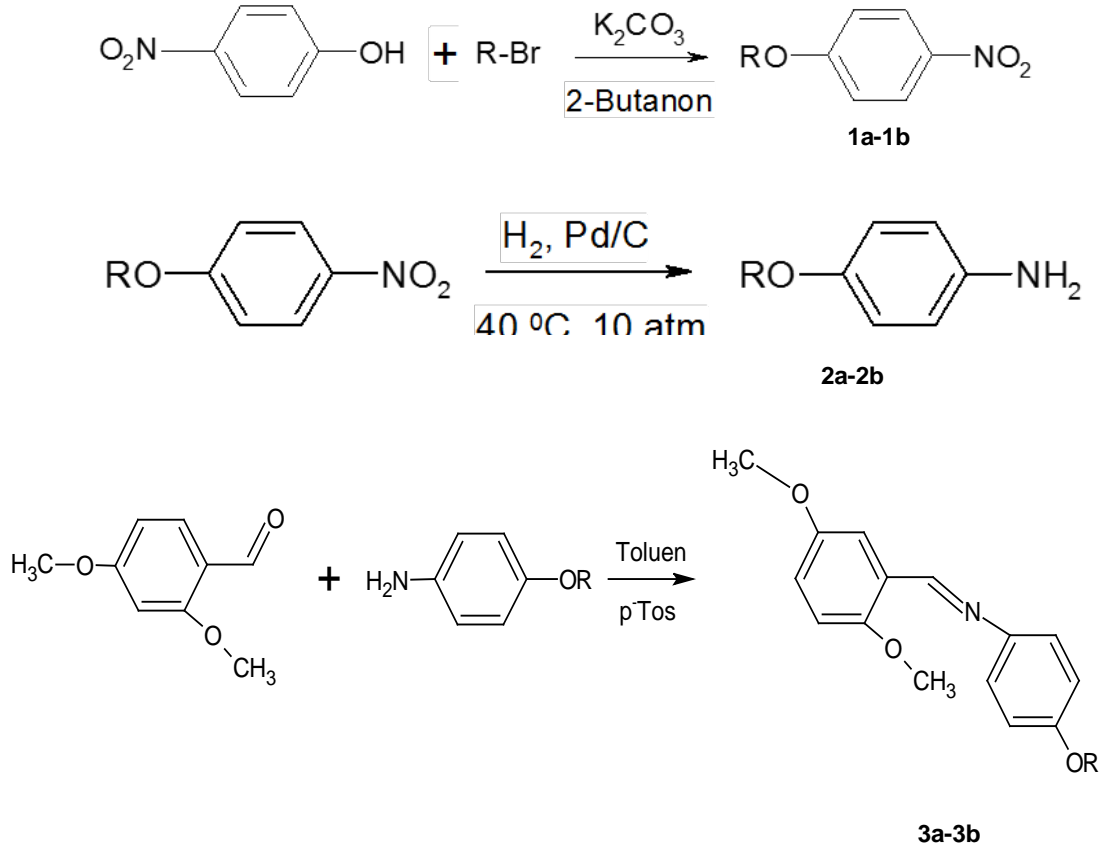
tasarlanması ve sentezlenmesi ile ilgili çalışmalar son yirmi yılda artmıştır [6].

İlk olarak sıvı kristal bileşikler teknolojik malzeme olarak hesap makinelerinin ve kol saatlerinin ekranlarında kullanılmıştır [7]. 1968'de RCA'lı bilim adamları ilk sıvı kristal ekranı yapmışlardır. 1970'lerden itibaren sıvı kristaller, LCD (Liquid Crystal Display) olarak bilinen ekranlarda, yüksek teknolojiye sahip malzemelerde kullanımına başlanmıştır. Günümüzde artık tüm cihazların ekranlarında diz üstü ve masa üstü bilgisayarların ekranlarında, TV'lerde kullanılmaktadır. Özellikle minimum enerjiyle dışardan gelen uyarıcılara (magnetik, elektrik, kimyasal ya da mekaniksel) karşılık veren, nispeten güçlü polar özelliklere sahip çubuksu moleküllerin düzenlenmesiyle oluşan sıvı kristal fazların sentezlenmesine olan ilgi artmıştır [10]. Bu durum LCD ekranların düşük güç tüketimi, ekonomik fiyatları ve ince olmaları nedeniyle yerden tasarruf sağlamaları gibi

çeşitli avantajlı özelliklerinden kaynaklanmaktadır [8-10].

Bu çalışmada, kalamitik molekül geometrisine sahip iki farklı (desiloksi- ve dodesiloksi-) terminal alkiloksi zincir uzunluğuna sahip mesogenik imin bileşiklerinin sentezlenmiştir.

İmin bileşiklerinin sentezi için uygun alkil bromürlerin p-nitrofenol ile reaksiyonu sonucu alkiloksi nitrobenzen bileşikleri **1a-1b** sentezlenmiş, Bileşik **1a-1b**'nin Pd/C katalizöründe H₂ gazı varlığında indirgenmesi ile alkiloksi anilin bileşikleri **2a-2b** sentezlenmiştir. Ticari olarak satılan 2,5-metoksi benzaldehit'in ilgili alkiloksi anilin bileşiği **2a-2b** ile p-toluen sülfonik asit katalizöründe, argon atmosferi altında kondenzasyon reaksiyonu sonucu imin bileşikleri **3a-3b** sentezlenmiştir. İmin bileşiklerinin sentez şeması Şekil 1.'de gösterilmektedir.



Şekil 1. 2,5-Dimetoksi İmin Bileşiklerinin Sentez Şeması

Kaynaklar

- [1] Castello, J. A., (2005). Liquid Gold, The Story of Liquid Crystal Display and The Creation of an Industry, 1. Baskı, World Scientific , London.
- [2] Blinov, L. M., (2011). Structure and Properties Liquid Crystals, Springer-Verlag, London.
- [3] HAVACILIK VE UZAY TEKNOLOJİLERİ DERGİSİ, OCAK 2012 CİLT 5 SAYI 3 (61-65)
- [4] Collings, P.J.,Hird, M., (2001). Introduction to Liquid Crystals, 2. Baskı, Taylor & Francis Ltd, Londra ve Philadelphia.
- [5] Khoo, I. C., (2007). Liquid Crystals, 2.Baskı, Wiley-interscience, John Wiley and sons, New Jersey.
- [6] Collings, P.J., (2002). Liquid Crystals, Second Edition, Princeton University Press, Princeton.
- [7] Gennes, P.G., Prost, J., (1993). The Physics of Liquid Crystals, 2.Baskı, Oxford University Press, New York.
- [8] Kumar, S., (2001). Liquid Crystals Experimental Study of Physical Properties and Phase Transitions, First Edition, Cambridge University Press, Cambridge.
- [9] Collings, P.J., (2002). Liquid Crystals, Second Edition, Princeton University Press, Princeton.
- [10] Demus, D.,Goodby, J., Gray, G.W., Spiess, H.W., Vill, V., (1998). Handbook of Liquid Crystals Fundamentals, Volume 1, First Edition, Wiley-VCH, Weinheim.
- [11] Hülya ELMALI GÜLBAŞ, Doktora Tezi (2012), Mesogenik Salisilaldimin Bileşiklerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Polimerizasyonu

EFFECT OF THE ZINC (Zn) DOPING ON CHARACTERIZATION OF THE Sn-BASED SUPERCONDUCTOR

Sn-BAZLI SÜPERİLETKENİN KARAKTERİZASYONU ÜZERİNE ÇİNKO(Zn) KATKILAMANIN ETKİSİ

Selva Büyükakkaş^a, İbrahim Karaca^b, Şahin Ünlüer^c

^aPhysic Department, Niğde Ömer Halisdemir University 51240, Niğde, Turkey, E-mail: sakkas@ohu.edu.tr

^bPhysic Department, Niğde Ömer Halisdemir University 51240, Niğde, Turkey, E-mail: i.karaca@ohu.edu.tr

^cBor Vocational School, Niğde Ömer Halisdemir University, 51240 Niğde, Turkey, E-mail: sunluer@ohu.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, yeni bir süperiletken bileşimi belirledik ve yapısal özelliklerine göre inceledik. ZnO katkılı süperiletken numuneler $\text{Sn}_2\text{Ba}_1(\text{Cu}_{2-x}\text{Zn}_x)_2\text{O}_y$ ($x = 0.0; 0.4; 0.8; 1.0$) formülüne göre katıhal tepkime yöntemiyle üretilmiştir. Malzemelerin karakterizasyonu, diferansiyel termal analiz (DTA), X-ışını kırınım spektrometresi (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ölçümleri ile gerçekleştirilmiştir. Malzemeler sırasıyla 880 ve 900 ° C de iki kez sinterlenmiştir. X ışını kırınımı pikleri iyi kristalleşmiş taneleri göstermektedir. Bununla birlikte, matriste bazı saf olmayan fazlar vardır. Külçe malzemelerde Zn katkısındaki artış yeni pikler ve fazlar ortaya çıkarmıştır. Zn katkısındaki artışlar Snbazlıkülçe malzemede tane boyutunu azaltmıştır. Numunelerin kritik akım (J_c), geçiş sıcaklığı (T_c), AC duyarlılığı, M-H döngüsü gibi diğer fiziksel özelliklerin derinlemesine incelenmesi gerekmektedir.

Anahtar kelimeler: Sn-bazlı Süperiletken; Zn katkılı; DTA; XRD; SEM.

Abstract

In this study, we have identified a news uperconductor composition and examined according to their structural properties. ZnO-doped superconducting samples were produced by solid state reaction method according to the formula of $\text{Sn}_2\text{Ba}_1(\text{Cu}_{2-x}\text{Zn}_x)_2\text{O}_y$ ($x = 0.0; 0.4; 0.8; 1.0$). Characterization of the samples has been performed by differential thermal analysis (DTA), X-ray diffraction spectrometer (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). The materials were sintered twice as 880 and 900 ° C, respectively. X ray diffraction peaks have shown the well-crystallized grains. Nevertheless, the reare some impurity phases in the matrix. The increase of Zn doping in bulk materials has revealed new phases. The increases in the Zn doping were reduced the grain size in the Sn-based bulk material. It needs to be examined in depth other physical properties such as critical current (J_c), transition temperature (T_c), AC susceptiblity, M-H cycles of the samples.

Keywords: Sn-based Superconductor; Zn Dopant; DTA; XRD; SEM.

1. Giriş

Süperiletkenlik alanında kazanılan Nobel ödülleri sayısı bu alanın önemini açıkça ortaya koymaktadır. Süper iletken malzemelerin uygulama alanları iletim

hattı kabloları, jeneratörler, manyetik enerji depolama sistemleri, manyetik kaldırma, tıbbi görüntüleme şeklinde sıralanabilir. Süperiletkenlik, kritik sıcaklığın (T_c) altında sıfır direnç ve kritik bir (H_c) alanının altında manyetik akı çıkması özellikleri ile karakterize edilen bir olgudur[1]. 1908'de Hollandalı Fizikçi Kamerlingh Onnes 4.2 K kaynama sıcaklığında He'u başarılı bir şekilde sıvılaştırdıktan sonra, Hg'nın direncinin sıcaklığa bağlı olduğunu ölçmüş ve Hg'nın direncinin yaklaşık olarak 4.2 K'de sıfıra aniden düştüğünü bulmuştur. Bu metalin süperiletken durum olarak adlandırılan yeni bir duruma geçtiğini ortaya çıkarmıştır [2-3].

Meissner ve Ochsenfeld süperiletkenlerin kritik sıcaklığın üzerinde normal metaller olduğunu ve dış manyetik alandaki alan çizgilerinin malzemeye nüfuz etmesine izin verdiklerini bulmuşlardır. Süperiletkenliğe girdikten sonra, süperiletkenler, kendi başlarına eşit ve karış alanlar üreterek harici manyetik alan çizgilerini dışarı atarlar, böylece kritik sıcaklıklarının altında mükemmel diamagnetizma özelliği gösterirler. Bu özellik Meissner etki olarak bilinir ve bir bileşiğin normal durumda mı yoksa süperiletken durumda mı olduğunu belirler [4].

Uygulanan manyetik özelliklere verdikleri cevaplara göre, süperiletkenler Tip I ve Tip II olmak üzere iki tipe ayrılabilir. Tip I süper iletkenleri saf metallerdir ve kritik sıcaklıklarının altında mükemmel diamagnetizma ve sıfır elektrik direnci gösterirler. Harici manyetik alanı tamamen dışarı atarlar ve bir mıknatis üzerinde havalanırlar, ancak manyetik alan çizgileri üzerinde hareket edebildikleri için kaldırma kararsızdır. Tip II süperiletkenler, kritik sıcaklıkların altında sıfır elektrik direnci sergileyen, ancak bazı manyetik alan aralıklarında bazı dış manyetik alanları tutabilen alaşımlar veya metaller arası bileşiklerdir. Tip II süper iletkenler, bir mıknatis üzerinde istikrarlı bir şekilde kaldırılabilirler [5-6].

Bu çalışmada, farklı miktarlarda ZnO katkılı $\text{Sn}_2\text{Ba}_1(\text{Cu}_{2-x}\text{Zn}_x)_2\text{O}_y$ yüksek sıcaklık süperiletken (YSS) örnekleri katı hal tepkime yöntemi ile üretilmiştir. Üretilen malzemelerin karakterizasyonu Diferansiyel Termal Analiz (DTA), X-ışını Kırınımı (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Ölçümleri ile yapılmıştır.

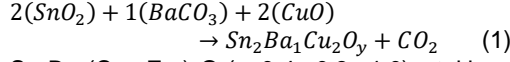
2. Malzeme Üretimi

$\text{SnO}_2, \text{BaCO}_3, \text{CuO}$ ve ZnO (Sigma-Aldrich, %99,9 saflıkta), tozlar başlangıç materyalleri olarak kullanılmıştır. $\text{Sn}_2\text{Ba}_1(\text{Cu}_{2-x}\text{Zn}_x)_2\text{O}_y$ ($x=0; 0,4; 0,8; 1,0$) başlangıç kompozisyonuna ZnO kullanılarak dört farklı malzeme hazırlanmıştır. Bunlar anlatım kolaylığı olması

açısından ZnSaf, Zn4,Zn8 ve Zn10 olarak adlandırılmıştır.

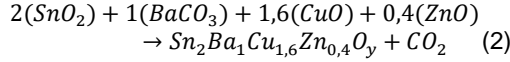
2.1 ZnSaf Örneğinin Hazırlanması

ZnSaf örneğinin hazırlanması için gerekli başlangıç tozlarının miktarı aşağıdaki kimyasal tepkime yardımıyla hesaplanmıştır.

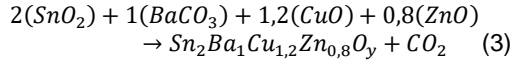


$Sn_2Ba_1(Cu_{2-x}Zn_x)_2O_y$ ($x=0,4; 0,8; 1,0$) stokiyometresine uygun olarak ZnO katkılı malzemelerin hazırlanmasına ait kimyasal tepkime eşitlikleri aşağıda verilmektedir.

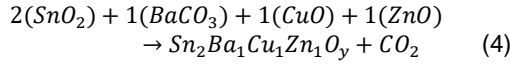
2.2 Zn4 malzeme hazırlama



2.3 Zn8 malzeme hazırlama



2.4 Zn10 malzeme hazırlama



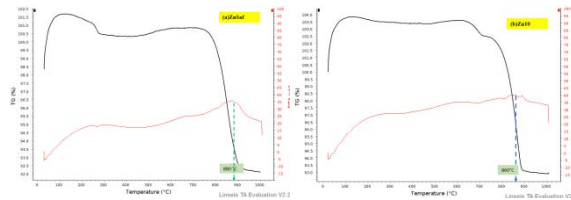
ZnO katkılanmış $Sn_2Ba_1(Cu_{2-x}Zn_x)_2O_y$ ($x=0,4; 0,8; 1,0$) için Zn4, Zn8 ve Zn10 başlangıç materyalleri miktarları Çizelge 2'de verilmiştir.

Çizelge 2 ZnSaf, Zn4, Zn8 ve Zn10 malzemelere ait başlangıç materyalleri ve miktarları.

$Sn_2Ba_1(Cu_{2-x}Zn_x)_2O_y$ X değeri	SnO ₂ (g)	BaCO ₃ (g)	CuO (g)	ZnO (g)	Toplam (g)
0,0	1,8325	1,1999	0,9675	0,0	4,0
0,4	1,8305	1,1986	0,7732	0,1977	4,0
0,8	1,8285	1,1973	0,5792	0,3950	4,0
1,0	1,8275	1,1966	0,4824	0,4935	4,0

3. Isıl İşlemler

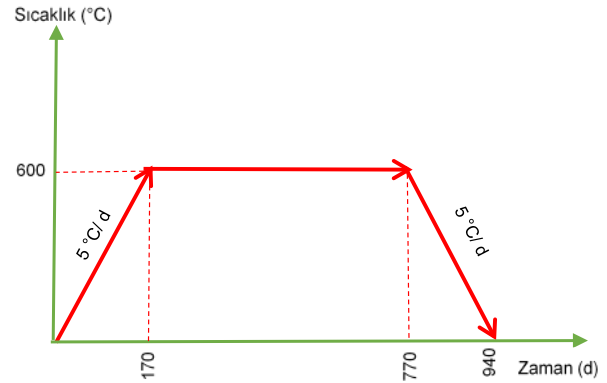
Saf $Sn_2Ba_1(Cu_{2-x}Zn_x)_2O_y$ malzemelerine DTA sonuçları incelendiğinde sinterleme için en uygun sıcaklık 880°C olarak belirlenmiştir. Bu sonuçlardan yararlanılarak üreteceğimiz malzemenin sinterleme sıcaklığı için en uygun sıcaklık aralığı tespit edilmiş ve malzemelerin ısıl işlem basamakları buna uygun olarak seçilmiştir.



Şekil 1 ZnSaf ve Zn10 malzemelerinin DTA ölçüm sonuçları.

3.1 Kalsinasyon

ZnO katkılı örnekler laboratuvar ortamında 1 saat agat havan içinde öğütüldü. Hazırlanan öğütülmüş materyaller fırına yerleştirildi. Şekil 2'de görülen kalsinasyon eğrisinde olduğu gibi, fırın önce 600°C'ye kadar ısıtıldı ve 24 saat ısıl işleme tabi tutuldu. Daha sonra yavaş soğutulmuş malzemeler fırından çıkarıldı.

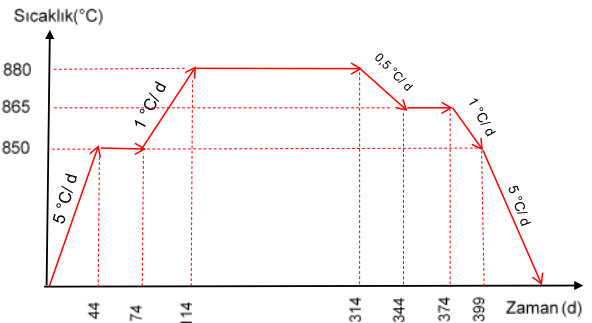


Şekil 2 Kalsinasyon işlem basamakları.

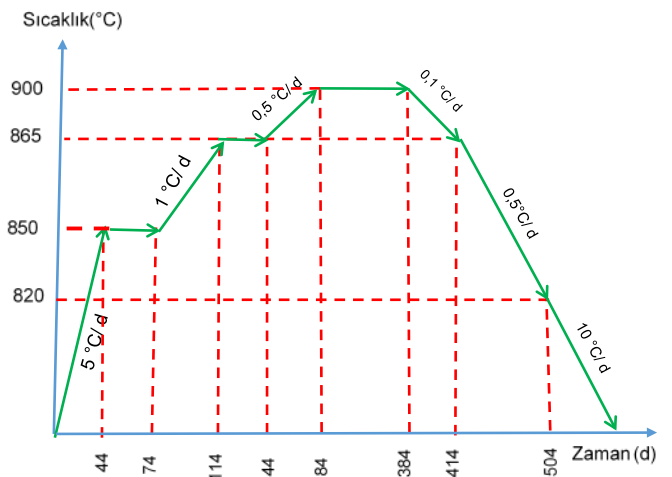
Kalsinasyon işlemi tamamlanan örnek tozlar bir agat içerisinde yaklaşık 30 dakika kadar tekrar öğütüldü. Öğütülen tozlar 4 gr için 30 MP basınç altında 14 mm çapında preslendi ve kalınlığı 1-2 mm olan tabletler yapıldı.

3.2 Sinterleme

Tablet haline getirilen örnekler Şekil 3 ve 4'deki farklı sinterleme işlemi için ısıl işlem basamakları gösterilmektedir.



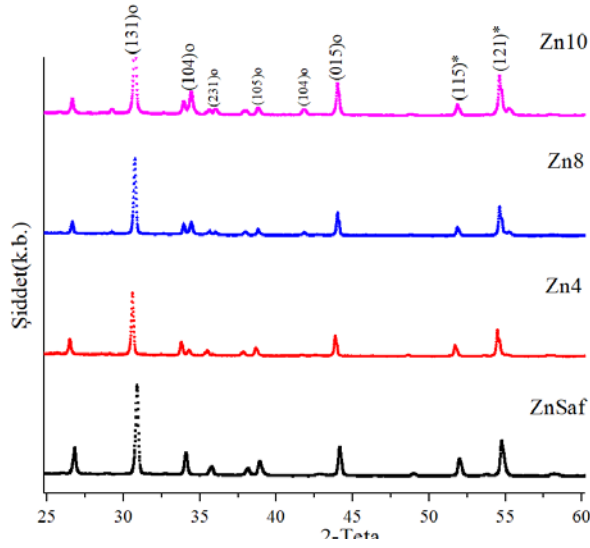
Şekil 3 Sinterleme işlem basamakları.



Şekil 4 İkinci sinterleme işlem basamakları.

4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 XRD ölçümleri

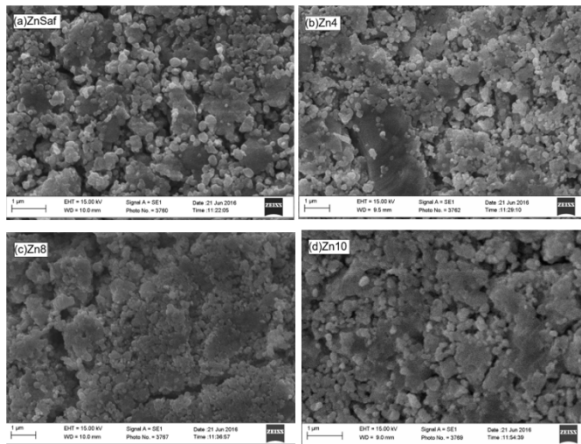


Şekil 5 ZnSaf, Zn4, Zn8 ve Zn10 malzemelerinin XRD desenleri.

Üretimi yapılmış olan malzemelerin kristal oluşumları X-ışını kırınım desenleriyle ölçülmüştür. Yapılan ölçümlerden Çinko katkısı yapılmayan ZnSaf malzemesinde pikler gözlenmiş ve bazı piklerin artan Çinko miktarı ile pik şiddetleri azalmış ve yeni piklerin oluşumuna sebep olmuştur. (131), (105) ve (115) yapıdaki şiddeti azalan piklerdendir. Ayrıca ZnSaf malzemesinde görülmeyen ancak artan çinko miktarı ile açığa çıkan ve özellikle Zn10 malzemesinde belirgin hale gelen (104) Ortorombik yapıya sahip pik dikkat çekicidir.

Yapı olarak poli kristal yapıda olan $\text{Sn}_2\text{Ba}_1(\text{Cu}_{2-x}\text{Zn}_x)_2\text{O}_y$ malzeme ağırlıklı olarak Ortorombik kristal yapıya sahip olmasına rağmen az da olsa tetragonal yapıda bulunmaktadır.

5.3 SEM ölçümleri



Şekil 6 ZnSaf, Zn4, Zn8 ve Zn10 malzemelerinin SEM görüntüsü.

Şekil 6' da ZnO ilavesinin $\text{Sn}_2\text{Ba}_1(\text{Cu}_{2-x}\text{Zn}_x)_2\text{O}_y$ yapısına etkisi SEM fotoğrafları ile araştırıldı. Yapılan incelemede malzemelerin artan çinko miktarı ile malzeme yüzeyinde fotoğraflarda da görüleceği gibi erimelere ve kristalleşmeyen yapı oluşumuna sebep olmuştur. Bu sebeple malzemelerin tane yapısı açık bir şekilde görülememektedir.

6. SONUÇLAR

Yapı olarak poli kristal yapıda olan $\text{Sn}_2\text{Ba}_1(\text{Cu}_{2-x}\text{Zn}_x)_2\text{O}_y$ malzeme ağırlıklı olarak Ortorombik kristal yapıya sahip olmasına rağmen az da olsa tetragonal yapıda bulunmaktadır.

Yapılan incelemede malzemelerin artan çinko miktarı ile malzeme yüzeyinde fotoğraflarda da görüleceği gibi erimelere ve kristalleşmeyen yapı oluşumuna sebep olmuştur.

Kaynaklar

- [1] <http://www.superconductors.org/Uses.htm>
- [2] H. KamerlinghOnnes, researchnotebooks 56-57, KamerlinghOnnes Archive, BoerhaaveMuseum, Leiden, theNetherlands, H KamerlinghOnnes, LeidenComm. 120b 122b, 124c, (1911).
- [3] http://en.wikipedia.org/wiki/Heike_Kamerlingh_Onnes
- [4] W. Meissner and R. Ochsenfeld, Naturwissenschaften 21 (1933) 787.
- [5] J.B. Ketterson and S.N. Song, Superconductivity. (Cambridge: Cambridge University Press, 1999) Chapter I 32
- [6] Sheahen, P. Thomas, Introduction to high-temperature superconductivity. (New York: Kluwer Academic, 2002.) p. 21–22. To Review on Superconducting Materials, Roland Hott, Reinhold Kleiner, Thomas Wolf & Gertrud Zwicknagl, to be published in "Handbook of Applied Superconductivity", Wiley-VCH.

INVESTIGATION OF THE WC/Co COATABILITY OF AISI 304 AND AISI 316 STAINLESS STEELS USING HVOF PROCESS

AISI 304 VE AISI 316 PASLANMAZ ÇELİKLER ÜZERİNE HVOF YÖNTEMİ İLE WC/Co KAPLANABİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ

Ümit ZEYBEK^a, Osman ASI^b

^aKastamonu Üniversitesi, Abana Sabahat Mesut Yılmaz MYO, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, Kastamonu, Türkiye, E-posta: uzeybek@kastamonu.edu.tr

^bUşak Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Uşak, Türkiye, E-posta: osman.asi@usak.edu.tr

Özet

Bu çalışmada HVOF (Yüksek hızlı oksijen yakıt) yöntemi kullanılarak AISI 304 ve AISI 316 paslanmaz çelik altlıklar üzerine WC/Co kaplanmıştır. Numuneler NiCr bağlayıcı ve bağlayıcı olmayan üzere iki gruptan oluşmaktadır. Tüm numunelere 150µm, 250µm ve 350µm (yuvarlatılmış ortalama kalınlık değeri) üç farklı kalınlıkta kaplama yapılmıştır. Oluşturulan numunelerin, metalografik hazırlık işleminden sonra optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapıları incelenmiş, mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. Sonuç olarak bağlayıcı ve bağlayıcı olmayan olarak farklı kalınlıklarda kaplanmış AISI 304 ve AISI 316 paslanmaz çeliklerin mikroyapıları değerlendirilmiş, mikrosertlikleri karşılaştırılmıştır.

Anahtar kelimeler: AISI304, AISI316, HVOF, WC/Co

Abstract

In this study, AISI 304 and AISI 316 stainless steel base plates were coated with WC/Co using HVOF (High Velocity Oxygen Fuel) process. Samples were prepared in two groups, namely, with and without the use of NiCr as binder. Each sample was then coated using three different coating thickness values, 150µm, 250µm and 350µm (rounded average thickness). Following the metallographic preparation of the samples, their microstructures were analyzed using optical microscope and scanning electron microscope (SEM) and their microhardness measurements were taken. Microstructures of AISI 304 and AISI 316 stainless steels coated with varying thicknesses with and without the use of binder were analyzed and their microhardness values were compared.

Keywords: AISI304, AISI316, HVOF, WC/Co

1. Giriş

Kaplamalar aşınma, sürtünme, korozyon, termal bozulma ve buna benzer olayları önlemek için yüzeye uygulanan iyileştirme yöntemleridir. Kaplamalar, çelik ve alaşımlarının korozyon ve aşınma direncini, yorulma dayanımını, fiziksel özelliklerini artırmak için kullanılırlar. Ayrıca dekoratif olarak da kullanılmaktadır. Havacılık, otomotiv, tıp, tekstil, enerji santralleri, demir-çelik sanayisi, kâğıt sanayisi, gemicilik sanayisi ve

petrol sanayisi gibi birçok alanda kaplama uygulamalarına ihtiyaç duyulmaktadır [1].

Paslanmaz çelikler, çok iyi olan korozyon dayanımlarının yanında farklı mekanik özelliklerdeki türlerle sahip olma, yüksek ve düşük sıcaklık koşullarında çalışabilme, kolay şekillendirilebilme, hijyenik özellik, uzun ömür ve estetik görünüme sahip olma gibi üstün özelliklere sahiptir. Yüzeylerinde bulunan yoğun, sünek, çok ince ve saydam olan bir oksit tabakası bu tür çeliklerin yüksek korozyon dayanımına sahip olmasını sağlamıştır. Bu oksit tabakası korozyona neden olan oksijenli ortamlarda oluşur ve meydana gelebilecek herhangi bir dış etkene karşı bozulsa bile kendini yeniden onarabilir. Ostenitik paslanmaz çeliklerin içeriğinde temel olarak %18 krom ve %8 oranında nikel bulunur. YMK yapıya sahiptirler. Yüksek sıcaklıklarda içyapılarını korudukları için ısı işlem yapılamaz. Manyetik değildirlir. Makine, inşaat, kimya sektörlerinde yaygın olarak kullanılırlar. ASTM 201, 301, 304, 309, 310, 316, 321 vs. çelikler bu gruba girer [2].

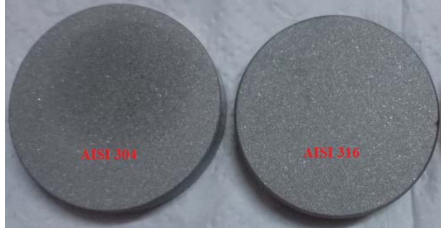
HVOF yönteminde altlık malzemesinin çok yüksek sıcaklıklara ulaşmaması, yüksek püskürtme hızına sahip olması, püskürtme torcunun işlem sırasında altlık malzemesine olan mesafesinin ayarlanabilir olması gibi özellikleri sayesinde yüksek bağ mukavemetine sahip, düşük poroziteli, yüksek yoğunluklu kaplamalar elde edilebilir [3]. Ayrıca kaplama parametrelerinin özel uygulama alanlarında istenildiği gibi ayarlanabilmesi HVOF yönteminin tercih edilmesinin nedenlerinden birisidir [4].

Tungsten karbür, aşınmaya karşı yüksek direnç gösteren yüksek erime sıcaklığına sahip sert bir malzemedir [5]. Bağlayıcı olarak sıvı kobalt kullanılarak ıslatılan tungsten karbür yüksek mukavemetli, dayanıklı, iyi sertlik, yüksek aşınma direnci ve yüksek oksidasyon direncine sahip malzeme elde edilmesini sağlar. Bu sayede kaplanacak parçaların, kullanım ömrünü, güvenilirliğini ve emniyetini sağlamak ve artırmak mümkün hale gelir [6].

2. Materyal ve Metot

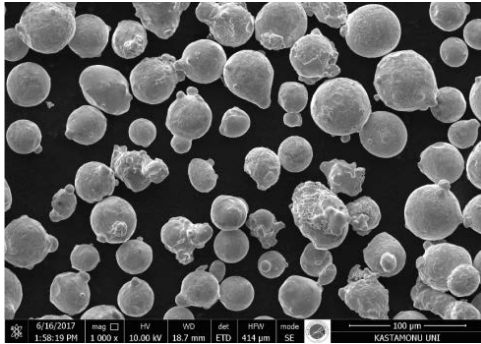
Çalışmada numuneler Ø50x10 mm boyutlarında tasarlanarak üretilmiştir. Kaplama işlemi esnasında kaplama tozlarının altlık malzemesine iyi derecede yapışmasını sağlayabilmek için yüzeyin mükemmel bir şekilde temizlenmesi ve ardından kumlanması gerekmektedir. İlk aşamada tiner kullanılarak altlık malzemelerinin yüzeyleri yağ, kir vs. gibi istenmeyen kalıntılardan temizlenmiştir. Temizlik işleminden sonra

yüzeyde oksidasyon olmaması için 70-80 °C arasında ısıtma işlemi uygulanmıştır. Ardından kaplama tozlarının, altlık malzemesi yüzeyine iyi bir şekilde yapışmasını sağlayabilmek için yüzeyi pürüzlendirmek amacıyla kumlama işlemi yapılmıştır. Kumlama işlemi sonrası yüzey pürüzlülüğü Ra=5.286 µm değeri elde edilmiştir [7]. Kumlama yapılmış iki farklı altlık parçasına ait görüntüler Şekil 1' de gösterilmiştir.

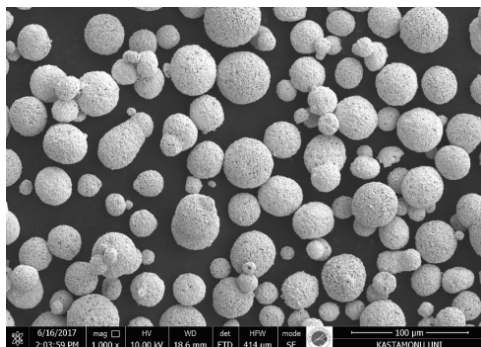


Şekil 1. Altlık malzemelerinin kumlama sonrası görüntüsü

Bağlayıcı olarak üretilecek numunelere öncelikle NiCr bağlayıcı tozlar püskürtülmüştür. NiCr 80/20 toza ait SEM görüntüsü Şekil 2' de gösterilmiştir. Bağlayıcısız olarak üretilecek numuneler ise doğrudan WC/Co tozu ile kaplanmıştır. WC/Co 88/12 toza ait SEM görüntüsü Şekil 3' de gösterilmiştir.



Şekil 2. NiCr 80/20 bağlayıcı tozunun SEM görüntüsü (1000X)



Şekil 3. WC/Co 88/12 kaplama tozunun SEM görüntüsü (1000X)

Numuneler MEC marka Hipojet 2700 modeldeki kaplama cihazı ile yapılmıştır. HVOF yöntemi ile yapılan kaplama işlemi sırasında uygulanan kaplama parametreleri Çizelge 1' de yer almaktadır.

Çizelge 1. HVOF yöntemi kaplama parametreleri

WC-Co 88/12 Kaplama Parametreleri	
Tüp Çıkış Basınç Değerleri	
Oksijen Basıncı (bar)	17
Asetilen Basıncı (bar)	10
Hava Basıncı (bar)	6
Toz Debisi (g/dak)	38
Sprey Mesafesi (mm)	250
Akış Miktarı (Debi)	
Oksijen (LPM)	250
Asetilen (LPM)	60
Hava (LPM)	800

3. Deneysel Çalışmalar

Kaplama işlemi sonrasında numunelere; altlık malzemesi, bağlayıcı katmanı ve kaplama kalınlığı parametrelerine göre numaralandırma yapılmıştır. Numaralandırma işlemi Çizelge 2' de gösterildiği gibidir.

Çizelge 2. Numune numaralandırma çizelgesi

Numune Numarası	Altık Malzemesi	Kaplama Kalınlığı (µm)	Bağlayıcı Tabakası
1	AISI 304	150	Var
2	AISI 304	150	Yok
3	AISI 304	250	Var
4	AISI 304	250	Yok
5	AISI 304	350	Var
6	AISI 304	350	Yok
7	AISI 316	150	Var
8	AISI 316	150	Yok
9	AISI 316	250	Var
10	AISI 316	250	Yok
11	AISI 316	350	Var
12	AISI 316	350	Yok

3.1. Metalografik Numune Hazırlama

Numunelerin deney cihazlarında uygun bir şekilde kullanılabilmesi için kesme işlemi gerçekleştirilmiştir. Deney yapılacak numuneler istenilen ölçülere getirildikten sonra Ø30 mm çapında kalıplara yerleştirilmiştir. Epoksi ve reçineden oluşan karışım, kalıba yerleştirilen numunelerin hemen üzerini geçecek şekilde doldurulmuştur. Yaklaşık 12 saat bekletildikten sonra kalıplardan çıkartılmıştır. Ardından zımparalama ve parlatma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Zımparalama işleminde sırası ile 120-240-400-600-800-1000-1200 (mesh) numaralı diskler kullanılarak yüzey düzleştirme yapılmıştır. Parlatma işlemi 3µm elmas aşındırıcı ile gerçekleştirilmiştir.

3.2. Mikrosertlik Ölçümü

Sertlik değerlerine ulaşmak için Vickers mikrosertlik yöntemi tercih edilmiştir. Ölçümler numunenin kaplama yüzeyine dik olan kesitinden yapılmıştır. Bağlayıcı katmana sahip olan bir deney numunesi için; çekirdek yüzeyinden, çekirdek-bağlayıcı katmanı sınırından, bağlayıcı-kaplama katmanı sınırından ve kaplama katmanı üzerinden olmak üzere dört adet sertlik ölçümü yapılmıştır. Bağlayıcı katmana sahip olmayan bir deney numunesi için; çekirdek yüzeyinden, çekirdek-kaplama

katmanı sınırından ve kaplama katmanı üzerinden olmak üzere üç adet sertlik ölçümü yapılmıştır. Sertlik ölçümü için her numuneye 10 saniye boyunca 100 g yük uygulanmıştır.

3.3. Optik Mikroskop ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Görüntülerinin İncelenmesi

Bu incelemelerde ile altlık malzeme, altlık malzeme ile bağlayıcı katmanı geçişi, bağlayıcı katmanı, bağlayıcı katmanı ile kaplama katmanı geçişi ve kaplama katmanı görüntüleri araştırılmıştır. Ayrıca kaplamanın yapısı, kaplama ile yüzey arasındaki ilişki ve tabakaların içyapıları incelenmiştir. SEM ile görüntüleme yüksek vakum altında 10kV voltajda yapılmıştır.

3. Deneysel Bulgular

Mikrosertlik ölçümleri sonucu elde edilen sertlik değerleri Çizelge 3' de gösterilmiştir.

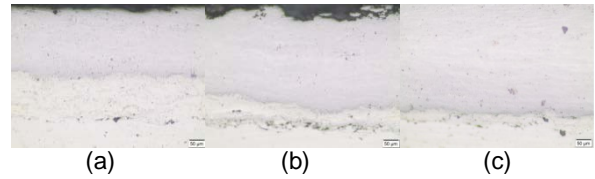
Çizelge 3. Numunelere ait mikrosertlik değerleri

Numune No	Altık Malz.	Kaplama Kalınlığı (µm)	Bağlayıcı Tabakası	Çekirdek Sertliği (HV)	Çekirdek-Bağlayıcı Sınırı Sertliği (HV)	Bağlayıcı-Kaplama Sınırı Sertliği (HV)	Çekirdek-Kaplama Sınırı Sertliği (HV)	Kaplama Sertliği (HV)
1	AISI 304	150	Var	193	311	440	-	1443
2	AISI 304	150	Yok	210	-	-	452	1300
3	AISI 304	250	Var	302	408	568	-	1406
4	AISI 304	250	Yok	189	-	-	393	1216
5	AISI 304	350	Var	234	349	739	-	1171
6	AISI 304	350	Yok	215	-	-	377	930
7	AISI 316	150	Var	262	422	818	-	1558
8	AISI 316	150	Yok	143	-	-	356	1202
9	AISI 316	250	Var	240	234	205	-	1370
10	AISI 316	250	Yok	229	-	-	432	836
11	AISI 316	350	Var	292	340	515	-	1260
12	AISI 316	350	Yok	207	-	-	399	700

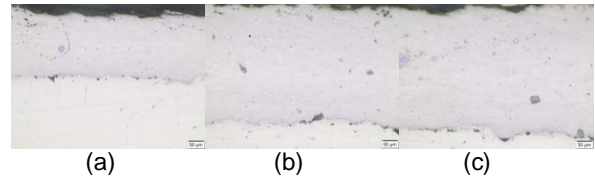
Çizelge 4. Numunelere ait kaplama sertliklerinin sınıflandırılması

AISI 304		
Kalınlık	Bağlayıcı	Bağlayıcı
150µm	1443 (HV)	1300 (HV)
250µm	1406 (HV)	1216 (HV)
350µm	1171 (HV)	930 (HV)
AISI 316		
Kalınlık	Bağlayıcı	Bağlayıcı
150µm	1558 (HV)	1202 (HV)
250µm	1370 (HV)	836 (HV)
350µm	1260 (HV)	700 (HV)

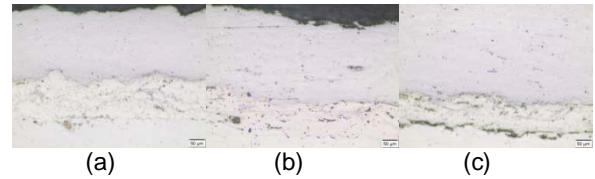
Numunelere ait optik mikroskop görüntüleri;



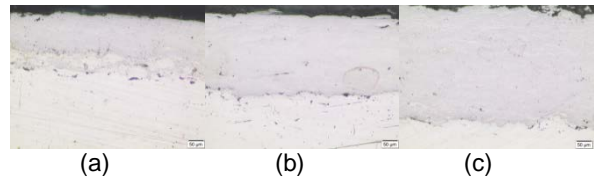
Şekil 4. AISI 304 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcı kaplamanın optik mikroskop görüntüleri 50µm büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.



Şekil 5. AISI 304 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcı kaplamanın optik mikroskop görüntüleri 50µm büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.

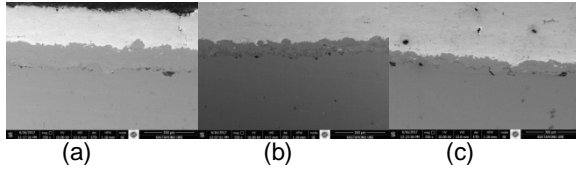


Şekil 6. AISI 316 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcı kaplamanın optik mikroskop görüntüleri 50µm büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.

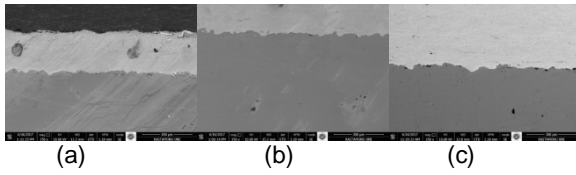


Şekil 7. AISI 316 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcı kaplamanın optik mikroskop görüntüsü 50µm büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.

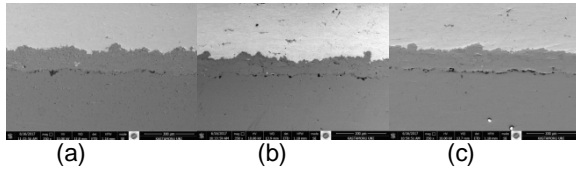
Numunelere ait taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüleri;



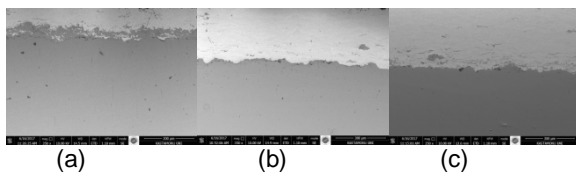
Şekil 8. AISI 304 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcı kaplamanın SEM görüntüleri 350X büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.



Şekil 9. AISI 304 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcı kaplamanın SEM görüntüleri 350X büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.



Şekil 10. AISI 316 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcı kaplamanın SEM görüntüleri 350X büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.



Şekil 11. AISI 316 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcı kaplamanın SEM görüntüleri 350X büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.

4. Sonuçlar

Çalışmada HVOF yöntemi ile NiCr bağlayıcı ve bağlayıcı olarak kaplanmış AISI 304 ve AISI 316 paslanmaz çeliklerin mikroyapıları incelenmiş mikrosertlik değerleri elde edilmiştir. Yapılan incelemeler sonucu aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- Mikrosertlik ölçümleri sonucu Çizelge 2' deki sonuçlar elde edilmiştir.

- Aynı kaplama kalınlığına sahip numuneler karşılaştırıldığında ortalama olarak AISI 304 paslanmaz çeliğin daha yüksek sertlik değerine sahip olduğu görülmüştür.
- Aynı gruptaki paslanmaz çeliğin (AISI 304 Bağlayıcı Grup, AISI 304 Bağlayıcı Grup, AISI 316 Bağlayıcı Grup, AISI 316 Bağlayıcı Grup) kaplama kalınlığı arttıkça kaplama sertliğinin düştüğü sonucuna ulaşılmıştır.
- AISI 304 ve AISI 316 paslanmaz çeliklerde; aynı altlık malzemeleri üzerinde aynı kalınlıkta kaplama katmanına sahip NiCr bağlayıcı numunelerin, NiCr bağlayıcı numunelere göre daha yüksek sertliğe sahip olduğu gözlemlenmiştir. Söz konusu gruplar için, NiCr bağlayıcı katmanın kaplama sertliğini arttırdığı sonucuna ulaşılmıştır.
- Optik mikroskop ve SEM görüntüleri incelendiğinde elde edilen görüntülere göre, genel olarak kaplama yüzeylerinde çatlaklara rastlanılmamıştır. Numuneler, iyi bir mekanik yapılaşma görüntüsü sergilemiştir.

Teşekkür

Bu çalışmada kullanılan numunelerin HVOF yöntemi ile kaplama yapılmasında yardımcı olan METSER KAPLAMA LTD. ŞTİ.' ye teşekkür ederiz. Ayrıca deneysel çalışmalarda yardımlarını esirgemeyen Kastamonu Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı yönetici ve çalışanlarına teşekkür ederiz.

Kaynaklar

- [1] YEŞİL, Ö., Kaplama malzemesi ve kaplama kalınlığının flame sprey yöntemi ile kaplanmış malzemelerin elektrik iletkenliğine etkisi, Yüksek lisans tezi, Uşak Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, UŞAK, 64-76, 2012.
- [2] İnternet: Sarıtaş Paslanmaz Çelik Merkezi, Kurumsal Katalog, <http://www.saritas.com.tr/>, 2017.
- [3] ESPALLARGAS, N.(ed.), Introduction to thermal spray coatings, Future Development of Thermal Spray Coatings, Book Aid International, UK, 1-13, 2015.
- [4] DAVIS, J. R.(ed.), Handbook of Thermal Spray Technology, ASM International: Materials Park, OH, 1-175, 2004.
- [5] STEWART, D. A., SHIPWAY, P. H., MCCARTNEY, D. G., Abrasive wear behaviour of conventional and nanocomposite HVOF-sprayed WC-Co coatings, Wear, 225-229: 789-798, 1999.
- [6] KAPTAN, S., Plazma sprey gazlarının tungsten karbür kaplama özellikleri üzerine etkileri, Yüksek lisans tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, ESKİŞEHİR, 2012.
- [7] ZEYBEK Ü., Paslanmaz Çelikler Üzerine HVOF Yöntemi ile WC Kaplamasının Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek lisans tezi, Uşak Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, UŞAK, 2017.

INVESTIGATION OF PHYSICAL PROPERTIES OF X-Mn-Si (X=Fe, Co) SUPERALLOYS X-Mn-Si (X=Fe, Co) SÜPER ALAŞIMLARIN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Selva Büyükakkaş^a, İbrahim Karaca^b

^aPhysic Department, Niğde Ömer Halisdemir University 51240, Niğde, Turkey, E-mail: sakkas@ohu.edu.tr

^bPhysic Department, Niğde Ömer Halisdemir University 51240, Niğde, Turkey, E-mail: i.karaca@ohu.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, Fe-Mn ve Co-Mn alaşımlarının yapısal ve mekanik özellikleri üzerine Si katkısının etkileri araştırılmıştır. Malzemeler x-40%Mn-y%Si (x=Fe, Co and y=2,0; 5,0) numunelerini hazırlamak için 1200 °C'de 16 saat ısıtılma tabii tutulmuştur. Numunelerin yapısal özellikleri optik mikroskop kullanılmak suretiyle belirlenmiştir. Fe-%40Mn-%2Si, Fe-%40Mn-%5Si, Co-%40Mn-%2Si ve Co-%40Mn-%5Si alaşımların mekanik özellikleri Vickers mikrosertlik metoduyla incelenmiştir. Bu çalışmanın sonucunda, Si oranının malzemenin sertliğini olumlu yönde etkilediği sonucuna varılmıştır.

Anahtar kelimeler: Fe-Mn-Si, Co-Mn-Si, Vickers Mikrosertlik

Abstract

In this study, we have investigated the effects of Si addition on the structural and mechanical properties of Fe-Mn and Co-Mn alloys. The materials were heating treated with 1200 °C for 16 hours to prepare x-40%Mn-y%Si (x=Fe, Co and y=2.0; 5.0) samples. The structural properties of the samples were determined by using an optic microscope. The mechanical properties of the Fe-40%Mn-2%Si, Fe-40%Mn-5%Si, Co-40%Mn-2%Si and Co-40%Mn-5%Si alloys were investigated by Vickers micro hardness method. As a result of this study, it is impacted that the silicon ratio has affected positively on the hardness of material.

Keywords: Fe-Mn-Si, Co-Mn-Si, Vickers Micro Hardness,

1. Giriş

Demir ve demir bazlı alaşımlar teknolojiye yaygın olarak kullanılmaktadır. Her geçen gün bu malzemelere olan ilgi artmakta ve araştırmacılar bu malzemeler üzerinde yoğunlaşmaktadır. 19. Yy'da demir üzerine yapılan laboratuvar çalışmalarında demirin işlenmesi sürecinde kristal yapıda önemli değişikliklerin olduğu gözlenmiştir. Modern teknolojinin gelişmesiyle uygulanan fiziksel faktörlerin yardımıyla yumuşak demirin sertleştiği ve metaldeki bu sertleşmenin malzemenin içinde oluşan fazlardan kaynaklandığı anlaşılmıştır.

Fe-bazlı alaşımlara eklenen elementler kristal yapı gibi manyetik, mekanik, elektrik ve termal özelliklerde de oldukça büyük değişikliklere neden olmaktadır [1]. Malzemelerin mekanik ve fiziksel özellikleri atomların

dizilişi, bağ yapısı ve atomların cinsine yani kristal yapıya oldukça bağlıdır. Bu özellikler yoğunluk, termal ve elektriksel iletkenlik, süneklik, sertlik ve mekanik özellikler olarak düşünülmektedir [2]. Austenite yapıyı oluşturan ve kararlı yapan elementler Ni, Mn, Co ve Cu elementleridir. Ferrite yapıyı oluşturan ve kararlı yapan elementler ise Cr, W, Mo, V, Al, ve Si elementleridir. Mn aşınma direnci, süneklik ve sertliği artırır. Si korozyon direncini, esneklik ve dayanıklılığı artırır [3]. Mn ve Ni gibi austenite oluşturu elementlerden oluşan Austenitik çelikler geniş özelliklere sahip olması sebebiyle endüstriyel alaşımların önemli bir kısmını oluşturmaktadır [4]. Genel olarak, alaşıma eklenen katkı elementlerinin kompozisyon oranına bağlı olarak alaşımın mekanik özelliklerini etkilediği daha önceden yapılan çalışmalarla ortaya çıkmıştır [5]. Fe'e Cr, Ni, Mn, Si gibi elementlerin eklenmesi malzemenin fiziksel özelliklerini oldukça etkilemektedir [6].

2. Malzeme Üretimi

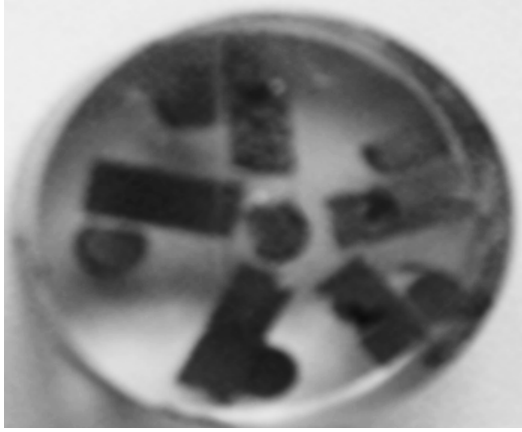
Fe-Mn-Si ve Co-Mn-Si alaşımlarını hazırlamak için %99.9 saflıkta, toz halinde bulunan Fe, Co, Mn ve Si elementleri bileşim yüzdeleri Tablo 1'de verildiği gibi bir araya getirilmiştir. Bu alaşımlar, argon atmosferi altında yüksek sıcaklığa sahip indüksiyon fırınlarında eritilmiş ve malzemenin homojen hale getirilmesi için ısıtılma yapılmıştır. Hazırlanan bu alaşımlar homojen hale getirilmesi amacıyla Kırıkkale Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Laboratuvarı'nda 1200°C' de 16 saatlik ısıtılma tabii tutulmuştur. Isıtılma sonrasında suyla hızlı soğutma yapılmıştır.

Tablo 2.1. Fe-Mn-Si ve Co-Mn-Si'un alaşım elementlerinin bileşim yüzdeleri

	Fe(%)	Mn(%)	Co(%)	Si(%)
Fe-Mn-Si	58	40	-	2
	55	40	-	5
Co-Mn-Si	-	40	58	2
	-	40	55	5

2.2. Optik Mikroskop İncelemesi

Numuneler soğuk kalıplama yöntemi kullanılarak epoksi ile kalıplanmıştır. Bu işlem 8 saat sürmüştür. Epoksi ile kalıplanan alaşımların mikroyapılarını açığa çıkarmak için zımparalama, parlatma ve dağlama gibi bir takım metalografik işlemler yapılmıştır. Örneklerin kalıp içerisindeki resmi Şekil 2.1.'de görülmektedir.



Şekil 2 Epoksi ile kalıplanan numuneler

Numunelerin zımparalanması kalından inceye doğru kademeli olarak zımparalar yardımıyla yapılmıştır. Zımparalama, parlatma işlemi tamamlanan numunelerin mikroyapılarının optik mikroskopta açığa çıkarılması için uygun dağlayıcılar ile dağlanmıştır. Numunelerin dağlanmasında uygun dağlayıcının belirlenmesinin yanı sıra dağlama süresi de çok önemlidir. Numune çözeltiliye az süreli daldırılırsa yapı tamamen ortaya çıkmamakta, fazla süreli dağlandığında ise yapıda karma meydana gelmektedir. Uygun dağlayıcının ve uygun dağlama süresinin belirlenmesi esastır (Şahin, 2012)

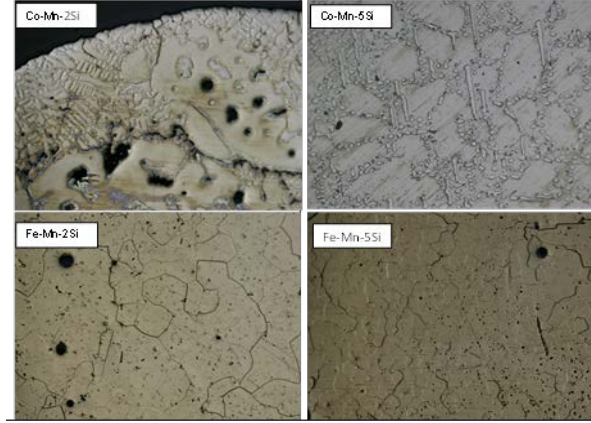
2.2 Mikro sertlik incelemesi

Fe-%40Mn-%2Si, Fe-%40Mn-%5Si, Co-%40Mn-%2Si ve Co-%40Mn-%5Si alaşımları Minitom kesicisi ile 2mm kalınlığında kesilerek kalından inceye doğru su zımparaları ile yüzey pürüzsüzleştirilip elmas pastalar ile yüzey mekanik olarak parlatılmıştır. Daha sonra uygun dağlayıcıyla oda sıcaklığında dağlama yapılmıştır. 1200°C de 16 saat ısıl işlem gören numunelerin sertlik ölçümleri sonucunda ortaya çıkan veriler oda sıcaklığında yapılan Vickers mikro sertlik deneyi sonucunda açığa çıkarılmıştır. Vickers mikro sertlik deneyi sırasında numuneler 100gr, 300gr ve 500 g'lık yük altında 7sn bekletilerek ölçümler alınmıştır.

3.DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1SEM ölçümleri

SEM görüntülerinden, Fe-%40Mn-%2Si, Fe-%40Mn-%5Si alaşımlarının yapısal olarak oda sıcaklığında austeniteyapıda olduğu, Co%40Mn-%2Si,Co-%40Mn-%5Si alaşımlarının ise dentrite yapıda olduğu ortaya çıkmıştır. Bu görüntüler Şekil 3'de verilmiştir.



Şekil 3 Fe-%40Mn-%2Si, Fe-%40Mn-%5Si ve Co-%40Mn-%2Si, Co-%40Mn-%5Si alaşımlarının oda sıcaklığında SEM görüntüleri

3.1 Vickers Sertlik Ölçümleri

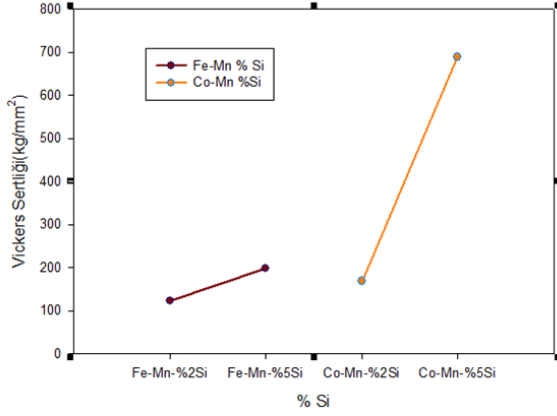
Tablo 1'de numuneler için alınmış sertlik değeri gösterilmiştir. Bu 15 ölçümün ortalaması alınarak Tablo 2'deki veriler elde edilmiştir. Bu verilere dayanarak numunedeki Si oranının değişmesiyle alaşımın sertliğinin literatürle uyumlu bir şekilde değiştiği gözlenmiştir. Şekil 5.1.'de numunelerin %Si oranına göre sertlik grafiği verilmiştir.

Tablo 3.1. Fe-%40Mn-%2Si, Fe-%40Mn-%5Si, Co-%40Mn-%2Si,Co-%40Mn-%5Si alaşımlarının Vickers sertlik değerleri

Fe-%40Mn-%2Si kg/mm ²	Fe-%40Mn-%5Si kg/mm ²	Co-%40Mn-%2Si kg/mm ²	Co-%40Mn-%5Si kg/mm ²
123,6	206,6	167,2	671,3
127,4	201,4	157	652
130,3	189,7	166,1	665,5
136,6	196,1	166,5	747,9
99,8	211,3	193,8	706,6
122,4	195,1	159,4	672,9
134,9	194,8	178,7	630,1
128,3	214,4	160,2	677,1
132,8	183,1	163,8	747,3
140,3	180,5	161,1	812,1
134,4	194,8	173,2	576
128,2	205,3	163	831,4
129,6	195,9	173,4	724,5
130,3	195	162,1	564,6
136,2	203,1	181,5	652,8

Tablo 3.2.Fe-%40Mn-%2Si, Fe-%40Mn-%5Si, Co-%40Mn-%2Si,Co-%40Mn-%5Si alaşımlarının ortalama Vickers sertlik değerleri

Numune	H, VSD
Fe-%40Mn-%2Si	122,34
Fe-%40Mn-%5Si	197,80
Co-%40Mn-%2Si	168,46
Co-%40Mn-%5Si	688,87



Şekil 4 Numunelerin % Si oranına göre grafiği

Si oranı arttıkça sertlik değerinin arttığı Co bazlı alaşımların Fe bazlı alaşımdan daha sert olduğu sonucuna varılmıştır.

4 SONUÇLAR

Fe-%40Mn-%2Si, Fe-%40Mn-%5Si, Co-%40Mn-%2Si ve Co-%40Mn-%5Si alaşımları sıcaklıkları ve süreleri aynı kalmak şartıyla ısıtılma maruz kalmıştır. Si oranı, Fe ve Co'ı değiştirmek suretiyle alaşımlarda meydana gelen değişikliklerin malzemenin yapısal ve mekanik özelliklerini nasıl değiştirdiği Vickers Sertlik optik mikroskop yöntemleri kullanılarak incelenmiştir.

Fe bazlı alaşımlarda ısıtılma sıcaklığının ergime sıcaklığının altında bir sıcaklık olması gerektiği için numune 1200 °C sıcaklıkta 16 saat tutulmuş ve oda sıcaklığına suyla hızlı soğutulmuştur. X-%40Mn-%Y (X=Fe,Co ve Y=2,0;5,0) alaşımlarının yapısal özellikleri oda sıcaklığında optik mikroskop incelemeleri sonucunda ortaya çıkarılmıştır. Numuneler kendi aralarında karşılaştırıldıklarında silisyum miktarının artmasıyla tane sınırlarının büyüdüğü gözlemlenmiştir.

Alaşımların mekanik özellikleri Vickers mikrosertlik yöntemi ile incelenmiştir. Bu alaşımların mikro sertlik değerleri karşılaştırıldığında, Fe bazlı alaşımda silisyum oranı artınca alaşımların sertlik değerinin de arttığı görülmüştür. Co-bazlı alaşımların Fe-bazlı alaşımdan daha sert olduğu verilerden elde edilmiştir.

Teşekkür

Bu çalışma, Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi BAP Birimi tarafından FEB2010/03 nolu, BAGEP projesi kapsamında desteklenmiştir.

Kaynaklar

- [1] Büyükkakış, S., "Fe-%40Ni-%2Mn alaşımında ısıtılma işlem süresi ve sıcaklık değişiminin austenite yapıda meydana getireceği değişiklikler ve bunların fiziksel özellikleri", Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, ANKARA, 2004.
- [2] Askeland D.R. 1990. The Science and Engineering of Materials.
- [3] Kopeliovich D., "Effect of Alloying Elements on Steel Properties"

[4] Tsakiris V., Edmonds, D.V., "Martensite and deformation twinning in austenitic steels", Mater. Sci. and Eng. A273-275, (1999), 430-436.

[5] Brick R.W., Pense A.W., Gordon R.B., "Structure and Properties of Engineering Materials", Fourth Edition.

[6] Savaşkan, T., Malzeme Bilgisi Ve Muayenesi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, 2007.

[7] Şahin, M., ikili ve üçlü metalik alaşımların doğrusal katılaştırılması ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi, Doktora tezi, N.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Niğde, s. 85-88, 2012.

INVESTIGATION OF SHEAR BANDS OF HIGH SPEED SHEARING PROSESS WITH JOHNSON COOK MODEL

YÜKSEK HIZLI KESME İŞLEMLERİNDEKİ KESMEBANDININ JOHNSON COOK MODELİYLE İNCELENMESİ

Ersan KIRAR^a, Mehmet DEMİR^b, Erdoğan KANCA^b, Mustafa Serdar KARAKAŞ^c, Ali GÜNEN^d

^a Harran Üniversitesi, Şanlıurfa Teknik Bilimler MYO, Elektrik ve Enerji Bölümü, Şanlıurfa, Türkiye,

^b Iskenderun Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Makine Müh. Blm, Hatay, Türkiye

^c Selçuk Üniversitesi Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Blm, Konya, Türkiye

^d Iskenderun Teknik Üniversitesi, Müh. ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Metalurji ve Malz. Müh. Blm, Hatay, Türkiye

Corresponding author: ali.gunen@iste.edu.tr

Özet

Bu çalışmada malzeme kesme işlemlerinde kesme hızlarının enerji tasarrufuna ve kesme kuvvetine etkisi hem deneysel hem de Johnson Cook modeliyle Ansys Explicit modülünde sonlu elemanlar analizi (FEM) ile incelenmiştir. Çalışmada önce deneysel olarak 0,325 m/s hızda kesme işlemi yapılarak kesme kuvveti verileri alınmış daha sonra alınan veriler sonlu elemanlar analizinden alınan sonuçlarla karşılaştırılmıştır. Deneysel sonuçlarla örtüşen modelleme parametreleri baz alınarak 1,5, 2,5, 5, 10, 20, 25 m/s kesme hızları için modellemeler yapılmıştır. Elde edilen FEM analizi sonuçları ile deney verilerinin iyi bir şekilde örtüştüğü görülmüştür.

Kesme esnasında kesilen parçanın ısınmadan kaynaklı adyabatik kesme bandı oluştuğu ve malzeme dayanımının azaldığı kesme kuvveti verilerinden görülebilmektedir. Hız arttıkça parça daha çok ısınır gevşiyor ve adyabatik kesme bölgesi oluşuyor. Bunun sonucunda da kesme kuvvetinin azaldığı tespit edilmiştir.

Kesme işleminin FEM analizleri sonucunda 5 m/s kesme hızının altındaki hızlarda kesme işlemlerinin hasar bölgesinin 5 m/s kesme hızının üzerindeki kesme işlemlerinden daha fazla olduğu görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Yüksek hızlı kesme, Johnson Cook Modeli, Ansys Explicit

Abstract

At this study the effect of cutting speed of material cutting proses was investigated for cutting force and energy saving by both experimental study and Johnson Cook at Ansys Explicit finite element analysis module. At study primarily the experiment that has 0,325 m/s speed was done and experimental cutting force was taken after experimental cutting force results compared with FEM cutting force results. The FEM model that has 1,5, 2,5, 5, 10, 20, 25 m/s cutting speeds was done with modelling parameters that overlap with experimental results That obtainment FEM analysis results matched suitably with experimental results was seen.

Adyabatic shear band was formed and stretch of material was decreased due to heating of cutting part during the cutting proses was seen by cutting force results. Cutting part was heated and softened with increasing cutting speed. At final that cutting force was decreased was confirmed.

That cutting proses that has under five m/s cutting speed has more fracture zone at cutting surface than cutting proses that has over five m/s cutting speed was explored at result of the FEM analysis of cutting proses.

Keywords: High speed shear, Johnson Cook Model, Ansys Explicit

1. Giriş

Kesme işlemi talaş kaldırma olmaksızın bir makas veya kesici takım ile malzemenin ayrılması şeklinde tanımlanır [1]. Malzemelerin kesme işlemi endüstride önemli bir yer tutmaktadır. Uygun kalitede ve maliyette ürün elde edebilmek için kesme işleminin kalitesi büyük önem taşımaktadır [2]. Bundan dolayı istenilen ürün kalitesinin sağlanması için uygun bir kesme yöntemi ve buna bağlı olarak optimum kesme parametreleri seçilmelidir. Kesme işlemine etki eden parametreler ise: Kesme hızı, kesme boşluğu, malzeme cinsi, kesilen malzemenin kalınlığı, kesici takım kesme kenarı kalınlığı, kesilen malzemenin profili, kesme açısı, kesme kenarı radiusu, tutucunun uyguladığı kuvvet olarak daha önceki çalışmalarda belirtilmiştir [3,4,5].

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde kesme ile ilgili çalışmaların daha çok kesilen yüzey kalitesi üzerine odaklandığı görülmüştür. Öte yandan kesme hızının etkilerinin deneysel olarak ve FEM analizi ile incelendiği çalışmalarda mevcuttur [3,4]. Bu çalışmalardan bazıları: Subramonian S. ve ark. (4) çalışmalarında kesme hızının kesme kuvvetine olan etkisini hem deneysel hem de sonlu elemanlar yöntemiyle incelemiştir. Çalışmalarında 1,6 m/s hıza kadar olan kesme hızlarını incelemiştir. Yüksek hızlarında kesme hızının kesme kuvvetine olumsuz etkilediğini belirtmiştir. H. Marouani ve ark. (6) yayınlarında ferromanyetik plakanın kesim prosesi esnasındaki kesme hızının etkilerini incelemiştir. Plakaları farklı kesme hızlarıyla kesmiş ve kesme kuvvetlerini deneysel olarak incelemiştir. Alınan sonuçları Abaqus explicit modülünde yapılan

analizlerden alınan sonuçlarla karşılaştırmış ve uyum sağladığını belirtmiştir. Kesme hızı arttıkça gerinin hızının kesmeye önemli ölçüde etkideğini tespit etmişlerdir. Gutknecht F. ve ark. (7) çalışmalarında çift fazlı DP600 çeliğinin kesme işleminin sonlu elemanlar analizi yapılmış ve deneysel çalışmayla karşılaştırılmıştır. Deneysel kesme işlemleri yapıp sonuçlar toplanmış. Aynı deney düzeneği Abaqus explicit modülünde “fully-coupled elasto-plastic Lemaitre-type damage” malzeme modeli kullanılarak sonlu elemanlar analizi yapılmış ve kullanılan model sayesinde deneysel çalışma ile benzer sonuçlar alınmıştır. K. Erdoğan ve ark. (8) çalışmalarında St 37 orta karbonlu çelikten imal edilen plakanın kesilmesinde kullanılan kesme hızının korozyon direncine ve yüzey pürüzlülüğüne olan etkilerini incelemişlerdir. Çalışmada farklı kesme hızları ve kesme boşlukları kullanılarak kesme hızı parametrelerinin etkilerini incelemişlerdir. Çalışma sonucunda kesme hızı arttıkça yüzey pürüzlülüğünü azaldığını ve korozyon direncinin arttığını tespit etmişlerdir. Teng X. ve ark. (9) bu çalışmada Weldox 460 E çelik ve 2024-T351 alüminyum alaşım malzemeden üretilen 12 mm kalınlığındaki sacda yüksek hızlarda perforating işlemi uygulamışlardır. Yüksek hızlı kesme işlemi için explicit FEM analizi yapmışlardır ve sonuçları literatürle karşılaştırmışlardır. Sadece alüminyum alaşım deneysel verini literatürde bulamadıkları için sadece FEM analizi yapmışlardır. Bu çalışmada özellikle altı tane hasar modeli (maximum shear stress, constant fracture strain, Johnson–Cook, Wilkins et al, Cockcroft–Latham, CrachFEM, ve Xue–Wierzbicki fracture models) üzerine yoğunlaşmıştır. Ayrıca kesme hızı olarak çelik numunelerde 200,4 m/s ve 303,5 m/s kullanılmış ama alüminyum numunelerde ise 245 m/s hız kullanılmıştır. Bu modellerin verilerini deneysel çalışmalarla elde etmişlerdir ve FEM analizine aktarmışlardır. Çalışma sonucunda Johnson–Cook ve Bao–Wierzbicki hasar modellerinin en iyi sonucu verdiğini bulmuşlardır. K. Erdoğan ve ark. (2) çalışmalarında St 37 çubuğun kesme kuvvetine ve kesme enerjisine etkileyen kesme hızını, kesilen parçanın çapını, kesme boşluğunu, kesme takımı yuvarlatmasını, kesme ucu uzunluğunu parametrelerini incelemişlerdir. Çalışmada her parametreyi üç kademeli olarak Anova istatistik yazılımında inceleyerek en optimum parametreleri belirlemişlerdir. Teng X. ve ark. (5) çalışmalarında 2024-T351 alüminyum alaşımından üretilen 10 mm kalınlığındaki sacda perforating işlemi üzerinde FEM analizi yapmışlardır. FEM analizlerinde kesme hızı, kesilen malzeme kalınlığı, kesicinin kütlesi, kesicinin köşe yuvarlatmaları ve ön yükleme üzerinde çalışmışlardır. Çalışmalarında 160-300 m/s arası hızlar kullanmışlardır. Kesme işlemi için FEM analizinde Johnson Cook hasar modeli kullanmışlardır. Ama FEM analizlerinden alınan sonuçlar literatürle karşılaştırılarak sonuçların doğruluğu saptanmıştır. Çalışma sonucunda kesme hızının prosese doğrusal bir etkisinin olduğunu ama kesici kütlesinin ters bir etkisinin olduğunu belirtmişlerdir. Kesilen malzeme kalınlığının çok bir etkisinin olmadığını bulmuşlardır. Kesici yuvarlatmalarının kesme şekline etkisi olduğunu belirtmişlerdir. Ön yüklemenin prosese olumlu bir etkisinin olduğunu bulmuşlardır. K. Erdoğan ve ark. (1) çalışmalarında hurda St 37 çubuğun kesme kuvvetine etkileyen parametrelerden kesme hızını, kesme boşluğunu ve kesme takımı radiusunu incelenmiştir.

Çalışmayı hem Anova ile hem de sonlu elemanlar yöntemiyle bu üç parametrenin etkilerini incelemiştir. Sonucunda kesme takımı radiusunun kesme kuvvetine çok bir etkisi olmadığını, kesme boşluğunun artmasıyla kesme kuvvetinin azaldığını ve kesme hızının artmasıyla kuvvetinin arttığı sonucuna varmışlardır.

Bu çalışmada literatürde da az çalışılan yüksek hızlı malzeme kesme işleminin hem deneysel hem de sonlu elemanlar analizi yapılmıştır. Deneysel çalışmada çok yüksek hızlara ulaşılamadığı için sadece 0,325 m/s hızdaki deney yapılmıştır. Bu deneysel çalışmadan alınan sonuçlar sonlu elemanlar analizindeki sonuçlarla karşılaştırılarak analizin doğruluğu saptanmıştır. Sonlu elemanlar analizinde (FEM) özellikle yüksek hızlarda kesme esnasında oluşan adyabatik kesme bandı incelenmiştir. Adyabatik kesme bandını FEM analize katmak için Johnson Cook plastisite modeli kullanılmıştır. Bu model sayesinde ısınan parçadaki malzeme dayanım özelliklerinin değişimi analize eklenmiştir. FEM analizlerinde 1,5, 2,5, 5, 10, 20, 25 m/s hızları kullanılmıştır. Analizlerden alınan kesme kuvveti ve yüzey durumu incelenmiştir.

2. Materyal ve Metot

2.1 Materyaller

2.1.1 Sonlu Elemanlar Yöntemi (FEM)

Sonlu elemanlar yöntemi problemleri basit alt problemlere ayırarak bu alt problemleri kendi içerisinde ayrı ayrı çözülmesiyle bulunan sonuçların birleştirilmesi esasına dayanan bir yöntemdir. Karmaşık problemlerin daha basit alt problemlere bölünmesi problemi daha anlaşılır hale dönüştürür. Mühendislik uygulamalarında karşılaşılan problemler genelde daha karmaşık olduğu için bu problemlerin çözümünde tam çözüm yerine yaklaşık çözüm tercih edilir. [10].



Şekil 1. Sonlu elemanlar yönteminin şematik açıklaması [11]

Sonlu elemanlar yönteminin temel mantığı gerilme, gerinim, sıcaklık gibi herhangi bir büyüklüğe sahip problemin kendi içinde sürekliliğe sahip alt elemanların birleştirilmesine dayanır. Bu yöntemde problem özellikleri belli birçok elemana ayrılır. Her bir eleman düğüm noktalarıyla bağlanarak süreklilik sağlanır ve bu düğümlere göre de problemi temsil eden denklem takımı oluşturulur [12].

2.1.2 Johnson Cook Plastisite Modeli

Johnson Cook modeli malzemelerin akma sonrası davranışlarını temsil eden bir plastisite modelidir. Bu model büyük gerinime, yüksek gerinim hızına sahip ve yüksek sıcaklıklara maruz kalan problemlerde kullanılır. Bu plastisite modelinde akma dayanımı gerinin,

gerinim hızı ve sıcaklığa dayalı bir fonksiyonla temsil edilir. Bu model yüksek gerinim hızlarına sahip problemlerin çözümünde akma bölgelerindeki yüksek frekanslı salınımları azaltır. Bu modelde ayrıca malzemenin özgül ısı katsayısı da programa girilerek sıcaklık değişimleri hesaplanır ve bu sayede de malzemede ki termal yumuşama hesaba katılır [13].

$$Y = [A + B\epsilon_p^n] * [1 + C \log \dot{\epsilon}_p] * [1 - T_H^m] \quad (1)$$

$$T_H = \frac{(T - T_{oda})}{(T_{ergime} - T_{oda})} \quad (2)$$

Denklem 1 ve 2'de ϵ_p efektif plastik gerinim ve $\dot{\epsilon}_p$ efektif plastik gerinim hızıdır. T_H homolog sıcaklıktır [13].

2.1.3 Kesme Deneyinin Kullanılan Tezgâh ve Kesilen Parça

Kesme deneyinde mekanik maksimum 50 ton kapasiteye sahip C tip pres kullanılmıştır (Şekil 2). Bu kullanılan preste maksimum ulaşılabilecek kesme hızı 0,325 m/s'dir.



Şekil 2. Kesme deneyinde kullanılan pres

Deneyde St 37 düşük karbonlu çelikten imal edilmiş 10 mm çapındaki çubuk numuneler kullanılmıştır.

Çizelge 1. Kesme deneyinde kullanılan çubukların mekanik özellikleri

	Sertlik (HVN)	Çekme Dayanımı (MPa)	Uzama (%)	Akma Dayanımı (MPa)
St 37	150	360	24	250

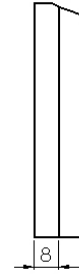


Şekil 3. Kesme deneyinde kullanılan numuneler

2.2 Metot

2.2.1 Kesme Deneyi

Kesme deneyinde 10 mm çapında St 37 çubuklar kesilmiştir. Kesme işleminde presin maksimum hızı (325 mm/s) kullanılmıştır. Kesme deneyinde Kesme boşluğu % 5, kesici kenar yuvarlatması 0 mm ve kesici kenar uzunluğu 8 mm kullanılmıştır.



Şekil 4. Kesme deneyinde kullanılan kesici takım

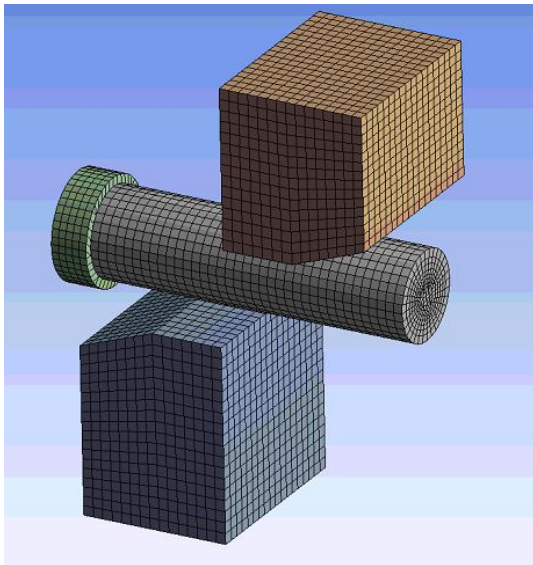
2.2.2 Sonlu Elemanlar Modelinin oluşturulması

Kesme deneyinde ki aynı ortam FEM modeline aktarılmıştır. Analiz için yüksek kesme hızlarının analizlerinin yapılabileceği Explicit analiz seçilmiştir. Kesme işleminin FEM modelinde öncelikle kesilecek malzemenin özellikleri tanımlanmıştır. Malzeme için Johnson Cook plastisite modeli kullanılmıştır. Kullanılan bu model sayesinde yüksek kesme hızlarında gerinimin, gerinim hızının ve termal yumuşamanın malzeme akma dayanımına etki etmesi sağlanmıştır. Johnson Cook modeli için Ansys' in Explicit malzeme kütüphanesindeki Steel 1006 kullanılmıştır. Steel 1006 düşük karbonlu deneyde kullanılan çeliğin özelliklerine yakın olduğu için seçilmiştir. Steel 1006'nın mekanik özelliklerinden akma dayanımı 250 MPa ve sertleşme katsayısı 350 MPa olarak değiştirilmiştir. Diğer malzeme özellikleri deneyde kullanılan malzeme içinde uygun olduğu için aynı bırakılmıştır.

	A	B	C
1	Property	Value	Unit
2	Density	7896	kg m ⁻³
3	Specific Heat	452	J kg ⁻¹ ...
4	Johnson Cook Strength		
5	Strain Rate Correction	First-O...	
6	Initial Yield Stress	2,5E+08	Pa
7	Hardening Constant	3,5E+08	Pa
8	Hardening Exponent	0,36	
9	Strain Rate Constant	0,022	
10	Thermal Softening Exponent	1	
11	Melting Temperature	1537,9	C
12	Reference Strain Rate (/sec)	1	
13	Shear Modulus	8,18E+10	Pa
14	Shock EOS Linear		

Şekil 5. Kesilen numunelerin Ansys' de tanımlanan özellikleri

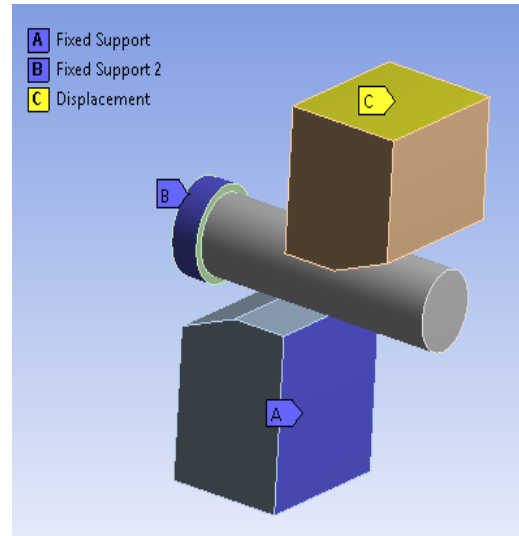
Kesme işleminin FEM analizinde kesici takımlara deforme olmayacak kadar dayanımlı Ansys malzeme kütüphanesinden titanyum alloy tanımlanmıştır. Daha sonra FEM analizinin katı modeli Ansys Explicit modülüne aktarılmıştır. Mesh için özellikle kesilen parçanın mesh kalitesi yüksek olacak şekilde mesh atılmıştır. Kesilen parçanın mesh kalitesi % 74 yapılmıştır.



Şekil 6. FEM modelinin mesh'li hali

Kesme deneyindeki gibi FEM analizinde de kesilen parça arkadaki tutucuya sabitlenmiştir. Kesici takım ile kesilen çubuk arasına body iteration' dan sürtünmesiz bağlantı tanımlanmıştır. Bu analizde ilk yapılan analizde sürtünmeli bağlantı kullanılmış ama kesici takımın parça üzerine etkileyen dikey kuvveti olmadığı için kuvvete ve parça kesme yüzeyine fazla bir etkisi olmadığı görülmüştür. Bu nedenle analizi hızlandırmak için sürtünmesiz bağlantı tercih edilmiştir. FEM modelinde kesilen çubuğu tutan iki parça sabitlenmiştir.

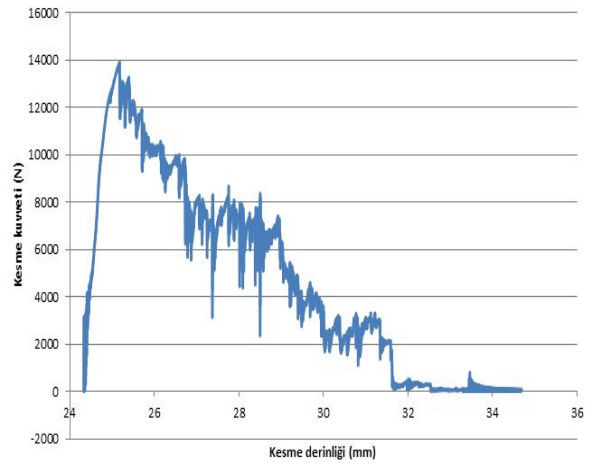
Kesici takıma ise belli bir stroke ve zaman tanımlanmıştır. Quasi-statik bir FEM analizi yapılmıştır.



Şekil 7. Kesme işlemi için kullanılan katı model ve FEM analizinde kullanılan sınır şartları

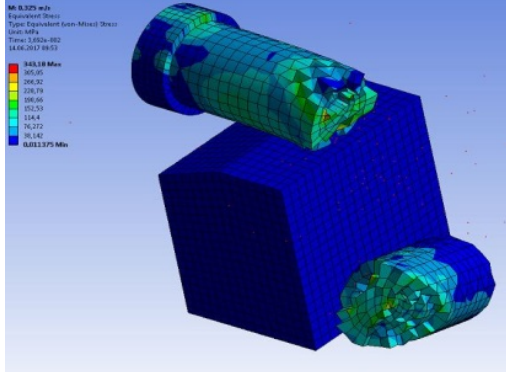
3. Çıktılar ve Tartışma

Kesme deneyinden alınan kesme kuvveti yaklaşık 1,4 (13913 N) tondur. Bu değer FEM analizinden alınan sonuçla uyumaktadır.



Şekil 8. 0,325 m/s hızdaki kesme işleminin FEM analizinden alınan kesme kuvveti-kesme derinliği grafiği

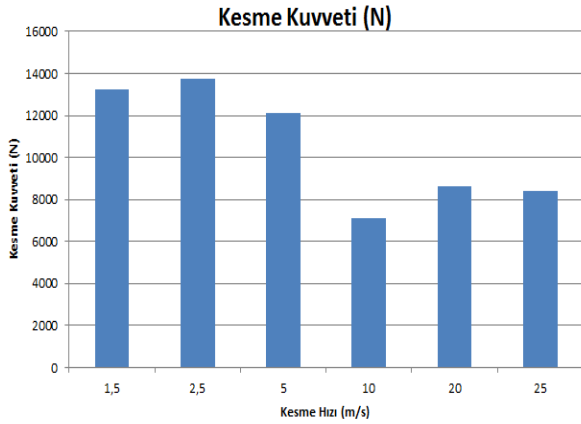
Yukardaki grafikten de görüldüğü gibi FEM analizinden alınan maksimum kesme kuvveti yaklaşık 1,4 ton çıkmıştır. FEM analizden alınan kesme kuvveti değeri deneysel çalışmayla uyduğu için diğer çalışmalarda aynı modelle analiz edilmiştir.



Şekil 9. Deneyel çalışmadan ve FEM analizinden alınan yüzey profili sonuçları

Şekil 9' dan da görüldüğü gibi deneyel çalışma ile FEM analizi arasında yüzey profili görünüşleri açısından da uyumlu olduğu görülmektedir. Sadece FEM analizinde parçanın mesh kalitesi diğerlerine göre analizi yapabilmek için biraz düşürülmüştür.

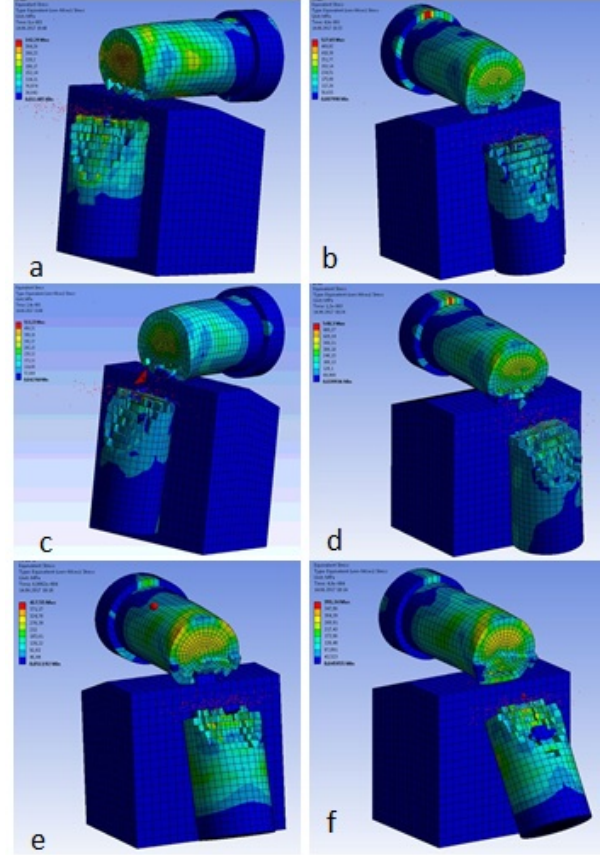
Bundan sonraki analizlerde aynı model kullanılarak daha yüksek hızlar denenmiştir. Bu hızlar 1,5, 2,5, 5, 10, 20, 25 m/s 'dir. Aşağıda bu analizlerin kesme kuvveti ve kesilen çubuğun yüzey durumu incelenmiştir.



Şekil 10. Kesme hızı- Kesme kuvveti grafiği

Kesme hızı arttıkça kuvvetin azalması beklenmekteydi ve şekil 10' da da görüldüğü gibi bu durum FEM analizi sonuçlarından da alınmıştır. 1,5, 2,5 m/s hızlara sahip kesme işlemlerinden elde edilen kesme kuvveti neredeyse eşit çıkmıştır. 5 m/s hızda kesme kuvvetinde azalma görülmüştür. 10, 20, 25 m/s hızlardaki kesme kuvvetlerinin birbirlerine yakın çıkmıştır. Sadece 10 m/s hızdaki kesme işleminden alınan kesme kuvveti 20, 25

m/s hızlardaki kesme kuvvetlerine göre biraz az çıktığı görülmüştür.



Şekil 11. Farklı hızlardaki FEM analizlerinden alınan kesme yüzey durumları (a=1,5, b=2,5, c=5, d=10, e=20, f=25 m/s)

Yukarıdaki yüzey profilleriyle ilgili şekilden de görüldüğü gibi kesme hızı arttıkça yüzey daha düzgün olmaktadır. 5 m/s kesme hızına kadar kesme yüzeyinin alt kısmında daha fazla hasar bölgesi olduğu tespit edilmiştir. 5 m/s kesme hızının üzerindeki hızlarda ise kesilen yüzeylerde hasar bölgeleri daha azaldığı görülmüştür

3. Sonuçlar

Bu çalışmada kesme işlemi parametrelerinden kesme hızının kesme kuvvetine ve kesilen malzeme yüzey profiline etkileri Johnson Cook plastisite modeli kullanılarak FEM analizi yapılmıştır. İlk önce 0,325 m/s kesme hızında hem deneyel hem de FEM analizi yapıp analizin doğruluğu saptanmıştır. Daha sonra kesme hızı olarak yüksek hızlar kullanılmıştır.

1- Kesme işleminin FEM analizi deneyel çalışma ile iyi uyum sağladığı görülmüştür.

2-Kullanılan Johnson Cook plastisite modeli sayesinde malzemedeki ısınmadan kaynaklı gevşeme, gerinim ve gerinim hızı hesaplara katılarak daha iyi sonuçların alınabildiği görülmüştür.

3-Kesme esnasında kesilen parçada oluşan ısınmadan kaynaklı adyabatik kesme bandı oluştuğu ve malzeme dayanımı azaldığı kesme kuvveti verilerinden

görülebilmektedir. Hız arttıkça parça daha çok ısınır gevşiyor ve adyabatik kesme bölgesi oluşuyor. Bu sayede de kesme kuvvetinin azaldığı tespit edilmiştir.

4- Kesme işleminin FEM analizleri sonucunda 5 m/s kesme hızının altındaki hızlarda kesme yüzeyinde hasar bölgesinin daha fazla olduğu ama 5 m/s kesme hızının üzerindeki kesme hızlarında ise kesme yüzeyinin hem daha düzgün hem de daha az hasar bölgesine sahip olduğu görülmüştür.

Kaynaklar

[1] DEMİR M., KANCA E., GÜNEN A., YEĞİN V., Hurda çubukları için optimum kesme parametreleri, Makinatek, 2015

[2] KANCA E., DEMİR M., ÇAVDAR F., Investigation of the Effect of Cutting Parameters on the Cutting Force and Energy in the Bar Cutting Process, Acta Physica Polonica A, 2015

[3] DEMİR M., Taguchi metoduyla hurda kırma makinelerinde kesme parametrelerinin optimizasyonu, MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ Yüksek lisans Tezi, 2015

[4] SUBRAMONIAN S., ALTAN T., CAMPBELL C., CİOCIRLAN B., Determination of forces in high speed blanking using FEM and experiments, Journal of Materials Processing Technology, 213, 2184-2190, 2013

[5] TENG X., Wierzbicki T., Numerical study on crack propagation in high velocity perforation, computers and structures, 83, 989-1004, 2005.

[6] MAROUANI H., BEN ISMAİL A., HUG E., RACHİK M., Numerical investigations on sheet metal blanking with high speed deformation, Materials and Design, 30 3566-3571, 2009

[7] GUTNECHT F., STEINBACH F., CLAUSMEYER T., VOLK W., TEKKAYA A. E., Analysis of shear cutting dual phase steel by application of an advanced damage model, Structural Integrity Procedia, 2, 1700-1707, 2016

[8] KANCA E., EĞERCİOĞLU Ö., KARAHAN İ. H., GÜNEN A., GÖV K., Effects of Blanking Speed on the Shear Surface of Mild Steel (St37)

[9] TENG X., Wierzbicki T., Evaluation of six fracture models in high velocity perforation, Engineering Fracture Mechanics, Vol:73, issue:12, 1653-1678, 2006

[10] TOPCU, M., TAŞGETİREN, S., Mühendisler için Sonlu Elemanlar Metodu, Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Ders Kitapları Yayın No : 007, 1998

[11] KIRAR E., Yağ filtresi kapak profillerinin basınç dayanımına etkisinin sonlu elemanlar yöntemiyle incelenmesi, 2. Uluslararası Demir Çelik Sempozyumu (IISS'15), 2015

[12] ÇALIK G. B., Esnek uzaysal mekanizmaların tasarımı ve sonlu elemanlar yöntemi ile analizi, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2014

[13] Introduction to Explicit STR, Material Models, ANSYS, 2010

COMPARISON OF CONVENTIONAL AND INDUCTIVE DRIVEN MILK PASTEURIZATION SYSTEMS ACCORDING TO ENERGY AND EXERGY

Anıl Başaran^a, Tuncay Yılmaz^b Can ÇİVI^c

^a Manisa Celal Bayar University, Engineering Faculty, Department of Mechanical Engineering, 45140 Muradiye-Manisa, Turkey, E-mail: anil.basaran@cbu.edu.tr

^b Manisa Celal Bayar University, Engineering Faculty, Department of Food Engineering, 45140 Muradiye-Manisa, Turkey, E-mail: tuncay.yilmaz@cbu.edu.tr

^c Manisa Celal Bayar University, Engineering Faculty, Department of Mechanical Engineering, 45140 Muradiye-Manisa, Turkey, E-mail: can.civi@cbu.edu.tr

Abstract

In this study, comparative study of energetic and exergetic performance of two differently type energy driven milk pasteurization systems were evaluated theoretically. Selected systems for the analysis were boiler driven and induction driven. Objective of the pasteurization was ensuring energy increase from 5 °C to 75 °C. Mass, energy and exergy balance equations were solved under same input conditions for each pasteurization system.

It is found that the boiler driven system shows more exergy destruction compared to induction driven pasteurization system. Additionally induction heater requires less energy and exergy input than electrical boiler system in order to supply same desired heat transfer rate.

Keywords: Heat exchangers, food industry, efficiency, exergy analyses, induction heating

1. Introduction

Heat treatment is one of the most important and the most demanding application in the food industry having hygienic and quality concerns. On the other hand heat treatment systems such as pasteurization requires high amount of energy which is partially lost while transferring from the generator to the heat exchanger [1]. For surmounting these obstacles it is desired to operate a system which can be easily sanitized and leads low energy loss.

Induction heating applications are getting more and more important due to their various advantages [2]. Electromagnetic induction is a rapid heating method. There are several induction driven equipment are available in the market. Moreover, both end user and industry demands for induction systems because of its simplicity and convenience [3]. Energy analysis is a common methodology for evaluating equipment performance of the thermodynamic systems. However, merely exergy analysis is not reliable enough to explain system performance. Because energy analysis refers only the first law of thermodynamic and requires lack of information about the pathway of energy destruction. Just analyzing the energy loses does not give any information on how, where, and how much the system performance is degraded [4]. In this point, exergy analysis appears to be a potential and powerful tool in

analysis, design and performance improvement of the thermodynamic systems [5]. Exergy is the amount of work available for the system considering thermodynamic equilibrium between the surrounding for reversible processes [6]. Exergy analysis is a methodology for the evaluation of the performance of devices and processes, and involves examining the exergy at different points in a series of energy-conversion steps [7]. Also, identifying the main sites of exergy destruction with exergy analysis shows the direction for potential improvements [8]. In this respect, energy analysis as well as exergy analysis are commonly used to evaluate performance and improve efficiency of a system. Generally, efficiency for an engineering system can be defined as the ratio of desired output to input. Energy and exergy efficiencies are considered by many to be useful for the assessment of energy conversion and other systems and for efficiency improvement.

2. Systems Description and Analysis

In this study two different energy driven milk pasteurization system were selected for performance evaluation. The system with electric boiler basically consists of pump, boiler and heat exchanger while induction system contains pipe and heating coils. (Fig. 1)

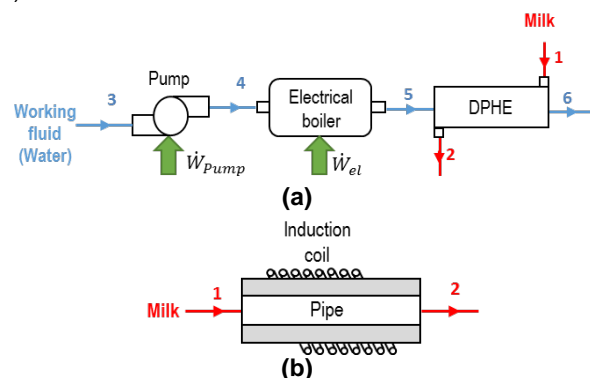


Figure 1. Milk pasteurization systems (a) electric boiler driven and (b) induction driven

For each system it was assumed that milk entered the heat exchanger at $T_1=5\text{ }^\circ\text{C}$ with a flow rate $\theta_1=18000\text{ lt/h}$ and leaved the heater at $T_2=75\text{ }^\circ\text{C}$. In the

pasteurization system with electric boiler, water was considered as working fluid (heating medium). The working fluid entered the pump at $T_3=15$ °C and $P_3=1$ atm with a volumetric flow rate $\theta_3=30000$ lt/h and was pumped to $P_4=3$ bar which was selected as the boiler and heat exchanger pressure. The isentropic efficiency of the pump was considered as 85%. After pumping process, the water was heated via electrical current in the boiler. At the exit of the boiler, temperature of water was $T_5=75$ °C. The working fluid leaved the heat exchanger as a saturated liquid at $T_6=34$ °C and $P_6=3$ bar. Basically it is assumed that thermal energy of the water was transferred to the milk passing inside. The milk pasteurization system with induction heater compose of a pipe and inducer. (Fig.1) While other parameters were similar as electrical boiler system the inside wall temperature of the pipe was kept constant at $T_{sur}=200$ °C for induction driven system due to inductive heating of metal pipe.

Electrical work supplied to induce induction results in heating of the pipe material. The thermal energy produced by induction was transferred to product that flows inside pipe. It is theoretically known that during induction process, electrical power cannot be converted to thermal energy completely. This situation can be expressed as induction efficiency that is ratio of energy induced in the pipe to electrical work. In this paper, induction efficiency (η_{ind}) was assumed to be 0.95 [9,10] which was regular practice.

Additionally following assumptions were considered for system analysis;

- The system was at steady state,
- The pressure drops so frictions losses throughout the heat exchangers and pipelines were neglected
- The kinetic and potential energy changes were negligible,
- The kinetic, potential energy change and chemical exergy were neglected

4. Governing Equations

The mass, energy, entropy and exergy balance equations for a control volume were carried on to thermodynamic analyze of the systems. These balance equations with consideration of steady flow process were applied to find the heat and work input, the rate of exergy destruction (or irreversibility), the exergy changes, and the energy and exergy efficiencies. The mass balance equation was expressed as equality of mass flow rate at inlet and outlet. In general, it can be written in the rate form as

$$\sum \dot{m}_{in} - \sum \dot{m}_{out} = \frac{dm_{CV}}{dt} \quad (1)$$

Under the steady flow operating conditions dm_{CV} / dt becomes zero and hence:

$$\sum \dot{m}_{in} = \sum \dot{m}_{out} \quad (2)$$

where \dot{m} is the mass flow rate, the subscripts in, out and CV stand for inlet, outlet and control volume, respectively.

The general energy balance for a system can be written as

$$\dot{E}_{in} - \dot{E}_{out} + \dot{E}_{gen} = \frac{dE_{CV}}{dt} \quad (3)$$

$$\dot{Q}_{CV} - \dot{W}_{CV} + \sum \dot{m}_{in} (h_{in} + \frac{V_{in}^2}{2} + gz_{in}) - \sum \dot{m}_{out} (h_{out} + \frac{V_{out}^2}{2} + gz_{out}) + \dot{E}_{gen} = \frac{dE_{CV}}{dt} \quad (4)$$

Where \dot{Q} and \dot{W} are the net heat and work input/output, and h , V , Z are the specific enthalpy, velocity and elevation, respectively. Also, the subscripts gen stands for generation in the control volume.

For steady flow, the energy balance with negligible kinetic and potential energy changes can be expressed by

$$\dot{Q} - \dot{W} = \sum \dot{m}_{in} h_{in} - \sum \dot{m}_{out} h_{out} \quad (5)$$

The energy efficiency of the system can be defined as the ratio of total energy output to total energy input.

$$\eta_{system} = \frac{\dot{E}_{output}}{\dot{E}_{input}} = 1 - \frac{\dot{E}_{loss}}{\dot{E}_{input}} \quad (6)$$

Where in most cases "output" refers to "useful" one.

Entropy balance equation for a control volume can be expressed as:

$$\sum \dot{m}_{in} s_{in} - \sum \dot{m}_{out} s_{out} + \sum \frac{\dot{Q}_b}{T_b} + \dot{S}_{gen} = \frac{dS_{CV}}{dt} \quad (7)$$

Where \dot{Q}_b is heat transfer rate at boundary with temperature T_b . The terms $\sum \frac{\dot{Q}_b}{T_b}$ is the time rate of

entropy transfer through the portion of the boundary by heat transfer across boundary. Similarly mass and energy balance equations, is equal to zero for the steady-state and entropy balance equation becomes:

$$\dot{S}_{gen} = \sum \dot{m}_{out} s_{out} - \sum \dot{m}_{in} s_{in} - \sum \frac{\dot{Q}_b}{T_b} \quad (8)$$

In this context, the specific flow exergy with neglecting kinetic and potential exergies can be defined as,

$$\psi = (h - h_0) - T_0 (s - s_0) \quad (9)$$

Multiplying specific flow exergy by the mass flow rate of the fluids gives the rate of total exergy:

$$\dot{E}x = \dot{m}\psi \quad (10)$$

$$\dot{E}x = \dot{m}[(h - h_0) - T_0 (s - s_0)] \quad (11)$$

where subscript 0 stands for the restricted dead state. T_0 is the dead state temperature, h_0 and s_0 are enthalpy and entropy at the restricted dead state of P_0 and T_0 .

The general exergy rate balance may be expressed as follows:

$$\dot{E}x_{dest} = \dot{E}x_{heat} - \dot{E}x_{work} + \dot{E}x_{mass,in} - \dot{E}x_{mass,out} \quad (12)$$

Exergy destruction (or irreversibility) of the system can be defined as follows:

$$\dot{E}x_{dest} = \sum \dot{E}x_{in} - \sum \dot{E}x_{out} \tag{13}$$

Exergy destruction was also defined as following equation. In this equation, first the entropy generation

\dot{S}_{gen} was calculated and used in the equation,

$$\dot{I} = \dot{E}x_{dest} = T_0 \cdot \dot{S}_{gen} \tag{14}$$

Generally, the exergy efficiency (also called second law and exergetic efficiency) was expressed as the ratio of total exergy output to total energy input.

$$\varepsilon = \frac{\dot{E}x_{output}}{\dot{E}x_{input}} = 1 - \frac{\dot{E}x_{dest}}{\dot{E}x_{input}} \tag{15}$$

5. Results and Discussions

In this study energy and exergy efficiencies of the systems were calculated for comparing their performances.

The exergy rates of system components of electrical boiler driven and induction driven systems were listed as in Table. 1 and Table. 2 respectively. It is noted that state numbers referred to Fig. 1 and state 0 and 0' indicated the restricted dead state for the water as working fluid and milk is as a product. In this study, restricted dead state temperature and pressure were taken to be $T_0=25\text{ }^\circ\text{C}$ and $P_0=1\text{ atm}$ (nearly 101.25 kPa).

destruction rate with the rate nearly 0%. Exergy destruction rate affects the system performance to a great extent. The exergy destruction in electric boiler was large portion of overall exergy destruction of the system (Fig 1a). Other components of the system showed lower exergy destruction than the electrical boiler. Therefore, it is obvious that the boiler plays a key role on the performance of the system. Heat and work transfer rates and exergy input and output were calculated using value given in Table 2 to determine energetic and exergetic performance of the pasteurization system with induction heat (Fig. 2). In compliance with Fig. 2, an electrical work of almost 1483 kW is needed to ensure the required heat transfer rate for heating milk. The product in steady flow was theoretically heated at constant pressure by heat transfer from a constant inside surface temperature of pipe (200C). For the given situation, irreversibility (or exergy destruction) were determined as 459.32 kW. This value is the difference between the input and output exergies of the system.

In considered pasteurization systems, increment of the temperature of milk from 5 °C to 75 °C is desired output of the system in terms of the energy and exergy analysis. To supply this energy, the amount of heat to be transferred to the product and required exergy change of the product were calculated as 1409.15 kW and 61.87 kW, respectively.

Table 1 Calculated exergy rates and thermodynamics properties of fluids in electric-boiler sterilizer.

State number	Working fluid	Phase	T (°C)	P (Bar)	h (kJkg ⁻¹)	s (kJkg ⁻¹ K ⁻¹)	m (kgs ⁻¹)	Specific exergy (kJkg ⁻¹)	Exergy rate (kW)
0	Water	Dead State	25	1	104.92	0.3672	-	-	-
0'	Milk	Dead State	25	1	1159.80	-	-	-	-
1	Milk	Liquid	5	-	1082.00	-	5.175	2.73232	14.13977
2	Milk	Liquid	75	-	1354.30	-	5.175	14.68789	76.00981
3	Water	Liquid	15	1	63.08	0.2245	8.326	7.57594	63.07600
4	Water	Liquid	15.01	3	63.31	0.2246	8.326	7.60420	63.31130
5	Water	Liquid	75	3	313.61	1.0121	8.326	16.41307	136.65244
6	Water	Liquid	34.39	3	144.36	0.4968	8.326	0.80510	6.70311

Table 2 Calculated exergy rates and thermodynamics properties of fluids in induction-heater sterilizer. State numbers refer to Fig. 1b.

State number	Working fluid	Phase	T (°C)	h (kJkg ⁻¹)	m (kgs ⁻¹)	Specific exergy (kJkg ⁻¹)	Exergy rate (kW)
0'	Milk	Dead State	25	1159.80	-	-	-
1	Milk	Liquid	5	1082.00	5.175	2.732323486	14.13977
2	Milk	Liquid	75	1354.30	5.175	14.68788596	76.00981

Using the values given in Table 2, the input and output exergy, the exergy destruction rate and heat and work transaction of the system were determined. The exergy destruction percentages were calculated via getting percentage of total exergy destruction of the system. According to the Fig.2, the electric boiler has maximum exergy destruction rate with 97% and it is followed by heat exchanger with 3%. Pump has minimum exergy

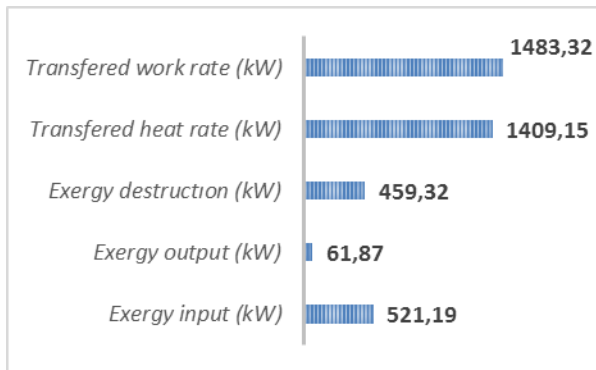


Figure 2. Energy and exergy rates in pasteurization system with induction heater

Both pasteurization systems were modelled to enable same output for calculating energy and exergy. Fig. 3 exhibits the energy and exergy input/outputs and exergy destruction rates of each system to supply desired output that were ensures increase of temperature of milk from 5 °C to 75 °C. Total work consumed by electric-boiler pasteurization system is higher than total work consumed by induction heater pasteurization system (Fig 3). It is important to note that required work directly affects performance of pasteurization systems. It is found that high consumed work decreases system performance. It can be also seen in Fig. 3 that there is a big difference between rates of exergy destruction of the two systems. The milk pasteurization system with electric boiler has led to more exergy destruction than induction heater pasteurization system. As exergy destruction rate increase, useful work and thereby desired output decrease. This situation means a decrease in performance of the systems.



Figure 3. Energy and exergy rates in pasteurization systems with electric boiler and induction heater

Energy and exergy efficiencies of the electric-boiler pasteurization system and induction heater pasteurization system were calculated as in Fig 4.

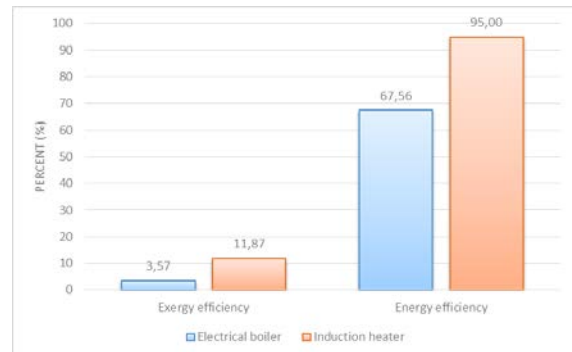


Figure 4. Energy and exergy efficiencies of electric-boiler pasteurization system and induction heater pasteurization system

Induction-heater pasteurization system has best energetic and exergetic performance than electric-boiler system. Thanks to minimum work consumption to perform certain heat transfer, the energy input to the system has been reduced. Similarly, exergy input to the system has been decreased by means of reducing irreversibility (or exergy destruction) in the system.

Exergy destruction in electrical boiler and induction heater pasteurization systems are 2023.3 kW and 459.3 kW, respectively. Similarly, pasteurization system with electric boiler consume more work than induction heater pasteurization system. The pasteurization system with induction heater consumes 1483.3 kW work while electrical boiler pasteurization system consumes 2085.94 kW work. It proves that induction pasteurization system is better than electrical boiler pasteurization

6. Conclusion

Induction driven pasteurization system shows better energy and exergy efficiencies than electrical boiler driven system. It has 95.00% first law (energy) efficiency and 11.87% second law (exergy) efficiency. The pasteurization system with electric-boiler has 67.56% energy efficiency and 3.57% exergy efficiency. This situation can be explained by equipment diversity of the systems. While induction driven system composing of pipe and coil, the electrical boiler system includes several parts as pump, boiler and heat exchanger. On the other hand it is clearly seen that electrical boiler has maximum exergy destruction rate with 97% for producing hot water in the boiler.

Consequently it is found that induction system could be a good alternative to conventional boiler driven heating system for milk pasteurisation process. However this study covers only theoretical calculations so it must be supported by experimental studies to show convenience of induction driven system.

References

- [1] Heldman, D. R., Handbook of food engineering. Boca Raton: CRC Press. 2007.
- [2] Çivi, C., Investigation of Effect of Sintering Parameters to Mechanical Properties at Medium and

- Low Frequency Sintering of Powder Metal Parts, PhD Thesis, Celal Bayar University Graduate School of Applied and Natural Sciences Department of Mechanical Engineering, 2016.
- [3] Zinn, S., Semiatin, S.L., Elements of Induction Heating Design, Control and Applications EPRI, ASM International, USA, 1988.
- [4] Yumrutas, R., Kunduz, M., Kanoglu, M. Exergy analysis of vapor compression refrigeration systems. Exergy, an International Journal 2:266–272, 2002.
- [5] Ahmadi, P., Dincer, I., Thermodynamic analysis and thermoeconomic optimization of a dual pressure combined cycle power plant with a supplementary firing unit. Energy Conversion and Management 52: 2296–2308, 2011
- [6] Ahmadi, P., Dincer, I., Rosen, M.A., Exergy, exergoeconomic and environmental analyses and evolutionary algorithm based multi-objective optimization of combined cycle power plants. Energy 36: 5886-5898, 2011.
- [7] Aljundi, I.H., Energy and exergy analysis of a steam power plant in Jordan. Applied Thermal Engineering 29 :324–328, 2009.
- [8] Kanoglu, M., Çapınoglu, M.O., Yıldırım, M. Energy and exergy analyses of an experimental open-cycle desiccant cooling system. Applied Thermal Engineering 24: 919–932, 2004.
- [9] Unver, U. Efficiency analysis of induction air heater and investigation of distribution of energy losses. Tehnicki Vjesnik-Technical Gazette, 23(5), 1259-1267, 2016
- [10] Bodziak, K., Goleman, R., Nalewaj, K. Induction heater in the electric pasteurizer. Int. Agrophysics, (3): 323-331, 1999

FLEXURAL PROPERTIES OF NATURAL BAST FIBER/CORK REINFORCED POLYESTER COMPOSITES

DOĞAL GÖVDE LİFİ/MANTAR TAKVİYELİ POLYESTER KOMPOZİTLERİN EĞİLME ÖZELLİKLERİ

Yekta Karaduman

Bozok Üniversitesi, Akdağmadeni Meslek Yüksekokulu, Akdağmadeni, Yozgat, Türkiye,
E-posta: yektakaraduman@gmail.com

Özet

Bu çalışmada doğal lif/mantar takviyeli sandviç yapıli polyester kompozitlerin üç noktadan eğilme özellikleri incelenmiştir. Mantar çekirdek malzeme üst ve alttan iki adet jüt/polyester kompozit plaka ile desteklenerek bir sandviç yapı oluşturulmuştur. Üretilen yapıların üç noktadan eğilme testleri gerçekleştirilmiştir. Kompozit üretiminden önce uygulanan sodyum hidroksit (NaOH) arayüz işleminin eğilme özelliklerini olumlu etkilediği gözlemlenmiştir. Üretilen sandviç kompozitlerin tamamen geri dönüştürülebilir, biyolojik olarak parçalanabilir ve çevre dostu malzemeler olarak otomotiv iç bileşenlerinde ve inşaat sektöründe yalıtım malzemesi olarak ve ofis alan ayırma panellerinde kullanımı amaçlanmaktadır.

Anahtar kelimeler: Doğal lifler, sandviç kompozitler, eğilme özellikleri, otomotiv endüstrisi.

Abstract

In this study, three-point flexural properties of natural fiber/cork reinforced polyester composites were investigated. A sandwich structure was produced by using cork as core material and two jute/polyester composite plates as facing materials. Three-point flexural tests of the produced samples were performed. It was shown that sodium hydroxide (NaOH) treatment of fibers before composite preparation had a positive effect on the flexural properties of the resulting composites. The developed sandwich composites can be used as recyclable, biodegradable and environmentally friendly materials in automotive industry as interior components and in civil engineering as insulation materials and office partition panels.

Keywords: Natural fibers, sandwich composites, flexural properties, automotive industry.

1. Giriş

Son yıllarda çevre dostu ve yenilenebilir malzemelere olan ilgi artmaktadır. Bu kapsamda doğal lif takviyeli polimer kompozitler otomotiv, inşaat, spor, eğlence gibi birçok endüstri kolunun ilgisini çekmektedir [1, 2]. Doğal liflerin yenilenebilir, düşük maliyetli ve kolay temin edilebilir olmalarının yanı sıra hafif olmaları en cazip özellikleridir. Ayrıca doğal liflerden üretilen kompozitlerin özgül mekanik özellikleri cam lifi takviyeli kompozitlerle rekabet edebilecek seviyededir [3,4].

Doğal lif takviyeli kompozitlerin mekanik ve çevresel dayanım özellikleri, lif tipi, reçine tipi, lif mimarisi, lif/matris hacimsel oranı ve lif/matris arayüz kalitesi ile ilişkilidir. Doğal liflerin sodyum hidroksit (NaOH) ile işleminin kompozit arayüz kalitesi ve mekanik özelliklerini artırdığı saptanmıştır [5].

Bu çalışmada mantar çekirdek malzeme ve iki tarafında jüt lifi/polyester kompozit yüzey plakaları kullanılarak sandviç yapıli kompozit malzemeler üretilmiştir. Üretilen kompozitlerin 3 noktadan eğilme testleri gerçekleştirilmiştir. Eğilme özelliklerine NaOH yüzey işleminin etkisi ve sandviç kompozitlerin otomotiv ve inşaat endüstrisinde kullanım potansiyeli araştırılmıştır.

2. Malzeme ve Yöntem

2.1. Kullanılan Malzemeler

Yüzey plakalarının üretiminde 300 gr/m² ağırlığında jüt dokuma kumaş (Hessian Cloth) kullanılmıştır (Cuvsan, Türkiye). Dokuma kumaşın çözgü ve atkı yoğunluğu 5 iplik/cm'dir. Çözgü ve atkı ipliği numaraları sırasıyla 290 tex ve 315 tex'dir.

Yüzey plakalarının üretiminde doymamış polyester reçine (Poliya, Türkiye) kullanılmıştır. Polipol-3401 polyester reçine % 2 oranında metil etil keton-peroksit (MEK-P) ve % 0.2 oranında kobalt katalizör ile karıştırılarak nihai reçine karışımı hazırlanmıştır. Hava kabarcıklarının önlenmesi için % 0.5 oranında BYK®-A 560 hava kabarcığı giderici kullanılmıştır.

Sandviç kompozitlerde çekirdek malzeme olarak 5 mm kalınlığında mantar plakalar kullanılmıştır (Duplas, Türkiye).

2.2. NaOH İşlemi

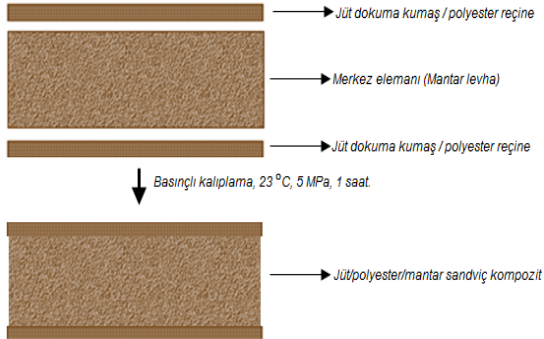
Jüt dokuma kumaşlar öncelikle %2 oranında non-iyonik deterjan solüsyonu ile 70 °C sıcaklıkta 1 saat işleme tabi tutulmuştur. Daha sonra bu kumaşlar %10 NaOH çözeltisi ile 25 °C sıcaklıkta 30 dk. işlem görmüş ve daha sonra %2 oranında H₂SO₄ ile nötralize edilmiştir. Son olarak kumaşlar saf su ile durulanarak etüvde 70 °C sıcaklıkta 8 saat kurutulmuştur.

2.3. Kompozit Üretimi

Bir adet mantar plaka (kalınlık: 5 mm) ve bu plakanın alt ve üst yüzeyine konumlandırılan dokuma jüt kumaşlar (kalınlık: 1,8 mm) bir pres yardımıyla tek adımda sandviç kompozit yapılarına dönüştürülmüştür (Şekil 1). Bu amaçla dokuma kumaşlar polyester reçine

karışımı ile ıslatıldıktan sonra mantar plakanın alt ve üst yüzeyine konumlandırılmış ve bir pres yardımıyla sandviç yapılar üretilmiştir.

Üretilen sandviç kompozitlerde ağırlıkça mantar, jüt ve polyeester reçine oranı sırasıyla %15, %18 ve %67 olarak belirlenmiştir.



Şekil 1. Sandviç kompozit üretimi.

2.4. Eğilme Testi

Sandviç plakaların üç noktadan eğilme testleri ASTM C 393 standardına göre 5 kN kapasiteli Shimadzu AG-XD (JP) test cihazında gerçekleştirilmiştir. Test hızı 2.8 mm/dk olarak seçilmiştir. Test için 125x20x8.6 mm (uzunluk x genişlik x kalınlık) ebadında dikdörtgen kesitli numuneler kullanılmıştır. Destek span uzunluğu 75 mm olarak seçilmiştir (Şekil 2).



Şekil 2. Sandviç eğilme testi.

3. Sonuçlar ve Değerlendirme

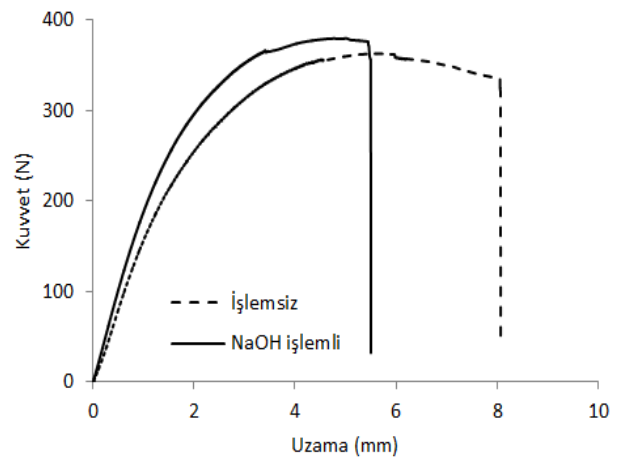
Çizelge 1'de jüt lifi/mantar takviyeli sandviç kompozitlerin eğilme testi sonuçları görülmektedir. NaOH işlemlili jüt lifi ile üretilen kompozitlerin gerek eğme mukavemeti gerekse eğme elastikiyet modülü işlemsiz numunelere göre daha yüksek olarak bulunmuştur. Bilhassa modül artışı %17 ile kayda değer seviyededir. Bunun yanında işlemsiz numuneler yük altında daha yüksek uzama oranı göstermiştir. Ayrıca, çekirdek malzeme kayma mukavemeti ve yüzey malzemesi eğilme mukavemeti değerleri alkali işlem görmüş numunelerde daha yüksek bulunmuştur. Bu

durumun nedeni olarak NaOH arayüz işleminin jüt lifi bünyesinde bulunan hemiselüloz, lignin ve pektin gibi maddeleri uzaklaştırarak daha pürüzlü bir lif yüzeyi oluşturması gösterilebilir [6]. Lif/matris arayüzünde daha iyi bir yapışma sağlanması eğme yükünün kompozit gövdesinde daha homojen olarak dağılması ve matristen liflere daha iyi bir yük aktarımı sağlamıştır. Bununla birlikte alkali işlem sonucu yüzey ve çekirdek malzeme arasında daha iyi bir yapışma sağlanmakta, bu da delaminasyonu önlemektedir.

Çizelge 1. Sandviç kompozitlerin eğme özellikleri.

	Eğilme muk. (MPa)	Eğilme modülü (MPa)	Maks. uzama (mm)	Çekir. kayma muk. (MPa)	Yüzey eğilme muk. (MPa)
İşlemsiz	27.59	1449.78	8.06	1.33	27.78
NaOH	28.86	1703.92	5.50	1.39	29.07

Şekil 3'de jüt lifi/mantar takviyeli sandviç kompozitlerin eğilme yükü altında kuvvet-uzama grafikleri verilmiştir. Her iki numune grubu da yükleme başlangıcında lineer özellik göstermekle birlikte akma noktasından sonra non-lineer bir forma dönüşmüş ve ani bir kırılma ile test noktalanmıştır. İşlemsiz numunelerin daha yüksek bir uzama oranı, düşük mukavemet ve modül ile birlikte daha sünek bir malzeme karakteri gösterdiği görülmektedir. Alkali (NaOH) işlem görmüş numuneler ise daha yüksek mukavemet ve modül ile birlikte daha gevrek bir karakter göstermiştir. Bu durumun nedeni geçmiş çalışmalarda da belirlendiği üzere alkali işlemin lif/matris arayüzünde yarattığı yapışma artırıcı etkidir [6].



Şekil 3. Sandviç kompozitlerin eğme yükü altında kuvvet uzama eğrileri.

4. Sonuç

Bu çalışmada doğal lif/mantar takviyeli sandviç yapıllı polyeester kompozitlerin üç noktadan eğilme özellikleri incelenmiştir. Merkezde mantar malzeme ve alt ve üstte iki adet jüt/polyester kompozit plaka ile desteklenerek

bir sandviç yapı oluşturulmuştur. Üretilen yapıların üç noktadan eğilme testleri gerçekleştirilmiştir. Jüt liflerine kompozit üretiminden önce uygulanan sodyum hidroksit (NaOH) arayüz işleminin eğilme mukavemeti, modülü, çekirdek kayma mukavemeti ve yüzey elemanı eğilme mukavemetinde kayda değer artış yarattığı görülmüştür. Üretilen sandviç kompozitlerin tamamen geri dönüştürülebilir, biyolojik olarak parçalanabilir ve çevre dostu malzemeler olarak otomotiv iç bileşenlerinde ve inşaat, sektöründe yalıtım malzemesi olarak ve ofis alan ayırma panellerinde kullanımının mümkün olduğu öngörülmüştür.

Kaynaklar

[1] Bledzki, AK; Faruk, O; Sperber VE, Cars from bio-fibres, *Macromolecular Materials and Engineering*, 291, 449-457, 2006.

[2] Mehta, G; Mohanty, AK; Thayer, K; Misra, M, Novel biocomposites sheet molding compounds for low cost housing panel applications, *Journal of Polymers and the Environment*, 13, 169-175, 2005.

[3] Joshi, SV; Drzal, LT; Mohanty, AK; Arora, S, Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35, 371-376, 2004.

[4] Wambua, P; Ivens, J; Verpoest, I, Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? *Composites Science and Technology*, 63, 1259-1264, 2003.

[5] Bledzki, AK; Gassan, J, Composites reinforced with cellulose based fibres, *Progress in Polymer Science*, 24, 221-274, 1999.

[6] Onal, L; Karaduman, Y, Mechanical characterization of carpet waste natural fiber-reinforced polymer composites, *Journal of Composite Materials*, 43, 1751-1768, 2009.

INVESTIGATION OF TOOL COATING EFFECT ON THERMAL CONDUCTIVITY BETWEEN TOOL AND CHIP IN TURNING OPERATION BY USING FEM

Kamuran Kamil YEŞİLKAYA^a, Kemal YAMAN^{b*}, Özer TAGA^b and Emre OKUR^b

^aSchool of Mechanical Engineering, the University of Manchester, Manchester, UK

^bThe Scientific and Technical Research Council of Turkey, Defense Industries Research and Development Institute (TÜBİTAK-SAGE), Ankara, 06261, Turkey, *E-mail:kemyam@gmail.com

Abstract

It is widely accepted that heat partition and temperature distribution for orthogonal metal cutting process have a significant effect on the morphological features of the cutting tool. Tool life and cutting accuracy are considerably affected by temperature distribution and heat transfer mechanisms on the tool. For orthogonal machining operations, finite element models can be accurately generated to gain an understanding of heat partition into the cutting tool and effect of tool coating. Three-dimensional uncoated and coated models were created and made compatible with finite element modelling software to be able to perform thermal analyses of the cutting process. Finite element transient temperature values were calculated and hence the heat intensity values for coated and uncoated cutting tools were determined and compared. The analysis results showed that the tool coatings reduced the amount of heat transferred into the cutting tool.

Keywords: Metal cutting; thermal analysis; finite element; tool coating; heat generation.

1. Introduction

Tool life is considered as an important factor affecting the cost of the metal cutting process. Manufacturers try to avoid having many tool replacements during the cutting process. To avoid this, tool wear mechanisms have to be analyzed and preventive measures have to be taken. In the machining processes, the cost of the process and the quality of the work has to be considered carefully. To be able to manage this, a way of cost reduction is investigated while maintaining the overall quality at higher levels. Therefore, temperature distribution in metal cutting processes requires to be fully identified so that the cutting process would be properly accomplished. In any metal cutting operation, the cutting tool engages with the workpiece material and separates the chip from the workpiece material by breaking the bonds at the plane where the shear takes place. In this deformation, heat is generated within the workpiece material. It is important to find the partition and distribution of the heat sources in such orthogonal machining operations [1].

Temperatures in the orthogonal machining operations have an influence on machining performance. The microstructure of the workpiece material is modified by temperature and hence the workpiece material becomes ductile and cutting forces decrease. At the

tool-chip interface, thermal interactions have a major effect on tool life due to the fact that high temperature values cause the softening of the cutting tool and thus trigger tool wear. A study in terms of temperature distribution and heat partition gives rise to the necessity of the tool coatings in such metal cutting processes. Modelling techniques have been used to have an understanding of temperature distribution and heat partition in metal cutting operations. Main modelling techniques are analytical technique and numerical technique, i.e. Finite Element Modelling (FEM). These are often used with an experimental study to validate the results. Finite element models have gained acceptance to discover the temperature distribution characteristic in orthogonal machining operations. The reason is that the FEM gives an opportunity to find thermal parameters such as temperature, heat flux, etc. without establishing a real cutting operation or doing a series of experiments which can be considered to causing cost and time.

Akbar et al. [2] conducted a number of experiments to find the variation of cutting forces in orthogonal machining by using uncoated and coated cutting tools. There is a decrease in cutting forces between the cutting speeds of 100 m/min and 395 m/min, a slight increase in cutting forces between the cutting speeds of 395 m/min and 565 m/min, and finally a fall in cutting forces in the HSM region for TiN-coated tools. Several analytical models were studied for a steady-state temperature solution in the cutting process. Two of these models, which were particularly focused, are suggested by Komanduri et al. [3-4] and Yong et al. [5]. In these models, boundary conditions are applied as heat sources in the primary and secondary deformation zones. In addition, it is assumed that most of the deformation energy during the cutting process transforms into heat.

Abukhshim's study presents an analysis of the contact length between the cutting tool and the chip, and tool wear for uncoated tungsten-based cemented carbide tools [6, 7]. A number of experiments were conducted for dry high-speed turning of EN19 alloy steel using the cutting speeds of between 200 and 1200 m/min, the feed rates of 0.14 and 0.2 mm/rev, and a constant depth of cut of 0.1 mm. The aim of Abukhshim's study was to establish a relationship between the cutting speed and the contact length in such cutting processes. Abukhshim's results showed that the contact length varies in relation to the contact phenomena at the interface between the cutting tool and the chip. The cutting speed had a major effect on the contact

phenomena, which was different for conventional and high speed machining conditions. It can be mentioned that the mathematical models for the calculation of contact length were quantitatively in disagreement with the experimental results for high speed turning.

A cutting process includes three areas of heat generation in the process: shearing plane area, the interface between the tool and the chip, and the surface between the flank face of the cutting tool and the workpiece [8]. At the interface between the cutting tool and the chip, plastic deformation takes place while generating the chip by breaking the bonds between atoms along the shearing plane. After the formation of the chip, it flows along the rake face of the cutting tool. As a result, heat is generated and transferred into the cutting tool. In order to achieve the contact length value in orthogonal cutting process, various mathematical models have been developed in combination with some experimental work [9]. With the help of these models, it is possible that the process parameters of chip thickness and rake angle are qualitatively estimated and the relationship between these parameters and the contact length is then easily assumed [10]. However, quantitative differences between the results of different models are experienced. In these mathematical models, the cutting speed was not taken into consideration to address the contact length. For this reason, this study investigated the effect of the cutting speed on the contact length for the speed range of 200-1200 m/min.

Coated cutting tools are likely to improve tool performance compared to uncoated tools. Coatings can play a major role in the prevention of diffusion process at high temperatures in high speed machining. Moreover, there are different coating types. It was mentioned that physical vapor deposited (PVD) coatings are less affected by chipping in the cutting process than the chemical vapor deposited (CVD) coatings [11, 12]. This makes the PVD coatings preferable for high speed cutting applications. Besides, coated cutting tools experience reduced cutting forces and improved wear resistance which improve tool life [13]. In a study by Trigger et al. [14], 12 % of the heat generated was estimated to be entering the cutting tool. Stephenson et al. found that 15% of the heat generated transferred into the cutting tool [15] whereas the heat fraction value stated by Komanduri et al. [4] was 10 %. Blok's energy partition analysis [16] is often employed as the analytical model for thermal analyses of metal cutting operations. Numerical approaches for metal cutting operations enable manufacturers or researchers to model the process and solve it in an economical way compared to tests in the experimental cutting process. The process can be modelled by using the geometrical and material features of the cutting tool together with the cutting parameters [17-21].

1.2. Heat generation

The three deformation zones, i.e. primary, secondary, and tertiary (see Fig. 1 in Sec.1.2), cause the generation of heat in machining. In terms of heat transfer into the cutting tool, the major effect comes from the secondary deformation zone. It is expected that the rake face of the cutting tool prevents heat from entering the cutting tool. Moreover, the speed of the

process is another important factor in the evaluation of the heat partition analysis.

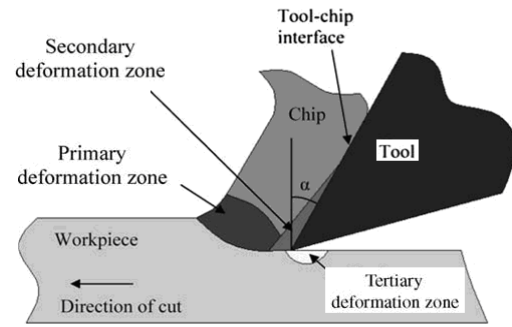


Figure 1. Deformation zones in the orthogonal cutting process [2]

Heat generation takes place in three deformation zones; primary, secondary, and tertiary. Primary deformation zone is formed due to the plastic deformation of the workpiece material (Figure 1). Secondary deformation zone is a result of the interaction between the tool and the chip [2]. After the formation of chip, it flows along the rake face of the tool and this generates heat in this region. Tertiary deformation zone represents rubbing between the processed workpiece surface and the tool flank face.

1.3. Heat partition

Heat generated in the process transmits into the cutting tool, the chip, and the workpiece. This partition is shown in Figure 1. The primary and secondary deformation zones lead to an increase of the cutting tool temperature and have an effect on heat interaction at the interface between the cutting tool and the chip. In the primary deformation zone, local heat first transfers into the chip and then into the cutting tool due to the tool-chip interaction. As a consequence, both primary and secondary deformation zones have influence on the temperature distribution of the tool rake face [2].

According to the Shaw [22], the heat partition coefficient for the cutting tool is calculated by following relationship (1):

$$R_t = 1 - \left\{ 1 + \left[0.754 \cdot \left(\frac{k_t}{k_{wm}} \right) \left(A_a \sqrt{N_T} \right)^{-1} \right] \right\}^{-1} \quad (1)$$

$$N_T = \frac{V_{ch} l_c}{a_w} \quad (2)$$

$$A_a = \frac{a}{l_c} \quad (3)$$

Where,

- a – depth of cut (m)
- l_c – tool-chip contact length (m)
- k_t – tool material thermal cond. coefficient (W/m °C)

k_{wm} – workpiece mat. thermal cond. coeff. (W/m °C)

V_{ch} – chip velocity (m/s)

a_w – chip thickness (m)

$\Delta\theta_s$ – temperature rise between chip and tool (°C)

θ_o – temperature at origin point (°C)

Q – total heat generated (W)

The Leowen and Shaw model [23] is also based on an idealization of the heat sources (in primary and secondary deformation zones) that are both regarded as planes (Loewen and Shaw, 1954). The tool is also assumed to be perfectly sharp and with no chip breaking geometry, as in the previous model.

This model given in (4) does not take into account deformation of the material in the secondary deformation zone but considers all work done due to friction at the interface. On the other hand, the model does include the heat exchange of the area of contact when sliding on a conducting surface.

$$R_t = \frac{\frac{0.377Ql_c}{k_{wm}\sqrt{N_T}} + \Delta\theta_s - \theta_o}{\frac{Ql_c A_a}{k_t} + \frac{0.377Ql_c}{k_{wm}\sqrt{N_T}}} \quad (4)$$

Where,

3. Finite Element Modelling (FEM)

Material properties for tool holder, shim and tools are given in Table 1.

Table 1. Material properties for tool holder, shim and tools (Uncoated cemented carbide-TiN coated) [2]

Component	Tool holder		Substrate and shim		Tool tip	
Material	AISI 1045		Uncoated cemented carbide (UCC)		Titanium Nitride coated (TiN)	
E (Young's modulus) (GPa)	207		534		250	
ν (Poisson's ratio)	0.3		0.22		0.25	
ρ (Density) (kg/m3)	7844		11900		5420	
κ (Thermal conductivity) (W/m.K)	100°C	50.7	100°C	40.15	100°C	21
	400°C	41.9	400°C	52.75	400°C	22.52
	700°C	30.1	700°C	65.35	700°C	24.38
	1000°C	26.8	1000°C	77.95	1000°C	26
c (Specific heat) (J/kg.K)	100°C	470.4	100°C	346.01	100°C	702.6
	400°C	621.6	400°C	382.01	400°C	801.16
	700°C	772.8	700°C	418.01	700°C	846.39
	1000°C	924	1000°C	454.01	1000°C	859.31

A geometrical model which consists of a cemented carbide insert, a shim seat, and a tool holder has been generated. The FE model is shown in Fig. 3. The finite element mesh of the cutting tool was generated with 18580 nodes and 12027 four-node linear tetrahedron elements. TiN-coated cutting tools were generated in ABAQUS with the coating thickness values of 3 and 10

μm . The CAD model of the TiN-coated (3 μm) cutting tool is shown in Fig. 2.

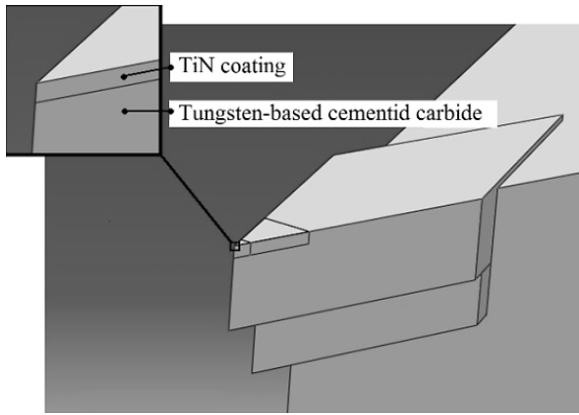


Figure 2. CAD model for TiN-coated (3 μm) cutting tool

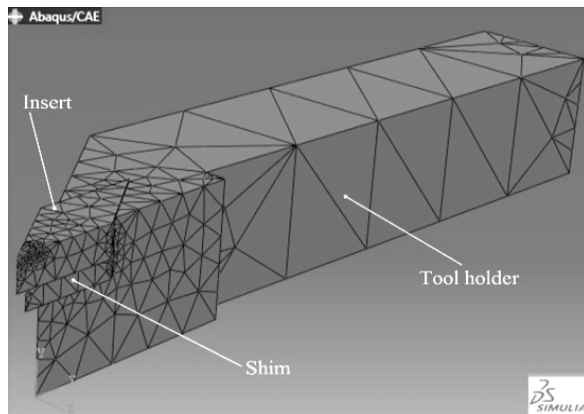


Figure 3. Meshed model

4. Results and Discussion

Two different cutting tools have been investigated by using FEM, which were tungsten-based uncoated cemented carbide and TiN-coated tungsten-based cemented carbide inserts. Steady-state and transient temperature distributions at the tip of the cutting tool are shown in Fig. 4 and Fig. 5 for conventional machining and High Speed Machining (HSM) respectively for uncoated cemented carbide (UCC) tool.

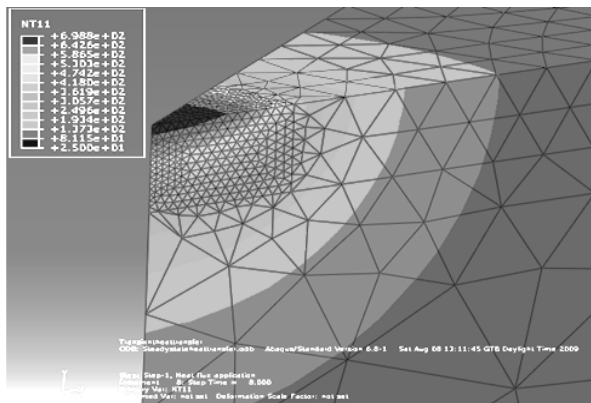


Figure 4. Temperature distribution for transient analysis in conventional machining (12.5% heat flux applied), tungsten-based uncoated cemented carbide (UCC), $T_{max}=698.8\text{ }^{\circ}\text{C}$

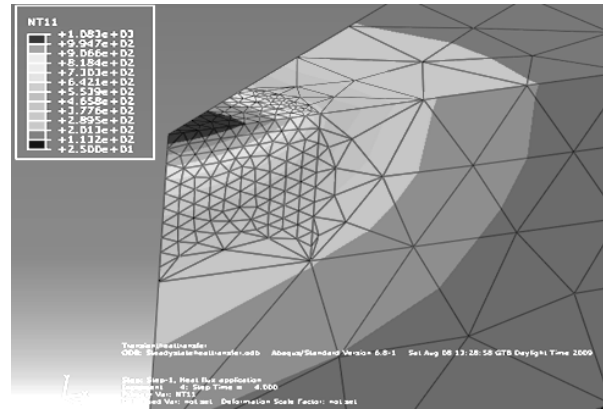


Figure 5. Temperature distribution for transient analysis in HSM (5.5% heat flux applied), tungsten-based uncoated cemented carbide (UCC), $T_{max}=1083\text{ }^{\circ}\text{C}$

In addition, simulations for the transient heat transfer analysis for 6 seconds were completed for UCC and TiN tool in HSM respectively under constant heat flux regime (12.5%). In the transient thermal analysis, heat transfer process takes some time to obtain temperature values of the point which were obtained from the steady-state analysis. The plots of the transient thermal analysis for UCC and TiN tools are given in Fig. 6 for comparing. The transient analysis was kept running for a period of time so that the temperature values of the steady-state analysis were reached. For HSM, the transient analysis was run for 6 seconds.

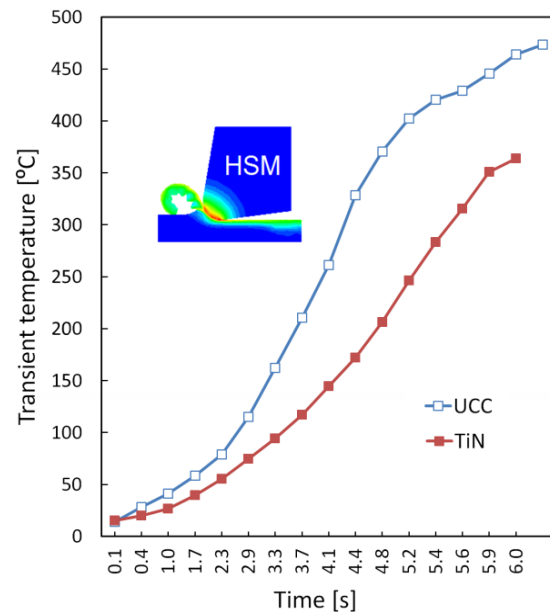


Figure 6. UCC and TiN tool temperature comparison against time in transient thermal analysis for HSM region.

Temperature values reduce when the TiN-coating film was applied on the tungsten-based uncoated cemented carbide insert. This reduction amount changes in relation to the machining mode and the coating thickness. For conventional machining, the temperature reductions of 15.6 °C and 27.7 °C were obtained for the coating thickness values of 3 and 10 μm respectively. As it can be seen from Table 2, the temperature

reduction values are higher for HSM, which are 22 °C and 36 °C for the coating thickness values of 3 and 10 μm respectively. The temperature reductions are achieved as a result of the decrease in the contact length and thus the contact area [2]. A higher temperature decrease in HSM occurs due to higher cutting speeds which lead to shorter time of contact, smaller contact area, and more heat removal by the chip compared to conventional machining.

Table 2. FE results for UCC and TiN-coated tool

Tool coating	Thickness [μm]	Conventional Machining		HSM	
		Maximum Temp. T_{max} [°C]	Reduction in Temp. [°C]	Maximum Temp. T_{max} [°C]	Reduction in Temp. [°C]
TiN	3	683.2	15.6	1061	22
TiN	10	671.1	27.7	1047	36
UCC		698.8	-	1083	-

A higher temperature decrease in HSM takes place because of higher cutting speeds which lead to shorter time of contact, smaller contact area, and more heat removal by the chip compared to conventional machining. The results revealed that the TiN-coated cutting tool experienced lower temperature values than the UCC cutting tool. This is related to the smaller conductivity value of the TiN-coated tool which generates a thermal barrier effect against the heat flowing into the cutting tool. The thermal conductivity of the coating film is expected to alter heat partitions for the cutting tool and the chip. It is assumed that lower thermal conductivity brings about smaller heat partition value for the cutting tool. In terms of the coated tools, higher temperature reductions were obtained from the finite element simulations for HSM in comparison to those for conventional machining. In HSM, the contact area between the tool and the chip is found to be smaller than the contact area in conventional machining [2]. This leads to a decrease in the amount of heat transferred into the cutting tool for HSM and hence lower temperature values for the cutting tool are experienced.

In Fig. 7 and Fig. 8, Temperature distributions of TiN-coated cutting tools are given for two different coating thicknesses (3 and 10 μm).

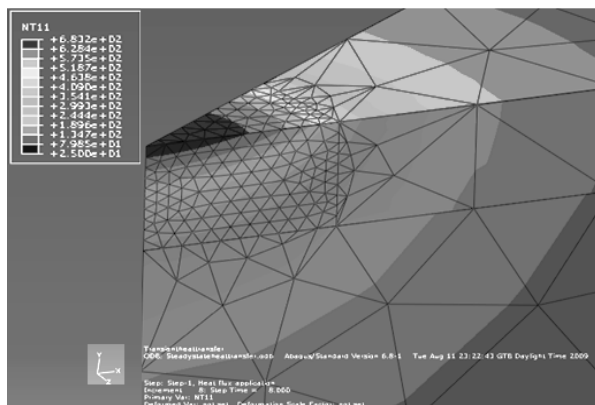


Figure 7. Temperature distribution of TiN-coated cutting tool (3 μm) for transient analysis in conventional machining (12.5% heat flux applied), $T_{max}=683.2$ °C

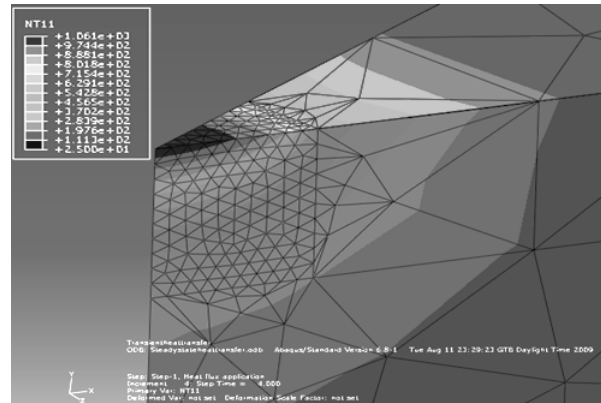


Figure 8. Temperature distribution of TiN-coated cutting tool (3 μm) for transient analysis in HSM (5.5% heat flux applied), $T_{max}=1061$ °C

Thermal conductivity of the tool insert defines the amount of heat flowing into the cutting tool and the chip. Low thermal conductivity leads to high chip temperature, i.e. more curled chips, and hence less amount of heat transferring into the cutting tool [2]. As a result, the contact length between the cutting tool and the chip and hence cutting tool life are affected.

There is a complete heat partition, R_t comparison against the cutting velocity for Theoretical, Shaw [23], Leoven and Shaw [24], Experimental (Akbar et al. [2]) and finite element simulation results in Fig. 9.

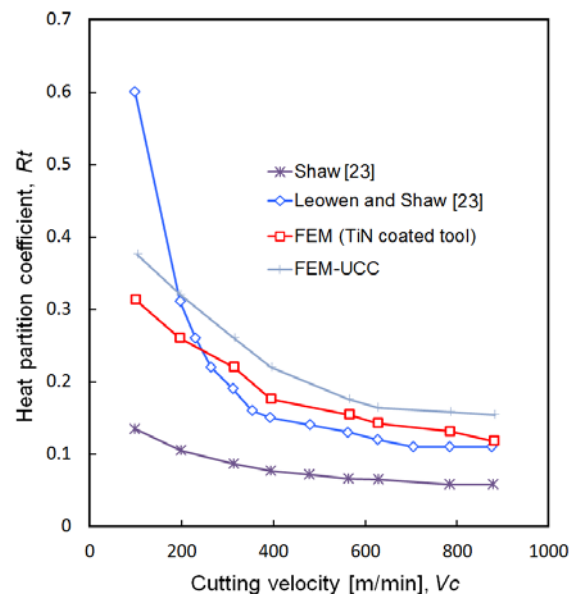


Figure 9. Heat partition coefficient comparison against the cutting velocity for UCC, TiN-coated, Theoretical, Shaw, Leoven and Shaw, experimental-TiN and FEM (UCC/TiN) tool

In Fig. 9, it can be seen that predicted heat partition coefficients by theoretical values of both UCC and TiN, increase with the cutting speed with the maximum heat going into the tool being 63% and 45% respectively. These two models depend purely on the thermal properties of the tool and the workpiece materials, and do not take into account the contact process parameters. The Loewen and Shaw model [23] show

that the heat partition coefficient decreases with an increase in the cutting speed. It is observed that at cutting speed of 100 m/min the heat partition coefficient is approximately 60% dropping to 11% at the maximum cutting speed of 880 m/min. In this case, the heat partition coefficient is modelled as a function of chip velocity, depth of cut, tool-chip contact length and most importantly, the frictional heat flux. Shaw's model [23] predicts heat partition to be in between 13.6% down to 6% which represents the lowest amount of heat going into the tool of all the models. The values of the heat partition into the tool by experimental TiN [2] range from 35% down to 13%. The FEM model of TiN, which represents the same behavior as UCC FEM model, predicts heat partition to be in between 33% down to 14%. The TiN FEM values obtained from this study are lower than the UCC FEM values, since TiN coatings have a more pronounced effect on decreasing the amount of heat transferred into the tool.

5. Conclusion

Tool coatings reduced the amount of heat transferred into the cutting tool. The contact area between the cutting tool and the chip decreases due to good lubrication properties of coated tools and lower thermal conductivity compared to uncoated tools. Lower temperature gradients were observed on the TiN-coated cutting tool in comparison to the UCC-uncoated cutting tool. This is attributed to the smaller conductivity value of the TiN-coated tool which generates a thermal barrier effect against the heat flowing into the cutting tool. Therefore, the coatings have a more pronounced effect on decreasing the amount of heat transferred into the tool.

5. References

[1] E. M. Trent, P. K. Wright, *Metal cutting*, 4th Edition, 1-446, Butterworth Heinemann, Newton MA, ISBN Number 0-7506-7069-X, 2000.
[2] F. Akbar, P. T. Mativenga, M. A. Sheikh, An evaluation of heat partition in high speed turning of AISI/SAE 4140 steel with uncoated and TiN coated tools, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers-Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 222(7): 759-771, 2008.
[3] R. Komanduri, Z. B. Hou, Thermal modelling of the metal cutting process Part 1: Temperature rise distribution due to shear plane heat source, *International Journal of Mechanical Sciences*, 42: 1715-1752, 2000.
[4] R. Komanduri, Z. B. Hou, Thermal modelling of the metal cutting process Part 2: Temperature rise distribution due to frictional heat source at the tool chip interface, *International Journal of Mechanical Sciences*, 43: 57-88, 2001.
[5] H. Yong, S. Y. Liang, Cutting temperature modelling based on non-uniform heat intensity and partition ratio, *Machining Science and Technology*, 9: 301-323, 2005.
[6] N. A. Abukhshim, P. T. Mativenga, M. A. Sheikh, An Investigation of the tool chip contact length and wear in high speed turning of EN19 tool steel, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers -Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 218(8): 889-903, 2004.
[7] P. T. Mativenga, N. A. Abukhshim, M. A. Sheikh, K. K. Hon, An investigation of tool chip contact

phenomena in high speed turning using coated tools, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers-Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 5: 657-668, 2006.

[8] L. H. Huang, J. C. Chen, T. Chang, Effect of tool/chip contact length on orthogonal turning performance, *Journal of Industrial Technology*, 15(2): 1-5, 1999.
[9] A. Toropov, S. L. Ko, Prediction of tool-chip contact length using a new slip-line solution for orthogonal cutting, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 43:1209-1215, 2003.
[10] G. S. Gad, E. J. A. Armarego, A. J. R. Smith Tool-chip contact length in orthogonal machining and its importance in tool temperature predictions, *International Journal of Production Research*, 30(3): 485-501, 1992.
[11] D. T. Quinto, A. T. Santhanam, P. C. Jindal, Mechanical properties, structure and performance of chemically vapor-deposited and physically vapor deposited coated carbide tools, *Materials Science and Engineering*, A105/106: 443-452, 1988.
[12] D. T. Quinto, G. J. Wolfe, P. C. Jindal, High temperature micro hardness of hard coatings produced by physical and chemical vapor deposition, *Thin Solid Films*, 153: 19-36, 1987.
[13] Edwards R. *Cutting tools*, 44-49, Institute of Materials, ISBN: 9780901716484, 1993.
[14] K. J. Trigger, B. T. Chao, An analytical evaluation of metal cutting temperatures, *Journal of Engineering for Industry-Trans. of the ASME*, 73(1): 57-60, 1951.
[15] D. A. Stephenson, A. Ali, Tool temperatures in interrupted metal cutting, *Journal of Engineering for Industry-Trans. of the ASME*, 14(2): 127-136, 1992.
[16] H. Blok, Theoretical study of temperature rise at surfaces of actual contact under oiliness lubricating conditions, *Proceedings of the General Discussion on Lubrication and Lubricants*, The Institution of Mechanical Engineers, London (1938) 222-235.
[17] D. V. Hutton, *Fundamentals of finite element analysis*, McGraw-Hill, New York, NY (2004).
[18] W. König, R. Fritsch, D. Kammermeier, New approaches to characterizing the performance of coated cutting tools, *Annals of the CIRP*, 41(1): 49-54, 1992.
[19] J. Rech, M. A. Djouadi, J. Picot Wear resistance of coatings in high speed gear hobbing, *Wear*, 250: 45-53, 2001.
[20] E. G. Ng, D. K. Aspinwall, D. Brazil, and J. Monaghan, modelling of temperature and forces when orthogonally machining hardened steel, *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 39: 885-903, 1999.
[21] M. Fahad, T. Mativenga, M. A. Sheikh, On the contribution of primary deformation zone-generated chip temperature to heat partition in machining, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 68: 99-110, 2013.
[22] T. Kagnaya, M. Lazard, L. Lambert, C. Boher, T. Cutard, Temperature evolution in a WC-6%Co cutting tool during turning machining: experiment and finite element simulations, *Wseas Trans. On Heat And Mass Transfer*, 6(3):71-80, 2011.
[23] F. Akbar, T. Mativenga, M. A. Sheikh, An evaluation of heat partition models in high speed machining of AISI/SAE 4140 steel, *The 6 th Int. Conference on Manufacturing Research*, Brunel University, UK, 9-11th September, 2008.

INVESTIGATION OF THE EFFECTS OF POLYPROPYLENE FIBER AND HAZELNUT SHELL ASH ADDITIVES ON DENSITY, POROSITY AND WATER ABSORPTION RATES OF CEMENT

POLİPROPİLEN LİF VE FINDIK KABUĞU KÜLÜ KATKILARININ ÇİMENTONUN YOĞUNLUK, POROZİTE VE SU EMME ORANINA OLAN ETKİLERİNİN İNCELENMESİ

Başak Mesci Oktay^a, Burcu Demirbaş^b

^aOndokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, 55139, Kurupelit, Samsun, Türkiye, basakm@omu.edu.tr

^bOndokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, 55139, Kurupelit, Samsun, Türkiye, c.demirbas.omu@hotmail.com

Özet

Yapı malzemelerinin genelini seramik malzemeler oluştururken günümüzde artık kompozit malzemeler önemli oranda kullanılmaya başlanmıştır. Bunun en önemli nedeni ise geleneksel malzeme grupları yerine kompozit malzemelerde aynı anda farklı özelliklerin iyileştirilmesi sağlanmaktadır. Çalışmanın amacı ise gelişen teknoloji ile daha dayanıklı ve kullanılabilir bir malzeme ortaya çıkartmaktır. Bunun için yapı malzemeleri içerisinde tarımsal atık (findık kabuğu) ve düşük maliyete sahip polimerler (polipropilen lif) kullanılabilir. Oluşturulan bu yeni malzemeye yapılan arşimet deneyi sonucunda yoğunluğu, su emme oranı ve yapısında bulunan poroz oranları hakkında bilgiler edinilmiştir. Elde edilen veriler ışığında yeni malzemede avantajlar elde edilmektedir.

Anahtar Kelime: Polipropilen lifler, findık kabuğu külü, çimento, kompozit

1.GİRİŞ

Son yıllarda yapı malzemeleri de ilerleyen teknolojiler ile birlikte değişmeye ve güncellenmeye başlamıştır. Bu olay yapı malzemelerinde kompozit malzeme kullanımının önünü açmıştır. Yapı malzemelerinde kullanılmak üzere çimentoya katkı olarak çok çeşitli organik atıklar kullanılmaktadır. Örneğin; hurma lifleri [Boumhaout, M. *et al.* 2017], findık kabuğu külü, mısır püskülü, pirinç kabuğu vb.

Bu malzemelerin kullanılma amacı; daha iyi yalıtım, depreme dayanıklılık, yangına karşı direnç, su emme oranlarında düşüş veya artış gibi farklı özelliklerde iyileştirme sağlamaktır. Yaptığımız çalışmada ise dayanım ve esnekliği bir arada sağlayarak depreme karşı dayanımı arttırmak amaçlanmaktadır.

1.1.Polipropilen Lifler

1953 yılında sentezlenen polipropilen, araştırmacıları Ziegler ve Natta'ya Nobel Ödülü kazandırmıştır [Yıldırım A. 2007]. Erime sıcaklığı 160 °C civarındadır. Normal olarak -5 °C, +120 °C sıcaklık aralığında

Abstract

While ceramic materials are the most common of building materials, nowadays composite materials have started to be used at important positions. The most important reason for this is the improvement of different properties in composite materials instead of traditional material groups. The aim of the work is to develop a more durable and usable material with developing technology. For this, agricultural waste (hazelnut shell) and low-cost polymers (polypropylene fiber) can be used as building materials. As a result of the archimetry experiment made on this new material, information about density, water absorption rate and porosity in the structure was obtained. Advantages are gained in the new material with the obtained data.

Key words: polypropylene fibres, hazelnut husk ash cement, composite

kullanılmaktadır. Yorulmaya karşı çok iyi direnç göstermektedir. Düşük maliyetli ve iyi bir darbe dayanımına sahiptir [T.C.Millî Eğitim Bakanlığı. 2014].

Sürtünme katsayısı düşük olup, iyi elektrik yalıtımı sağlamaktadır. Kimyasal maddelere karşı dayanıklı olup asit, baz ve tuzlardan etkilenmezler, paslanmaz, erimez ve çürümezler. İçinden geçen sıvıya koku vermez, tadını değiştirmez.

Çizelge 1: Polipropilen liflerin bazı fiziksel özellikleri.

Kopma Dayanımı, Mpa	31-41
Uzama, %	>33
Kopmada Uzama, %	100-600
Çekme Dayanımı, Mpa	300-327
Basınç Dayanımı, Mpa	37-55
Eğilme Mukavemeti, Mpa	41-55
Çekme Modülü, Mpa	1137-1551
Sertlik, Rockwell	R80-R102

Bugün dünya da 150'den fazla polipropilen türü bulunmaktadır. Bu geniş tür dağılımının bulunması

yaygın bir kullanım alanını da beraberinde getirmektedir.

2.Deneysel Veriler



Şekil 1: Polipropilen lifler.

1.2.Fındık Kabuğu Külü

Fındık kabuğu esas itibariyle ağaç benzeri selülozik yapıya sahip olması nedeniyle neme ve suya karşı oldukça duyarlı bir malzemedir. Bu duyarlılık toz haline geldiğinde yüzeylerin artmış olması dolayısıyla daha da artmaktadır. Fındık kabuğunu kül şeklinde kullanmanın amacı ise içindeki nemden kurtulmaktır.

Çizelge 2: Fındık kabuğunun element analizi

Elementler	%
C	45,59
H	4,59
O	38,14
Kül	1,26
Nem	10,42



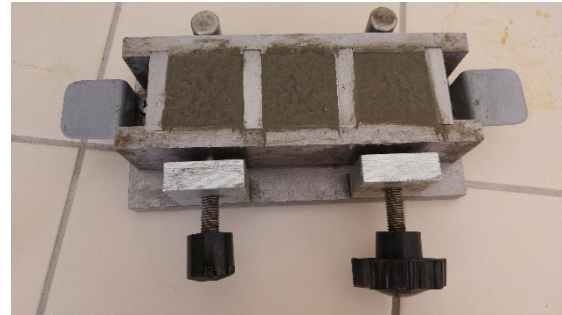
Şekil 2: Fındık Kabuğu Külü (tane boyutu 100 mikron ve altı)

Çimento harcı hazırlanırken standart doğal kum agrega olarak kullanılmaktadır. Yaklaşık 1350 gramlık paket ve TS EN 196-1 standartlarına uygundur. Çimento olarak ticari portland çimentosu olan CEM I 42.5 R kullanılmıştır.

Çimento, kum, kullanılan katkı maddeleri (polipropilen lifler ve fındık kabuğu külü) ve su farklı oranlarda karıştırılarak bir harç elde edilir. Karışımların oranları Tablo 3'te gösterilmektedir. Çimento harçları, TS EN 196-1'e göre yapılan 4x4x4 cm³lük kalıplara dökülür ve Şekil-3'de olduğu gibi görünürler.

Çizelge 3: Karışımın oranları.

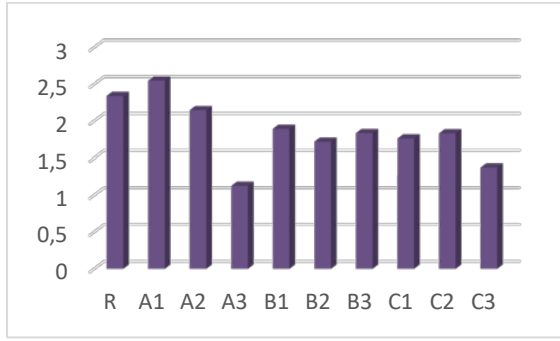
	KUM (gr)	ÇİMENTO (gr)	SU (ml)	PPL (gr)	FFK (gr)
R	1350	450	225	0	0
A1	1350	445,5	225	1,35	3,15
A2	1350	445,5	225	2,25	2,25
A3	1350	445,5	225	3,15	1,35
B1	1350	441	225	2,7	6,3
B2	1350	441	225	4,5	4,5
B3	1350	441	225	6,3	2,7
C1	1350	436,5	225	4,05	9,45
C2	1350	436,5	225	6,75	6,75
C3	1350	436,5	225	9,45	4,05



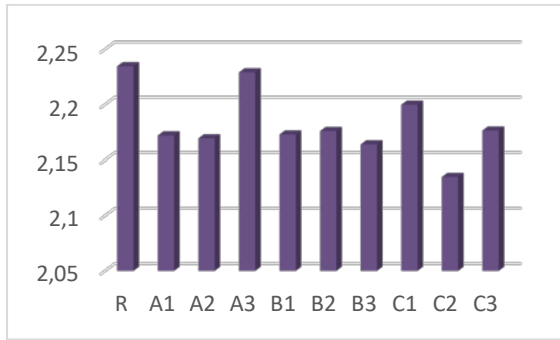
Şekil 3: Kalıba dökülmüş çimento harcı.

Bu numuneler kalıpta 24 saat durur ve sertleşir. Sonrasında kalıptan alınan numuneler kür havuzuna bırakılır. Bu havuzda numuneler 3,7 ve 28 gün durur. Bu sürecin sonunda çıkartılan numuneler 2 saat saf suda kaynatılır ve Arşimet prensibi uygulanarak su emme, görünür porozite ve bulk yoğunluk gibi özelliklerine bakılır. Aşağıda verilen grafikler 28 günlük değerlere aittir.

Çizelge 4: Su emme oranları gr cinsinden.



Çizelge 5: Bulk yoğunluk değerleri gr/cm³ cinsinden.



Çizelge 6: Görünür Porozite değerleri % cinsinden.



3.Sonuçlar

Yapılan deneylerin sonucunda veriler göstermiştir ki 28 günlük kür süresinde kalan numunelerin su emme, ve görünür porozite oranları referans numuneye göre düşük değerlere ulaşmıştır.

A3 numunesi ise su emme ve görünür porozitenin en düşük değere sahip olduğu numune olmuştur.

C2 numunesi ise bulk yoğunluk değerlerinde en az değeri elde etmemizi sağlamıştır.

4.Referanslar

[1]Boumhaout, M., Boukhattem, L., Hamdi, H., Benhamou, B., & Nouh, F. A. (2017). Thermomechanical characterization of a bio-composite building material: Mortar reinforced with date palm fibers mesh. *Construction and Building Materials*, 135, 241-250.

[2]Yıldırım, A. (2007). Öğütülmüş Fındık Kabuğunun Polipropilen Matrisli Kompozitlerde Kullanılabilirliği. *Marmara Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi*.

[3]UŞAR, S.T.Ş.Ö.Ü., TUNCAN, M., & TUNCAN, A. Bitümlü Karışımların Polipropilen Fiberler İle Modifikasyonunda En Son Gelişmeler Ve Uygulama Teknikleri.

THE SURFACE CHARGE OF UNSUPPORTED NANO-STRUCTURED TITANIA CERAMIC MEMBRANE TOP LAYERS WITH VARYING CALCINATION TEMPERATURES

İlker ERDEM^{a,*} and Muhsin ÇİFTÇİOĞLU^b

^a Abdullah Gül University (AGU), Kayseri, Turkey, E-mail: ilker.erdem@agu.edu.tr

^b İzmir Institute of Technology (İZTECH), İzmir, Turkey, E-mail: muhsinciftcioglu@iyte.edu.tr

*: Corresponding author

Abstract

Titania is one of the most preferable ceramic membrane materials with superior durability (as zirconia) when compared to the other ceramics e.g. alumina or silica. The surface charge of the membrane top layer is an important parameter on separation performance of the multilayer ceramic membrane due to the Donnan exclusion mechanisms. In this study, the change of surface charge of unsupported nano-structured titania top layer was investigated with varying calcination temperature. The surface charge of titania was changing with the temperature indicating the possibility of preparing *tailor-made* top layers for multilayer ceramic membranes.

Keywords: titania, membrane, surface charge, calcination.

1. Introduction

Titania (TiO₂, titanium dioxide) is an important ceramic material in the production of multilayer ceramic membranes with some other oxides like alumina (Al₂O₃), silica (SiO₂) and zirconia (ZrO₂) [1, 2, 3, 4]. These membranes mostly consist of a *support* and a *top layer* (and an *intermediate layer* when necessary) [1, 2, 3]. The support is mainly responsible for the mechanical strength and the top layer with a finer structure (smaller pores) is responsible for separation [3].

Sol-gel method can be used for formation of the top layer enabling preparation on nano particulates as sol [1, 5, 6, 7]. The particulates in the sol are formed through reactions of "hydrolysis" and "condensation" of alkoxides [1, 2, 8]. The nano particulates in the sol can be coated on *support* (or *intermediate layer*) and after drying (gel formation) and heat treatment (calcination) a homogeneous layer can be formed with very fine microstructure as can be seen Fig.1. [1]. The SEM micrograph in Fig.1 shows the nano-structured *top layer* (the smaller particulates; <5nm) on top of *support* which consists of bigger particles (100-200 nm).

There are two mechanisms for separation during pressure-driven filtration: size exclusion and Donnan exclusion. Size exclusion is the screening of particles which are bigger in size than the pores of the membrane (top layer). Donnan exclusion defines the rejection of particles/species/ionic groups (e.g. peptides, ions) with a surface charge different than the surface charge of the membrane surface (*top layer*). [1,2].

The Donnan exclusion mechanism (repulsion of similarly-charged particulates (negative-negative or

positive-positive) and attraction of differently-charged (i.e. negative-positive) particulates) is more effective on separation when the particles to be separated are small (with low molecular weight) as in the ultrafiltration (UF) and nanofiltration (NF). It was reported that the phosphate rejection of a ceramic membrane with a MWCO (molecular weight cut-off) value of 3 kDa was greater than another ceramic membrane with a MWCO value of 1 kDa due to higher negative surface charge of the membrane with 3 KDa MWCO (i.e. with larger pores) [9]. The finer pores of 1 KDa MWCO membrane was not as efficient as 3 KDa MWCO membrane for the separation of negatively charged phosphate ions, showing the importance of Donnan exclusion mechanism during filtration of relatively small charged species.

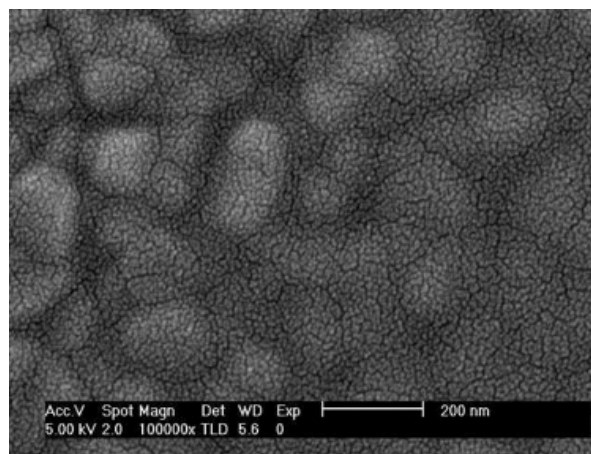


Figure 1. The SEM (scanning electron microscope) micrograph showing the surface of a ceramic membrane [1].

In this study, unsupported nanostructured titania membrane top layers were prepared by using sol-gel method. The sol was dried and heat treated (calcined) at different temperatures in a range of 400° - 550° C. The surface charges of these unsupported membrane top layers were determined in order to investigate the possibility of preparation of membrane top layers with different surface charges. The possible different surface charges for the membrane top layer may give the opportunity to prepare membranes with varying separation capabilities through Donnan exclusion mechanism.

2. Experimental

Titania sol was prepared as described previously [5, 6, 10]. Titanium propoxide (70% in propanol, Sigma) was used in sol preparation with 2-propanol, nitric acid, acetyl acetone (acac) and deionized water with the mol ratios 1: 13: 0.057 :2: 2, respectively. The sol was prepared via addition of acid-alcohol mixture dropwise on the alkoxide-acac-alcohol mixture. The acac was used as a stabilizer to control the rates of hydrolysis and condensation reactions taking place through polymeric sol preparation. The average particle sizes of the prepared sols were determined via laser light scattering particle size distribution analysis (Zetasizer HSA3000, Malvern Co., UK).

The sols were dried in petri dishes to form uncalcined membrane top layer before calcination. The calcination was performed at a temperature range of 400 - 550° C for 120 minutes (2 hours) (Carbolite CWF1300). The crystallographic structures of the calcined unsupported titania layers calcined at different temperatures were determined via X-ray diffraction analysis (XRD) (CuK α , Philips Expert Pro). The surface charge (zeta potential) of the calcined unsupported titania membrane top layers was determined via laser light scattering electrophoresis (Zetasizer 3000HSA, Malvern, Co., UK). The samples for the surface charge determination were prepared by dispersing titania in potassium chloride solution (10⁻³ M KCl, initial pH: 7.4) via an ultrasonic bath.

3. Results and Discussion

The average particle size (APS) of titania sol was determined as 2.9 \pm 0.1 nm, with a polydispersity index of 0.2, showing a narrow particle size distribution of the particulates in the titania sol. The APS of the sol

prepared was just a few nanometers thanks to the presence of stabilizer (acac), controlling the rate of hydrolysis & condensation reactions.

The zeta potential (surface charge) for the titania unsupported membrane top layers calcined at different temperatures were determined at a neutral KCl solution (pH 7.4). The results were as shown in Fig. 1. There is a continuous decrease in the surface charge of titania with the increasing calcination temperature throughout the chosen temperature range.

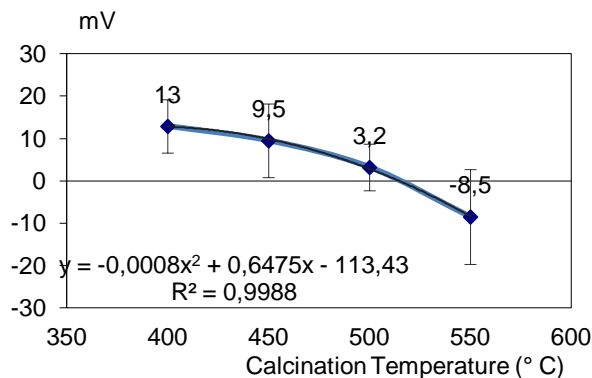


Figure 1. The surface charge (zeta potential) of the unsupported titania membranes calcined at different temperatures (samples dispersed in 10⁻³ M KCl solution with initial pH value of 7.4.)

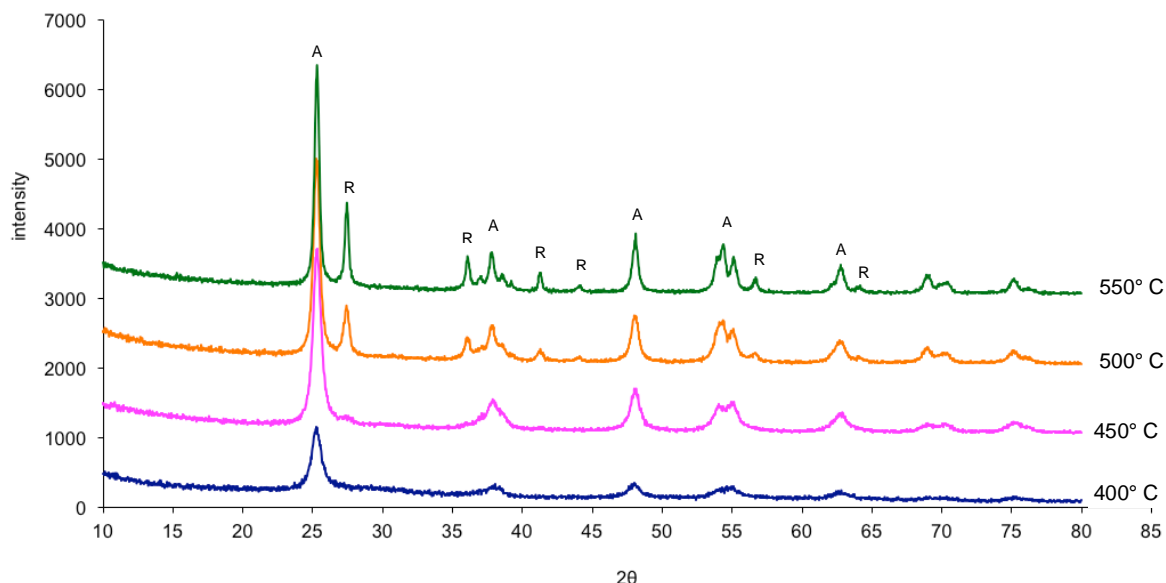


Figure 2. XRD analysis data for unsupported titania membrane top layers calcined at different temperatures via TiAcac sol (A: anatase, R: rutile).

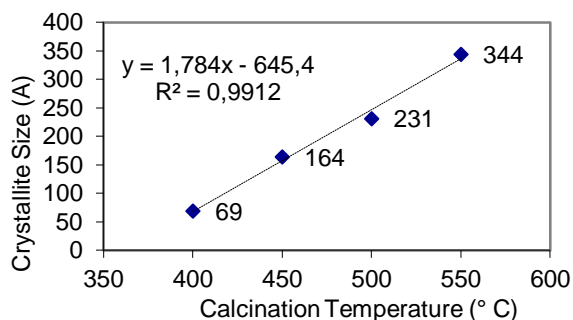


Figure 3. The crystallite sizes (in Angstroms) at different calcination temperatures (for 120 minutes).

The crystal structures of the nanostructured unsupported titania top layers prepared with calcinations at different temperatures were analyzed via XRD. The XRD patterns are shown in Fig. 2., indicating the formation of anatase phase at lower calcination temperatures and initiation of formation of rutile phase with the increasing calcination temperature.

The crystallite sizes for titania calcined at varying temperatures were calculated via the software of the XRD instrument and shown in Fig. 3. The crystallite sizes for titania are increasing from ~7 nm to ~34 nm with increasing calcination temperature.

The change in the crystal structure of the nanostructured unsupported titania membrane top layer accompanied by the phase transformation from anatase to rutile results in a change in the surface charge of titania. The change in the surface charge is even visible at a pH close to neutrality (pH 7.4) and will be more considerable at more acidic and/or basic pH values. That modification of the surface charge with a controllable process parameter (i.e. calcination temperature) may be beneficial for preparation of membrane top layers with different surface characteristics. The separation of ionic species with relatively lower mass during filtration (like ultrafiltration (UF) and nanofiltration (NF)) is mostly controlled by Donnan exclusion mechanism, rather than size exclusion mechanism. Therefore, multilayer ceramic membranes with titania top layers can be prepared with different surface (attraction/repulsion) properties, which will determine the separation efficiency and also fouling behaviour of the membrane.

The further zeta potential determination experiments with pure anatase and pure rutile phases of titania (which were prepared via the calcination of a titania sol at 475° C and 800° C, respectively) were performed at different pH values. The results are shown in Fig. 4. The pure rutile phase has a lower isoelectric point (IEP) than the pure anatase phase, showing the surface charge (zeta potential) of nanostructured unsupported membrane top layer titania is dependent on the present crystal structure/phase.

4. Conclusion

Titania is one of the main oxides used in preparation of top layers of multilayer ceramic membranes. Titania top layers can be prepared with varying surface charges by changing the calcination temperature. The calcination temperature should be kept in a range to have a crystalline stable top layer and not to have a coarse

structure with relatively larger pores, which may hamper separation via size exclusion. The phase transformation in the temperature range selected from anatase to rutile changed the surface characteristics of the membrane top layer, which may be beneficial for preparation of membranes with different Donnan exclusion characteristics (i.e. with better separation capabilities and/or less fouling tendency).

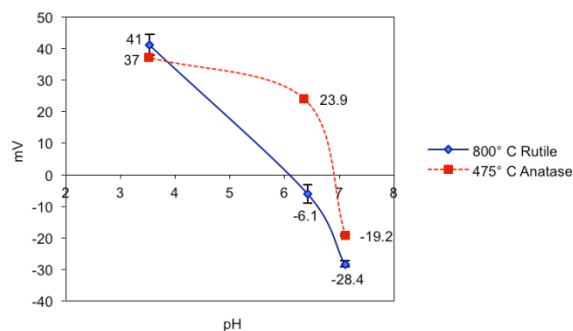


Figure 4. The zeta potential values for pure anatase and pure rutile titania prepared via calcination of the sol at 475° C and 800° C, respectively.

References

- [1] Erdem, Preparation of ultrafiltration / microfiltration ceramic composite membranes for biotechnology applications, M.Sc. thesis, İzmir Institute of Technology, 2002.
- [2] Erdem, Investigation of effects of microstructural and surface properties of ultrafiltration / nanofiltration ceramic membranes on their performance, Ph.D. thesis, İzmir Institute of Technology, 2009.
- [3] Erdem, Sol-gel applications for ceramic membrane preparation, AIP Conference Proceedings, 1809, 0200111-0200119, 2017.
- [4] T. Tsuru, Inorganic porous membranes for liquid phase separation, Separation Purification Technology, 30-2, 191-220, 2001.
- [5] Erdem, M. Çiftçioğlu and Ş. Harsa, Separation of whey components by using ceramic composite membranes, Desalination, 189, 1-3, SPEC. ISS., 87-91, 2006.
- [6] Erdem, M. Çiftçioğlu, Influence of calcination temperature on microstructure and surface charge of membrane top layers composed of zirconia nanoparticles, Journal of the Australian Ceramic Society, 51-1, 134-138, 2015.
- [7] R.R. Bhave, Inorganic Membranes: Synthesis, Characterization and Applications, Van Nostrand Reinhold, 1991.
- [8] L. Cot, A. Ayrat, J. Durand, C. Guizard, H. Hovnanian, A. Julbe, A. Larbot, Solid State Sciences 2, 315-334, 2000.
- [9] R. Shang, A.R.D., Verliefde, J. Hu, Z., Zeng, J. Lu, A.J.B. Kemperman, H. Deng, K. Nijmeijer, S.G.J. Heijman and L.C. Rietveld, Tight ceramic UF membrane as RO pre-treatment: The role of electrostatic interactions on phosphate rejection, Water Research, 48, 498-507, 2014.
- [10] Erdem, M. Çiftçioğlu and Ş. Harsa, Preparation of ceramic composite membranes for protein separation, Key Engineering Materials, 264-268, III, 2251-2254, 2004.

THE EFFECT OF RESISTIVITY TO SINTERING AT INDUCTION SINTERED FERROUS BASED SAMPLES

İNDÜKSİYONLA SİNERLENEN DEMİR ESASLI TOZ METAL NUMUNELERDE ÖZGÜL DİRENCİN SİNERLEMeye ETKİSİ

Can ÇİVİ^a, Enver ATİK^b

^a Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 45140 Muradiye-Manisa, Türkiye, E-mail: can.civi@cbu.edu.tr

^b Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 45140 Muradiye-Manisa, Türkiye, E-mail: enver.atik@cbu.edu.tr

Özet

Toz metalürjisi, diğer üretim yöntemlerine nazaran daha az sayıda işlem basamağı içeren bir yöntemdir. Yöntemin en önemli işlem basamaklarından biri sinterlemedir. İndüksiyon ile sinterleme, zaman ve enerji tasarrufu sağlayan hızlı bir sinterleme tekniğidir. Bu teknikte ısıtılacak parça üzerinde girdap (eddy) akımları oluşur ve numune özgül direnci vasıtası ile ısınır. Bu çalışmada numunelerin sinterleme öncesi özgül direnç değerlerinin sinterleme dinamiklerine etkisi incelenmiştir. Ayrıca çalışma sonucunda sinterleme sonrası mekanik dayanım değerleri ile öz direnç değerleri arasında bağlantı olduğu görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Toz Metalürjisi, Sinterleme, İndüksiyon ile Sinterleme, Mekanik Özellikler, Mikroyapı İncelemesi, Öz direnç Ölçümü

Abstract

Powder metallurgy is a method that involves fewer steps than other methods of production. Sintering is one of the most important steps of the method. Induction sintering is a rapid sintering technique which provide time and energy saving. In this technique, eddy currents are occurred on the part to be heated and sample is heated due to their resistivity. In this study, the effects of resistivity values of green samples to sintering dynamics were investigated. In addition, it was seen that there is a relation between mechanical resistance values and resistivity values after sintering as a result of the study.

Keywords: maximum 5 words: Powder Metallurgy, Sintering, Induction Sintering, Mechanical Properties, Micro Structural Investigation, Resistivity Measurement

1. Giriş

Toz Metalürjisi, metal tozlarının işleminden geçirilerek yararlı mühendislik parçalarına dönüştürülmesi ile ilgilidir. Yöntemin ana aşamaları toz hazırlama, sıkıştırma ve sinterlemedir [1]. Sinterleme işlemi atomik ölçekte oluşan kütle taşınım olayları aracılığı ile basınç altında sıkıştırılmış ya da basitçe şekil verilmiş parçaların ısı etkisi altında kimyasal bağlar yaparak, parçacıkların ağırlıklı olarak katı bir yapıya dönüştürüldüğü ısı işlemidir. Bu bağlanma, mukavemeti

artırırken sistem enerjisini düşürür [2, 3]. Geleneksel sinterleme prosesi parti ya da sürekli fırınlarda gerçekleştirilir [1]. Sinterleme ile üretilen ürünlerin özelliklerini iyileştirme ve üretim maliyetlerini geliştirme çabaları, gün geçtikçe artmaktadır. Yeni ısıtma teknikleri ile sinterleme sıcaklığına hızlı ulaşım, numunelerden daha iyi özelliklerin elde edilmesine yardımcı olur [3, 4]. İndüksiyon ile sinterleme yönteminin en önemli avantajı malzemenin teorik yoğunluğuna yakın yoğunluk elde edilmesi ve tane büyümesinin geleneksel sinterleme yöntemine oranla önemli ölçüde engellemesidir [5]. Literatürde demir dışı malzemelerin ve özellikle nano ölçekteki kompozit malzemelerin sinterlenmesinde yüksek frekanslı indüksiyon [6-9], demir esaslı malzemelerin sinterlenmesinde de orta ve düşük frekanslı indüksiyon uygulamaları [10-15] mevcuttur. İndüksiyon ile ısıtma, metalin içerisinde oluşan elektrik akımlarına dayanır. Oluşan elektrik akımları, numune üzerinde ısı oluşumuna neden olur Bu da parçalar üzerinde Eddy (girdap) akımlarını tetikler. İndüksiyon akımı ile ısı meydana gelişini açıklayan iki olgu mevcuttur. Bunlar manyetik histerisiz ve joule ısınmasıdır. Manyetik histerisiz, Joule ısınmasına göre daha az önemli bir faktör olduğundan çoğunlukla göz ardı edilir [16]. İndüksiyon ile ısıtma uygulamalarında özgül direnç joule ısınmasını sağladığından önemli bir olgudur. Her malzemenin özgül direnç değeri farklıdır. Özgül direnç, malzemenin uzunluğu ve elektrik iletkenliği ile doğru, enine kesiti ile ters orantılıdır. Gümüş, bakır, altın gibi metallerin özgül dirençleri çok düşüktür, yani elektriği çok iyi iletirler [17, 18].

Bu çalışmada demir esaslı toz metal malzemelerin indüksiyon ile sinterleme işlemlerinde sinterlenmemiş ham numune özgül direnç değerlerinin sinterleme işlemine etkisi incelenmiştir. Ayrıca sinterleme esnasında numune özgül dirençlerinin değişimi incelenmiş ve son olarak sinterleme sonrası özgül direnç değerleri ile mukavemet arasındaki bağlantı araştırılmıştır.

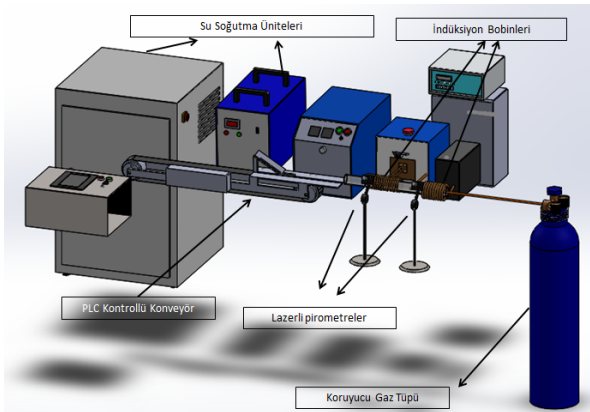
2. Deneysel Çalışmalar

Bu çalışmada toz metal numunelerin elde edilmesinde, % 0,5 grafit ve yağlayıcı olarak %0,8 Çinko Stereat içerikli Högenas AHC 100.29 kodlu su atomize demir tozu kullanılmıştır. Toz özellikleri Çizelge 1'de yer almaktadır.

Çizelge 1 Högenas AHC 100.29 demir tozu kimyasal, fiziksel özellikleri ve elek analizi

Kimyasal Özellikler (%)		Fiziksel Özellikler		Boyut Analizi (%)	
C	0,5	Görünür Yoğunluk	2,42 g/cm ³	45 µm<	23
O	0,7			45-150 µm	69
Cu	3	Akış	31s/50 g	150-180 µm	8
Demir	Balans			>180 µm	0

Tozlar, 100 tonluk Hidrolik Atölye Presi ve toz metal kalıbında 600 MPa basınç altında preslenmiş ve 10x10x55 mm boyutlarında numune elde edilmiştir. Güvenirlikli sonuç elde edebilme amacı ile her deney parametresi için ortalama 10 numune üretilmiştir. Numuneler, presleme işleminin ardından sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Numuneler 12 kW gücünde 45 kHz frekanslı indüksiyon cihazında argon gazı atmosferinde sinterlenmiştir. Sinterlemenin gerçekleştirildiği düzenek Şekil 1'de görülmektedir.



Şekil 1. İndüksiyonla sinterleme düzeneği.

İndüksiyon ile sinterleme işlemi gösterilen orta frekanslı indüksiyonla sinterleme düzeneğinde 15 dakika süresince 900,1000 ve 1120° C sıcaklıkta olmak üzere 3 farklı sıcaklıkta ve 1120° C sıcaklık sabit tutulmak üzere 3 farklı sürede (6, 10 ve 15 dakika), toplam beş ayrı parametrede gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sonrasında numunelere özgül direnç ölçümü ve 3 nokta eğme deneyi yapılmış ve numunelerin mikro yapıları incelenmiştir. Numunelerin direnç değerleri Hioki 3541 direnç ölçüm cihazı ile ölçülmüştür ve direnç ölçüm cihazından okunan direnç değerlerinin, numunenin kesit alanı ile çarpılıp uzunluğuna bölünmesi ile elde Özgül direnç değerleri mikro ohm metre (µ m) cinsinden elde edilmiştir. Özgül direncin elde edildiği denklem aşağıda yer almaktadır.

$$\rho = \frac{R.A}{l} \quad (1)$$

Numunelere gerçekleştirilen 3 nokta eğme deneyi 100 kN kapasiteli SHIMADZU-AG marka cihazda 1 mm/dk hızda uygulanmıştır. Numunelerin Rockwell-B sertlik değerleri BMS 200 RB marka cihazda 100 kg (981Newton) kuvvet ile ASTM E18-12 standardına uygun olarak ölçülmüştür. Numunelerin Mikro yapı incelemeleri için numuneler Struers labotom-3 marka hassas kesme cihazı ile kesildikten sonra çeşitli gridlerdeki zımparalar ile Struers Labopol 5 parlatma

cihazında zımparalanıp 3 ve 1 mikronluk elmas solüsyon ile parlatılmıştır. Parlatma işleminin ardından numuneler % 3'lük Nital (% 3 Nitrik Asit-% 97 Etanol) çözeltisinde dağlanıp, mikro yapı görüntüleri Nikon Eclipse LV150 marka optik mikroskopta çekilmiştir.

3. Bulgular ve Tartışma

3.1 Özgül direnç Ölçüm Sonuçları

Numunelerin özgül direnç ölçüm sonuçları Çizelge 2'de yer almaktadır.

Çizelge 2. Numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası özgül direnç ölçüm değerleri

Sinterlenmemiş Numune Öz direnci (µΩ m)	Sinterleme Parametresi	Sinterleme Sonrası Özgül direnç (µΩ m)
2130,21	1120 °C 6 dk. İndüksiyon	2,54
	1120 °C 10 dk. İndüksiyon	2,21
	1120 °C 15 dk. İndüksiyon	2,17
	1000 °C 15 dk. İndüksiyon	23,04
	900 °C 15 dk. İndüksiyon	41,47

Sonuçlardan da görüldüğü gibi, numunelerin sinterlemeden önceki özgül dirençleri sinterleme ile büyük ölçüde düşmüştür. Sonuçlar, sinterleme gerçekleştikçe ne numune içerisindeki boşluklar azaldıkça, numune öz dirençlerinin düştüğünü göstermektedir. Özgül direnç sonucunun 900 °C'de Sinterlenen numunelerde yüksek oluşu, bu sıcaklıkta sinterleme işleminin tam olarak gerçekleşmediğine işaret eder.

3.2 Üç Nokta Eğme Deney Sonuçları

Numunelerin 3 nokta eğme deney sonuçları Çizelge 3'te yer almaktadır.

Çizelge 3. Numunelerin sinterleme sonrası 3 nokta eğme deney sonuçları

Sinterleme Sıcaklığı (°C) ve Yöntemi	3 Nokta Eğme Dayanımı (N/mm ²)
1120 °C 6 dakika	448,78
1120 °C 10 dakika	480,22
1120 °C 15 dakika	484,35
1000 °C'de 15 dakika	432,25
900 °C'de 15 dakika	342,03

Sonuçlardan da görüldüğü gibi sinterleme sıcaklığı ve süresi arttıkça numunelerin dayanım değerleri yükselmiştir. Numunelerin sinterleme sonrası dayanım değerlerinin özgül direnç değerleri ile bağlantılı olduğu da görülmektedir. Özgül direnç düştükçe sinterlemenin daha iyi gerçekleştiği dolayısıyla dayanım değerlerinin de arttığı görülmüştür.

3.3 Sertlik İnceleme Sonuçları

Numunelerin sinterleme sonrası sertlik değerleri Çizelge 4'te yer almaktadır.

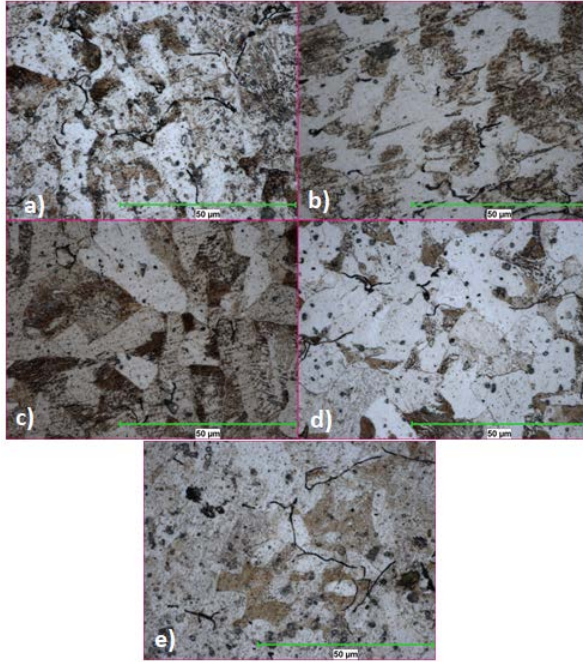
Çizelge 4. Numunelerin sinterleme sonrası sertlik ölçümü sonuçları

Sinterleme Sıcaklığı (°C) ve Yöntemi	Sertlik (HRB)
1120 °C 6 dakika	29,1
1120 °C 10 dakika	31,17
1120 °C 15 dakika	31,45
1000 °C'de 15 dakika	24,14
900 °C'de 15 dakika	22,88

Sinterleme sıcaklığı ve süresi arttıkça numunelerin sertlik değerleri dayanım değerleri gibi yükselmiştir. Numunelerin sinterleme sonrası hem dayanım hem sertlik değerlerinin özgül direnç değerleri ile bağlantılı olduğu görülmektedir. Öz direnç düştükçe sinterlemenin daha iyi gerçekleştiği dolayısıyla dayanım değerlerinin de arttığı görülmüştür.

3.4 Mikro Yapı İncelemeleri

Numunelerin optik mikroskop ile mikro yapı incelemeleri şekil 2'de görülmektedir.



Şekil 2. a) 1120 °C'de 6 dakika, b) 1120 °C'de 10 dakika, c) 1120 °C'de 15 dakika, d) 1000 °C'de 15 dakika e) 900 °C'de 15 dakika

Mikro yapı fotoğraflarından 900 °C sinterleme sıcaklığında toz partikülleri arasında çizgisel şekilde boşlukların meydana geldiği görülmüştür. Bu olgu da bu sıcaklıkta sinterlemenin yetersiz gerçekleştiğini göstermiştir. Öz direnç ölçüm sonuçları ve dayanım değerlerinin gösterdiği olguyu, mikro yapı fotoğrafları doğrulamıştır.

4. Sonuçlar ve Öneriler

Gerçekleştirilen bu çalışma sonucunda, demir esaslı toz metal malzemelerin öz direnç ölçümünün, numunelerin sinterleme işleminin ne kadar iyi gerçekleştiği konusunda fikir verebileceği görülmüştür. Aynı şekilde tahribatlı bir dayanım testi yapılmaksızın

öz direnç ölçümü ile numunelerin dayanımları konusunda bir ön fikre sahip olunabileceği ön görülmektedir.

Kaynaklar

- [1] German, R. M. Toz ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri. Editörler; Süleyman Sarıtaş, Mehmet Türker, Nuri Durlu, TMMD, Ankara/Türkiye, 2007, 574 s
- [2] Upadhyaya G.S., Powder metallurgy technology. Cambridge International Science Publishing, Cambridge, 1997.
- [3] German, R. M., Çeviri H. Özkan GÜLSOY, Sinterleme Teorisi ve Uygulamaları, Nobel Yayınevi, Ankara/Türkiye, 2014.
- [4] Mizuno, Y., Kawasaki, A., Watanabe, R. In-situ Measurement of nonuniform sintering shrinkage of complex-shaped compacts. Journal of The Japan Institute of Metals. vol:58, 1184-1190, 1994.
- [5] Shon, I.J., Jeong, I.K., Ko, I., Doh, J.M., Woo, K.D. Sintering behavior and mechanical properties of WC-10Co, WC-10Ni and WC-10Fe hard materials produced by high-frequency induction heated sintering. Elsevier Science, Ceramics International. 35:339-344.
- [6] Kim, H.C., Shon, I.J., Munir, Z.A. Rapid sintering of ultra-fine WC-10 wt% Co by high-frequency induction heating. Journal of Materials Science. 2005, 40, 2849-2854, 2009.
- [7] Kim, H.C., Shon, I.J., Yoon, J.K., Lee, S.K., Munir, Z.A. One step synthesis and densification of ultra-fine WC by high-frequency induction combustion. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 24, 202-209, 2006.
- [8] Kim, H.C., Shon, I.J., Yoon, J.K., Doh, J.M., Munir, Z.A. Rapid sintering of ultrafine WC-Ni cermets. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 24, 427-431, 2006.
- [9] Kim, H.C., Yoon, J.K., Doh, J.M., Ko, I.Y., Shon, I.J. Rapid sintering process and mechanical properties of binderless ultra fine tungsten carbide. Materials Science and Engineering: A435-436, 717-724, . 2006.
- [10] Çivi, C.; Atik, E., Comparison Of Effect Of Induction And Classical Sintering To Mechanical Properties Of Powder Metal Components. AIP Conference Proceedings. Volume:1476, 119-122, 2012.
- [11] Çivi, C., Akpınar, G., Atik, E., Effects of the sintering parameters on mechanical properties of Fe-based powder metal parts. International Porous Powder Materials Symposium (PPM 2013), 2013, İzmir Turkey, (Proceedings Book, 180-185 s).
- [12] Çivi, C., Atik, E. Fırında Klasik Olarak Ve İndüksiyonla Sinterleme Yöntemiyle Sinterlenerek Üretilen Toz Metal Burçların Mekanik Özelliklerinin Karşılaştırılması, Bursa OTEKON 2012, 04 - 05 Haziran 2012, Bursa (6. Otomotiv Teknolojileri Kongresi Bildiri Kitapçığı)
- [13] Çivi, C., Tahralı, N., Atik, E. Reliability Of Mechanical Properties Of Induction Sintered Iron Based Powder Metal Parts. Materials & Design. 53, 383-397, 2014.
- [14] Akpınar, G.; Çivi, C.; Atik, E. An Investigation Of Induction And Classical Sintering Effect On Powder Metal Parts By Finite Element Method journal Materiali in Tehnologije / Materials and Technology, 48(2), 305-312, 2014.
- [15] Çivi, C.; Akpınar, G.; Atik, E. Mechanical properties of conventionally and induction sintered Fe-based

powder metal bushings. *Materials Testing*. Vol. 57, No. 6, 518-523, 2015.

[16] Zinn, S., Semiatin, S.L. *Elements of Induction Heating Design, Control and Applications*. EPRI, ASM International, USA, 3, 12-13, 1988.

[17] Rudnev, V., Loveless D, Cook R., Black M., *Handbook of induction heating*, 2003, New York, Marcel Dekker.

[18] Dereci, S. *İndüksiyonla ısıtma sistemlerinin incelenmesi ve bir uygulama devresinin gerçekleştirilmesi* Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Elektrik müh. İstanbul, 2010.

KINETIC OF CELLULOSE BASED WASTE / PMMA COMPOSITES OF LONG-TERM WATER ABSORPTION BEHAVIOR

SELÜLOZ ESASLI ATIK TOZ/PMMA KOMPOZİTLERİN UZUN-DÖNEMLİ SU ABSORPSİYONU DAVRANIŞININ KİNETİĞİ

Kenan BÜYÜKKAYA

Giresun Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Giresun, Türkiye, kenan.buyukkaya@giresun.edu.tr

Özet

PMMA matris 425-600 µm boyutlarında fındıkkabuğu ve kestane ağacı tozu ilave edilerek oluşturulan kompozitlerin 23°C deki uzun dönemli (13000 saat) su absorpsiyonu davranışlarının kinetiği incelendi. Pmma hidrofobik karaktere sahip olduğundan su absorpsiyonuna karşı direnç gösterdi. Selülozik esaslı iki atıktan Fındıkkabuğu su alma bakımından daha az su absorbe etti.

PMMA/fındıkkabuğu tozu ve kestane ağacı tozu ilave edilerek oluşturulan kompozitlerin su absorpsiyon kinetiği Fick difüzyon mekanizmasına yakın olduğundan su absorpsiyonu sonuçları bu yasa kapsamında ele alındı ve difüzyon katsayıları (D) ve difüzyon parametreleri (k,n) değerleri belirlendi. Katılan takviye maddelerinin miktarının artırılmasıyla kompozitlerin absorpsiyon (S) ve geçirgenlik (P) katsayılarında düzenli değişim tespit edildi. Fındıkkabuğu su absorpsiyonu açısından olumlu özellikler sergiledi.

Anahtar kelimeler: Pmma, kompozit, Ağaç tozu, su absorpsiyonu, difüzyon.

Abstract

In Pmma matrix 425-600 µm sized hazelnut kernel and chestnut tree dust were investigated for the long-term (13000 hours) water absorptions behavior of the composites formed at 23°C. Because PMMA has hydrophobic character, it showed resistance to water absorption. From two cellulosic

based wastes, Nutshell absorbed less water than the other wastes in terms of water intake. The water absorptions of the composites prepared by adding PMMA / hazelnut kernel and chestnut saw dust were close to the Fick diffusion mechanism and the diffusion coefficient (D) and diffusion parameters (k, n) values were determined. By increasing the amount of reinforcing materials incorporated, regular changes in the absorption (S) and permeability (P) coefficients of the composites were found. Nutshell showed positive characteristics in terms of water absorption.

Key Words: Pmma, Composite, Saw dust, Absorption, diffusion

Giriş

Polimer kompozitler gün geçtikçe daha fazla kullanım alanı bulmaktadırlar. Özellikle takviyeli polimer kompozitler, fiyatlarının düşük olması, kimyasal dayanıklılık, mekanik özellikler, hafiflik, kolay üretim ve titreşim emme gibi avantajlarından dolayı yapısal bir çok uygulamada tercih edilmektedir. [1-3]. Bu kompozitlerin üretiminde kullanılan dolgu ve takviye malzemelerinin bir kısmını doğal malzemeler ve doğal atıklar oluşturmaktadır [4,5].

Pmma tanımlanmış mekanik, ısıl ve diğer fiziksel özellikleri sebebiyle geniş kullanım alanına sahip bir termoplastik/termosettir. Bununla birlikte, su alma özelliklerinin de sınırlı olması nedeniyle su absorpsiyonuna karşı direnç yüksektir. Bu özelliklerinden dolayı, Pmma'den imal edilmiş ürünler nemli ortamlarda ve hatta su ile direkt temas halinde uzun bir yaşlanma ömrüne sahiptir.[6].

Literatürde, yapılan çalışmaların bir kısmında, atık olarak ortaya çıkan çeşitli organik dolgu maddelerinin kullanılması yoluyla kompozitlerin üretilmesi ve bu kompozitlerin su absorpsiyonu konusunu davranışlarının belirlenmesi amaçlanmıştır [7-8].

Pmma/inorganik kompozitler nemli ortamlarda ve uzun süreler boyunca yaygın olarak kullanılmasına rağmen, literatürde bu kompozitlerin su absorpsiyonu kinetiği ile ilgili çalışmalar sınırlı kalmıştır.

Bu çalışmada, Pmma matrisli kompozitleri oluşturmak üzere Kestane talaşı ve Fındıkkabuğu tozu takviye maddesi olarak kullanılmıştır. Endüstriyel atık olan testere talaşının yanısıra ülkemizde ağırlıklı olarak Karadeniz Bölgesinde yetiştirilen fındığın kabuğu genellikle endüstriyel olarak kullanılmamaktadır. Yıllara göre değişkenlik gösterse de ortalama 592 bin ton üretimi olan bu ürünün yaklaşık olarak % 48'i kabuktur[9,10]. Her yıl yaklaşık 300 bin ton civarında bir arzı olan bu maddenin yakılması yerine endüstriyel olarak kullanım alanı bulması, bu çalışmanın sosyo-ekonomik amaçlarındandır.

2. Materyal ve Metod

Fındıkkabuğu ve Kestane talaşı-Polimetilmetakrilat kompozitlerin oluşturulması için ağaç işleme fabrikalarından ağaç tozu ve yerel un değirmenlerinde öğütülerek fındık kabuğu tozu elde edildi. Geniş bir dağılım gösteren fındıkkabuğu tozu ve diğer selülozik kökenli katkı maddesinin boyutları, dağılımı sınırlandırmak ve su alma

etkilerini daha net olarak belirlemek amacı ile laboratuvar elekleri yardımı ile 425-600 µm olarak belirlendi. Selülozik kökenli atıklar-Polimetilmetakrilat kompozitlerin oluşturulmasında kullanılan matris malzemesi Otto Bock (Almanya) Türkiye temsilciliğinden sağlandı. Kullanılan polimetilmetakrilat matris malzemesinin sertleştirilmesi için aynı firmadan peroksit esaslı kimyasal madde temin edildi.

2.1 Örneklerin Hazırlanması

Selülozik katkı maddeleri örneklerin hazırlanmasından önce 4 saat süreyle kurutularak, içerisindeki nemin azaltılması sağlandı.

Fındık kabuğu ve diğer atıklardan, kompozit deney numunesi oluşturmak amacı ile PTFE malzemeden döküm kalıpları hazırlandı. Matris malzemesinin sertleştirilmesi için içerisine % 2 peroksit sertleştirici ilave edildi. Elde edilen bu karışımın içerisine belli oran (%-10-20-30) ve farklı tozlar (Fındık kabuğu tozu ve Kestane talaşı) karıştırılarak sıvı döküm malzemesi oluşturuldu. Hazırlanan sıvı karışım kalıplara dökülmek sureti ile test numuneleri elde edildi. Daha sonra nihai kür uygulaması için 24 saat boyunca 80 ° fırında bekletildi.

2.2 Fiziksel Özelliklerin Belirlenmesi

2.2.1 Yoğunluk Tayini

Fındık kabuğu tozu, Gürgeç ağacı tozu ve Kestane ağacı tozlarının yoğunlukları piknometre yöntemi ile ve sıvı olarak aseton kullanılarak tesbit edildi. Selülozik esaslı dolgu maddelerinin belirlenen yoğunlukları tablo 1'de verildi.

Tablo 1. Kullanılan takviye malzemelerinin yoğunluk analizi

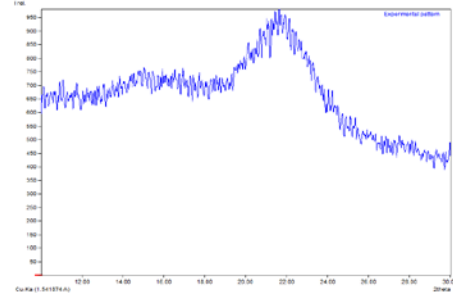
Takviye maddeleri	Yoğ (gr/cm ³)
FKT	1,358
KAT	0,402

2.2.2.Selülozik Esaslı Atıkların X-ışını Kırınımı Analizi

Fındık kabuğu unu içerisindeki selülozun tipik kristal kafesine ait X-ışını kırınım desenleri Şekil 5a,b'de verilmiştir. Selüloz elyafa ait ana desenlerin iki teta değerleri sırasıyla 16 ve 21.8 dir ve bu desenler (101) ve (002) düzlemlerine karşılık gelir. Pik (002), selüloza ait en büyük kristalin zirvesi ve I_{am}, pikler arasındaki amorf malzemenin en düşük noktasıdır. Bazı çalışmalarda çeşitli doğal liflerin, ağaç atıklarının ve tarımsal atıkların kristalin indeksi Segal ampirik yöntemi [11-12] kullanılarak belirlenmiştir. Bu yöntem formül 1'de ifade edilmiştir:

$$CrI = (I_{002} - I_{am}) \times 100 / I_{002} \quad (1)$$

Bu yöntem kullanılarak FKT ve KAT. nun kristalinite indeksinin sırasıyla % 35, %26 olduğu ortaya konuldu (Şekil.1).



Şekil. 1.425-600 Fındık kabuğu unu'na ait x ışını kırınım paterni

2.3. Su Absorpsiyon Testleri ve Ölçümler

Su absorpsiyon deneyleri EN 2378 standardına uygun biçimde yapıldı ve her grup için, en az beş adet 4 mm kalınlığında (b), 13 mm eninde (w) ve 127 mm boyunda (l) test numuneleri kullanıldı. Kontrol numuneleri 80°C fırın içerisinde 48 saat süreyle kurutuldu. Fırından çıkarılan numuneler hızlıca Precisa marka ve XB 220A SCS kodlu 0,1 mg hassasiyete sahip analitik terazide tartılarak su absorpsiyon deneyi öncesindeki ilk ağırlıkları (W₀) belirlendi. Ölçüm sonrasında kontrol örnekleri damıtılmış su ile dolu cam kaplara konuldu. Belirlenen zaman periyotlarında bu banyodan çıkarılan numuneler, kuru bir peçete ile hafifçe silinip terazi ile tartıldı ve hemen ardından tekrar su banyosuna daldırıldı. Tartım işlemlerinin yaklaşık 15 s içerisinde tamamlandı. Kompozitlerin uzun dönemli su alma davranışlarını belirlemek amacı ile işlemlere 13000 saat devam edildi.

3. Sonuçlar ve Tartışma

3.1.Su Absorpsiyonu Davranışı

Saf Pmma ve Pmma/fındık kabuğu tozu ile oluşturulan kompozitlere ait karakteristik su alma davranışı Şekil 1'de verilmiştir. Grafikte, su alma miktarının absorpsiyon zamanının karekökü ile değişimi ortaya konulmuştur. Şekilde saf Pmma'nın oldukça düşük miktarlarda su absorbe ettiği ayrıca su emme hızındaki düşüşünde yaklaşık 8.000 saat civarında olduğu görülmektedir. Kompozitin içerisindeki katkı oranının artırılması ile birlikte su alma hızının arttığı buna karşılık doyum süresinin de azaldığı gözlenmektedir. Örneğin % 30 oranında dolgu malzemesi içeren kompozitlerde bu sürenin 5.040 saate gerilediği görülmüştür.

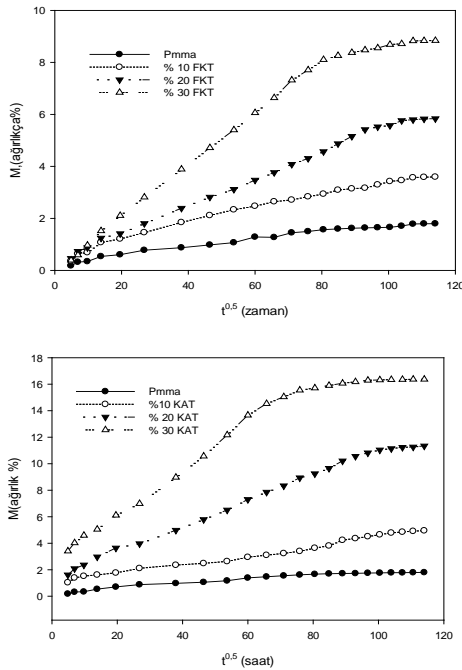
Kompozitin su alma hızı tepe (doyum) noktasına kadar yaklaşık doğrusal bir karakter izlerken tepe noktasından sonra hızın belirgin bir şekilde azaldığı fakat doğrusal davranışın devam ettiği saptanmıştır. %30 HNSF içeren kompozitlerin su alma davranışı incelendiğinde doyum noktasına kadar geçen 5.040 saat'te absorbe edilen suyun miktarının % 7,11 olduğu buna karşılık daha sonra geçen 7.960 saat'te absorbe edilen suyun miktarının % 1,72 olduğu görülmüştür. % 10 FKT içeren Kompozitlerde doyum noktasına kadar absorbe

edilen suyun miktarı % 5,11 doyum zamanı ise 8.640 saat olmasına karşılık 4.360 saat'te emilen su miktarı yalnızca % 0,72 olmuştur.

Kestane tozlarında da benzer davranışlar gözlemlendi. Fakat 13.000 saat'in sonunda absorbe edilen su miktarları farklı idi. FKT ile oluşturulan kompozitlerin maksimum su alma oranı sırası ile (% 10, % 20, % 30) % 3,59, % 5,83, % 8,83 iken, fazla su absorbe eden KAT takviyeli kompozitlerde su alma oranları sırası ile % 4,95, % 11,34, % 16,41 oranlarında gerçekleşmiştir. Şekil 1b'deki grafikten de gözlemlendiği gibi KAT kompozitlerde doyum süresinin FKT göre daha kısaldığı görülmektedir. % 30 kestane tozu takviyeli kompozitlerde doyum süresi 4.230 saat olarak gerçekleşmiştir.

Bu sonuçlar katılan katkı miktarı ile su almanın orantılı şekilde arttığını ve katkı miktarına bağlı olarak doyumdan sonrada su absorpsiyonunun düşük de olsa devam ettiğini ortaya koymuştur.

Kochetkov ve arkadaşları[13], on yıldan fazla süren çalışmasında, oda sıcaklığında epoksi/cam küre kompozitlerin su alma eğiliminin aralıksız devam ettiğini rapor ettiler. Yapılan çalışmalarda, farklı kalınlığa sahip kompozitlerin de benzer davranış sergilediği bildirildi[14].



Şekil 2. Pmma ve Pmma/selülozik kökenli atıklar kompozitlerin su absorpsiyon ($M-t$) grafiği

Kompozitlerin su absorpsiyonu selülozik takviye malzemeleri ilavesi ile doğrusal olarak artarken, katılan dolgu miktarının artışı ile su absorpsiyonu hızının da arttığı grafik yardımı ile gösterildi. Daha öncede ifade edildiği gibi, toplam absorbe edilen su miktarı, hidrofilik karakterde olan katkı maddesi oranının literatüre göre daha düşük olması nedeni ile maksimum % 16,41 oranında gerçekleşmiştir.

Literatürde termoplastik matrisle ve daha yüksek katkı maddesi (% 50) içeren kompozitler ile oda sıcaklığında yapılan çalışmalarda absorpsiyon oranlarının iki kat olduğu tesbit edilmiştir[15].

3.1.2. Katılan Toz Cinsinin Su Absorpsiyonu Davranışına Etkisi

Çalışmada iki farklı cins takviye kullanılarak hazırlanan kompozitlerin su absorpsiyonu davranışı birbirinden farklılık göstermiştir. Su alma davranışını etkileyen temel faktörlerden birisi kullanılan takviyenin kimyasal yapısıdır. Kullanılan takviye maddelerinin ikisinin de selülozik kökenli olmasına rağmen yapıda bulunan selülözün miktarı ve yapısı su alma davranışını önemli bir şekilde etkilediği öngörülmektedir. İç yapıda kristalleşmenin daha yüksek olduğu selülozik malzemelerde suyun ilerlemesinin zorlaşmasına bağlı olarak absorpsiyon davranışının etkilendiği tahmin edilmektedir. Ayrıca kristalin bölgelerde yapının daha düzenli ve moleküller arası çekim kuvvetinin yüksek olmasına bağlı olarak su hasarlarının kolay oluşmaması su alma davranışını etkileyerek kompozitlerin daha az su almasına yol açtıkları sanılmaktadır.

3.2. Diffüzyon

Polimerlerin su absorpsiyonu davranışları suyun ve polimer zincir segmentlerinin bağlı hareketlerine göre sınıflandırılır. Eşitlik 1 kullanılarak bir polimer sistemindeki su absorpsiyonunun hangi kategoride olduğu kolaylıkla bulunabilir[16].

$$\frac{M_t}{M_\infty} = k t^n, \quad (1)$$

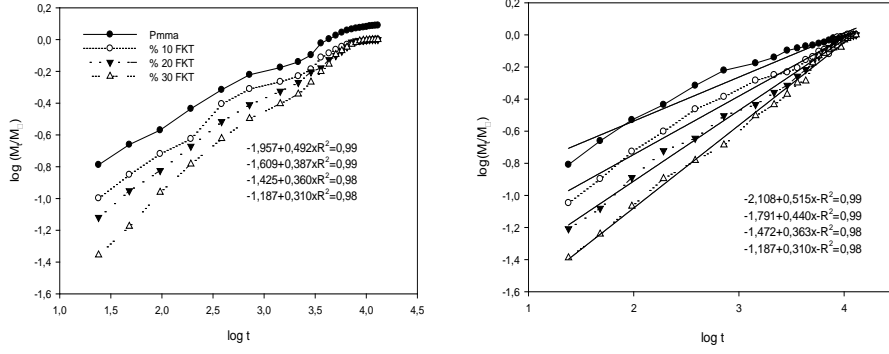
burada M_t , t anında absorbe edilen su miktarı k ve n katsayıları difüzyon parametreleridir.

Difüzyon durumu parametrelerini (k ve n) hesaplamak amacıyla eşitlik 1 tekrar düzenlendi,

$$\log\left(\frac{M_t}{M_\infty}\right) = \log k + n \log t. \quad (2)$$

Şekil 5'de görüldüğü gibi, $\log k$ ve n parametreleri ortalama eğrilerin sırasıyla $\log (M_t/M_\infty)$ eksenini kestiği noktalardan ve bu eğrilerin eğimlerinden hesaplandı ve Tablo 3'de verildi. Fındık kabuğu unu katılması ile kompozitlerin n üssü değerleri 0.5'e yaklaşırken, k katsayısı azaldı. Kompozitlerin n üssü değerlerinin 0.5'e yakın olması sebebiyle kompozitlerin su absorpsiyonunun klasik Fick difüzyonu modeline uyduğu sonucuna varıldı.

Drozdov ve arkadaşları [17] vinil ester/kil kompozitlerde kil miktarının artırılmasının difüzyonun durumunu değiştirdiğini ortaya koydular.



Şekil 3. Sırasıyla Pmma/FKT ve KAT kompozitlerin difüzyon durumu eğrileri

Toablo 2. Pmma/Selülozik esaslı kompozitlerin difüzyon ve geçirgenlik değerleri. Difüzyon parametreleri k , n , ve difüzyon katsayısı D .

Kompozit (Sembol)	k ($g g^{-1} s^{-n} 10^{-2}$)	n	D ($m^2 s^{-1} 10^{-13}$)
Pmma % 0	8,24	0,31	1,79
FKT 425-600 %10	3,74	0,36	0,76
FKT 425-600 %20	2,46	0,41	0,38
FKT 425-600 %30	1,08	0,49	0,33
KAT 425-600% 10	3,37	0,36	0,93
KAT 425-600% 20	1,61	0,44	0,43
KAT 425-600% 30	0,78	0,51	0,35

Tek-boyutlu difüzyon için ikinci Fick kanunu ile ilgili eşitlik:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_x \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (3)$$

burada C diffüzanın yerel konsantrasyonu, t difüzyon süresi; D_x levha yüzeyine dik olan x -yönündeki difüzyon katsayısını ifade etmektedir. Eşitlik 3'deki D_x tek-boyutlu (x -yönünde) olduğu halde, kullanılan kontrol örnekleri üç-boyutlu ve sınırlı ölçülerdedir. Bu nedenle, kontrol örneklerinin diğer kenarlarında meydana gelen difüzyonun Eşitlik 4 yardımıyla hesaplanabilir.

$$D = D_x \left(1 + \frac{b}{l} + \frac{b}{w} \right)^{-2}, \quad (4)$$

burada D isotropik difüzyon katsayısı b , l , w numune boyutlarıdır. [18]. Bu çalışmada kullanılan numuneler için düzeltme katsayısı 0.558 olarak hesaplandı.

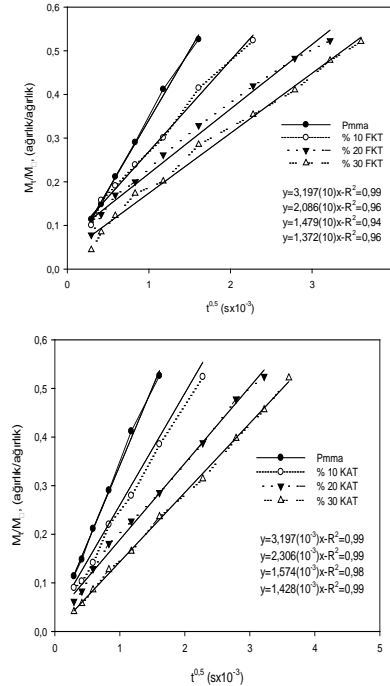
Eşitlik 3'de görüldüğü gibi Fick difüzyonu difüzyon katsayısı D ile kontrol edilir. Bir polimer levhanın yüzeylerindeki konsantrasyon sabit tutulduğunda, diğer ifade ile levha yeterince büyük bir su banyosuna daldırıldığında, t anında levha tarafından absorbe edilen suyun miktarı Eşitlik 5'deki gibi ifade edilebilir,

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{1}{(2i+1)^2} \exp\left(-\frac{D(2i+1)^2 \pi^2 t}{b^2}\right) \quad (5)$$

Eşitlik 5'e göre, levha tarafından absorbe edilen suyun ağırlığı daldırma süresinin karekökü (\sqrt{t}) ile

doğrusal olarak artar ve yavaşlayarak doyuma ulaşır [16]. Görünen difüzyon katsayısı (D_1) difüzyonun ilk-aşamasında ($0.00 < M_t/M_\infty \leq 0.55$), eşitlik 6' da gösterildiği gibi yazılabilir.

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \frac{4}{h} \sqrt{\frac{D_1 t}{\pi}} \quad (6)$$



Şekil 4. Pmma/selülozik kompozitlerin ilk-aşama: 0.00–0.55 aralığı için M_t/M_∞ vs. $t^{0.5}$ grafikleri.

Pmma/ selüloz takviyeli kompozitlerin D , değerleri Tablo 3'de verildi. Katılan fındikkabuğu unu miktarı artırıldıkça D değerinin de düzenli olarak arttığı görülmektedir. Crank [19], difüzyon özelliklerinin zamanla değişebileceğini ve muhtemel iki mekanizmanın etkili olabileceğini ileri sürdü: (I) polimer yapısının difüzyon ile yavaşça değişmesi/gevşemesi, (II) polimer şişerken polimer levhanın bir kısmı üzerinde iç-gerilmelerin oluşması ve bu gerilmelerin komşu bölgeleri etkilemesi. Hem polimer gevşemesi ve hem de iç-gerilmelerin polimer levhaların difüzyon katsayısına ve mekanik özelliklerine aynı anda etki ettiği sonucuna vardı. Bu çalışmada elde edilen difüzyon katsayıları, farklı oranlarda katılan ağaç tozu esaslı Polimer kompozitlerin, farklı iklimlendirme ortamlarında yapılan ve $1,67 \cdot 10^{-13}$ arasında değiştiği rapor edilen difüzyon katsayıları ile uyumludur [20]. Çalışmalarda Polimer kompozitlerin doyma noktasındaki su absorpsiyonları ve difüzyon katsayılarının katılan dolgu maddesi miktarı ile arttığı rapor edilmiştir

3.3. Geçirgenlik

Tablo 3. Pmma/Selülozik esaslı kompozitlerin difüzyon, sorpsiyon ve geçirgenlik değerleri.

Kompozitler (Sembol)	D ($m^2 s^{-1} 10^{-13}$)	S ($g g^{-1} 10^{-2}$)	P ($m^2 s^{-1} 10^{-15}$)
Pmma %0	1,79	1,05	1,87
FKT %10	0,76	2,58	1,96
FKT %20	0,38	5,83	2,04
FKT %30	0,33	8,82	2,91
KAT %10	0,93	3,85	3,58
KAT %20	0,43	8,83	3,79
KAT %30	0,35	13,73	4,80

4. Sonuçlar ve Tartışma

Hidrofobik karakterde olması sonucunda Pmma'nın su absorpsiyonuna karşı direncinin yüksek olduğu görüldü. Katılan takviye maddelerinin miktarlarının artırılmasıyla, analizlerden elde edilen difüzyon katsayısı (D), geçirgenlik (P) ve sorpsiyon (S) katsayılarının su absorpsiyonu ve doyma süresi sonuçlarına uygun bir şekilde düzenli olarak değiştiği görüldü. Bu çalışmanın sonucunda, kompozitlere maksimum %30 oranında katılan FKT, KAT takviye malzemelerinin maksimum nem alma davranışı irdelendiğinde en az nem alan katkı maddesinin FKT olduğu görülmektedir. Bu üç katkı maddesi ile oluşturulan kompozitlerden FKT nem alma konusunda diğer kompozite göre daha hassas olduğundan nemli ortamlarda kullanım açısından bir adım daha önde olduğu açıkça görülebilir. Kompozitin içerisine katılan fındikkabuğu tozu malzemeye doğal ahşap görünümü kazandırmaktadır, bu da estetik açıdan olumlu bir özelliktir. Bununla birlikte, selülozik kökenli dolgu maddesinin su alma ve buna bağlı olarak şişme gibi olumsuz özelliklerini bertaraf etmek, malzemenin kullanım açısından daha avantajlı hale gelmesine neden olacak ve kompozitlerin kullanım alanlarının daha da genişlemesine neden olacaktır. Üretilen kompozitin bazı yapısal uygulamalarda ahşap yerine kullanılabileceği böylelikle çevre açısından ve atıkların ekonomiyi kazandırılması açısından önemli

Hidrofilik dolgu maddeleri içeren polimer kompozitler fazla su absorbe ettiği için suyun sebep olduğu gerilmeler artabilir. Bunun sonucunda, tüm kompozit yapı boyunca çatlaklar ve ayrık yüzeyler gibi oldukça ciddi su hasarları meydana gelebilir. Polimer yapıda hidrofilik dolgu maddelerinin ve suyun sebep olduğu hasarların bulunması su absorpsiyon kinetiğini etkiler. Bir kompozit için su geçirgenliği verilen bağıntı ile bulunabilir:

$$P = D \cdot S$$

burada P geçirgenlik katsayısı, D Fick difüzyonu katsayısı, S sorpsiyon katsayısıdır [21]. Geçirgenlik katsayısı (P) permenant moleküllerinin (suyun) sınırlı kalınlıktaki bir tabaka boyunca kararlı geçiş hızıdır. Difüzyon katsayısı (D) su molekülünün bir polimer kütle boyunca ne kadar hızlı hareket ettiğini ifade eder. Sorpsiyon katsayısı (S), doyma noktasında polimer kütle başına absorbe edilen suyun kütlesidir. Tablo 4'de verildiği gibi, Pmma'nın P değerinin düşük olmasına karşılık katılan selülozik kökenli takviye maddelerinin miktarının artırılması ile bu değer önemli ölçüde arttı.

kazanımlar sağlayacağı ümit edilmektedir. Bu yönü ile çevreci bir ürün olan bu kompozitin desteklenmesi bu konudaki hassasiyetleri de desteklemek anlamına gelecektir.

Kaynaklar

- [1] J.E. Mark; Polymer Data Handbook, Oxford University Inc.(1999)
- [2] R.M.Gill "Carbon Fibers in Composite Materials" The Plastic Institute, U.S.A 1972
- [3] Schulz H. Statical and dynamical behavior of machine tool frames made of polymer concrete. Fourth int. Congress, Darmstad; 1984.p. 19-21
- [4] Guo W, Fucheng, B., Zheng W., Materials, vol. 47, 28: pp. 3573-3580.
- [5] Bledzki A.K, Mamun A.A., Volk JComposites Part A: Applied Science and Manufacturing, Volume 41, 4, April 2010, Pages 480-488
- [6] Hernáandez, A. L. M, Santos C. V, Icaza M, Castan V. M. Polymer 46 (2005) 8233–8238
- [7] Adhikary K. B., Pang S., Staiger M. P., Chemical En. J. 142 (2008) 190–198
- [8] Espert, A., Vilaplana F., Karlsson S., Composites: Part A 35 (2004) 1267–1276
- [9] Ayfer M. Turkish Hazelnut Types Ankara 1986
- [10] Giresun Commodity Exchange Data 2009

- [11] L.Y. Mwaikambo, M.P. Ansell, *Chemical J. of Appl. Pol. Science* 84 (2002) 2222–2234.
- [12] M.B. Roncero, A.L. Torres, J.F. Colom, T. Vidal, , *Bioresource Tech.* 96 (2005) 21–30.
- [13] Kochetkov VA, Maksimov RD, *Polym Eng Sci* 37:952–958, 1997
- [14] Adhikary KB, Pang S, Staiger MP, *Chem Eng J* 142:190–198, 2008.
- [15] Adhikary KB, Pang S, Staiger MP, *Chem Eng J* 142:190–198, 2008.
- [16] Marom G, The role of water transport in composite materials. In: Comyn J (ed) *Polymer permeability*. Chapman & Hall, Great Britain, pp 341–374, 1985
- [17] Drozdov AD, Christiansen JC, Gupta RK, Shah AP, *J Polym Sci B*41:476–492, 2003.
- [18] Crank J, Park GS, Methods of measurement. In: Crank J, Park GS (eds) *Diffusion in polymers*. Academic Press, London, pp 1–39, 1968.
- [19] Crank J, *J Polym Sci* 11:151–168, 1953.
- [20] Espert A, Vilaplana F, Karlsson S. *Comp Part A* 2004;35:1267-1276.
- [21] Wil V. Srubar III a*, Curtis W. Frank, Sarah L. Billington, *Polymer* 53 ,(2012), 2152-2161

FAILURE ANALYSIS OF V-NOTCHED CARBON/EPOXY COMPOSITE PLATES

Ahmet SAYLIK^a, Mete Onur KAMAN^b

^a Muş Alparslan Üniversitesi, Muş, Türkiye, a.saylik@alparslan.edu.tr
^b Fırat Üniversitesi, Elazığ, Türkiye, mkaman@firat.edu.tr

Abstract

In this study; failure analysis for the V-notched composites was investigated numerically. Four layers of cross-woven carbon fiber fabric with the same reinforcement angle were used for composite material production. In order to determine the mechanical properties of the prepared composite plates; tensile, compression and shear tests were applied. The experimentally obtained data is used in ANSYS. In the failure analysis, Tsai-Wu failure theory is used for composite plates. The notches in composite plates are prepared for five different sizes for depth and width variation. Failure loads varying according to notch size are examined and the results are presented in graphical form.

Keywords: Composite, V-notch, finite element method, failure analysis.

1. Introduction

The holes, notches, etc. in the constructions. geometric discontinuities cause stress concentration in the structure. If strength calculations are not done in the beginning, this can cause damage. Continuous fiber reinforced composites have higher rigidity and lighter weight than isotropic materials. Because of these properties, today composites are among the indispensable parts of defense and aviation sector. Therefore, stress analysis and damage behavior of fiber reinforced composites, which have more complicated damage behavior than isotropic materials, should be investigated in these areas where small strength mistakes may lead to large failure. Especially in constructions, analysis of the situations where stress concentrations can occur is important here.

Failure analysis studies on fiber reinforced composites concentrate on the numerical field parallel to the development of the finite element method. Zinoviev et al. [1] investigated the failure and deformation behavior of layered composites under experimental and theoretical plane stress. Sun et al. [2] analyzed the stress/strain and failure behaviors of layered composites numerically and compared the results with experimental data. Sarvestani and Hojjati [3] performed failure analysis on thick composite curved tubes. In the study using the Tsai-Wu failure criterion, the stress distributions of composite materials and their effects on failure behavior were investigated. Progressive failure analysis of hybrid composite beams combined of a molded woven fabric beam and over injected or compressive molded short fiber composite material was achieved by Belingardi et al. [4]. Hashin failure criterion was used in the solution [5]. Failure analysis has been performed on hybrid thermoplastic composites made of

titanium, carbon fiber prepreg and interfacial adhesive by Du et al. [6]. von Mises for titanium, progressive strain for carbon fiber composite, cohesive failure model for adhesion interface were used for numerical analyzes as well as experimental work on circular-hole samples. Composite materials are used as repair patches on damaged metallic and composite surfaces due to their high strength [7-10]. Campilho et al. [11] for different geometric shapes; investigated numerically the residual tensile strengths of the repaired carbon fiber reinforced composites under tensile load.

In this study, cross-woven carbon fiber/ epoxy composite plates were produced using vacuum infusion technique. Mechanical properties of composite materials were determined and failure behavior of V-notched composites was investigated according to the Tsai-Wu failure criteria by using data obtained from tests. In the numerical solution, the ANSYS program based on the finite element method was used. The variation of the notch dimension and its effect on damage progression are presented in graphical form.

2. Experimental Study

2.1. Production of Composite Materials

Hysol EA 9396 epoxy resin was used as matrix for the composite material and AH370-5H woven carbon fiber fabric was used as the fiber material. Carbon fabrics were prepared by cutting in 200x200 mm² dimensions. The composite fabrics were all cut in the same fiber direction [0°]₄. The cut carbon composite fabrics are laid on an empty floor and the fabrics are impregnated with epoxy.

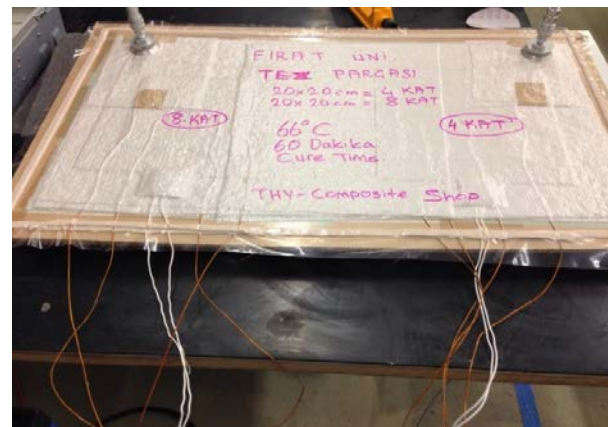


Figure 1. Composite plate in vacuum environment.

The composite plates were placed in a vacuum before preparation [12]. The vacuum environment was applied

to the samples under 26 in-Hg pressure for 24 hours (Figure 1). The composite samples removed from the vacuum environment were then cut and ready for use (Figure 2).

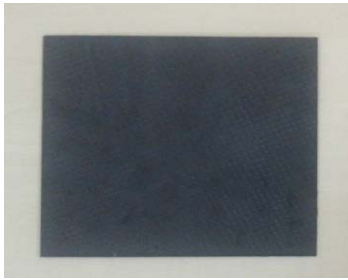


Figure 2. Composite plate.

2.2. Determination of Mechanical Properties of Composite Plate

In order to determine the mechanical properties of the prepared composite plate; tensile, compression and shear tests were carried out. The composite material was prepared according to *ASTM 3039-76* standards, as shown in Figure 3, prior to the tensile test. Samples in the compression tests were made according to *ASTM 3410-75*. $[0^\circ]_4$ and $[90^\circ]_4$ layered composite plates were prepared in this standard and compression tests were carried out. In order to find the shear modulus and strength, the notches were opened on the sample in the direction of 45° as shown in Figure 4 and then prepared for the experiment by cutting according to *ASTM D7078* standards.

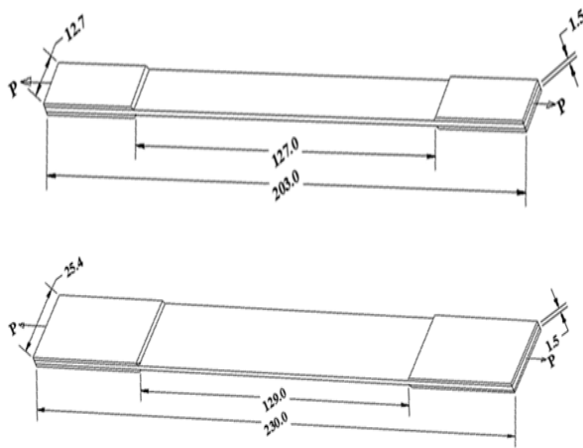


Figure 3. Sample dimensions prepared for tensile test in the fiber direction $[0^\circ]_4$ and perpendicular to the fiber direction $[90^\circ]_4$ [12-14].

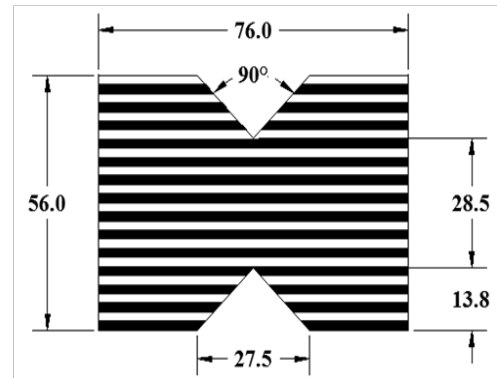


Figure 4. Dimensions of composite plate prepared for shear test.

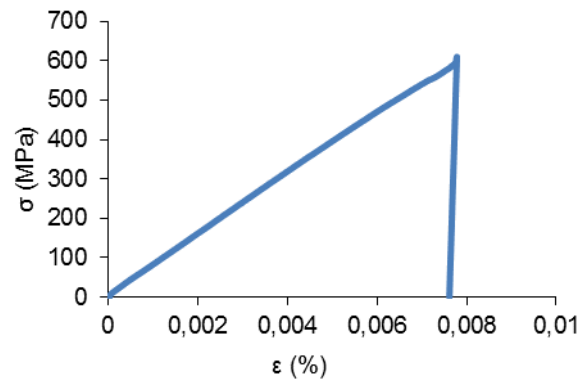


Figure 5. Stress-strain graph of composite for tensile test.

The stress-strain graph obtained from the tensile test is shown in Figure 5. The strain-strain graph obtained from the compression test is shown in Figure 6.

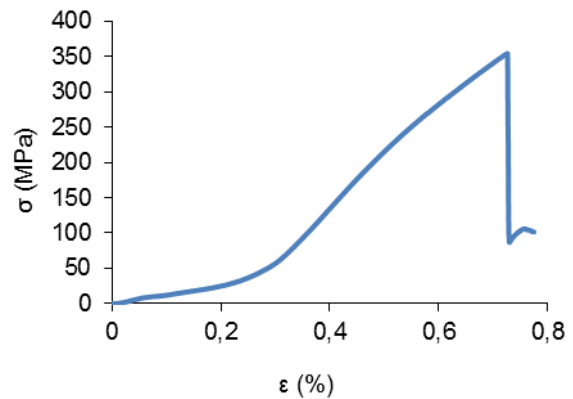


Figure 6. Stress-strain graph for compression test of composite plate.

The stress-strain relation of the shear test for the calculation of shear strength is shown in Figure 7.

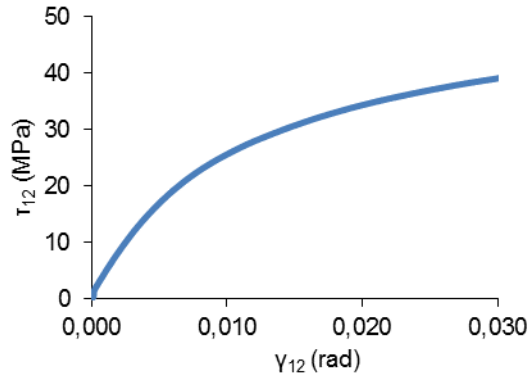


Figure 7. Shear stress-strain relation of the composite plate for shear test.

The mechanical values calculated from the tensile, compressive and shear test results to determine the mechanical properties of the composite plate are shown in Table 1.

Table 1. Mechanical properties of produced carbon/epoxy composites.

Longitudinal modulus (E_1)	74800 MPa
Transverse modulus (E_2)	74800 MPa
Shear modulus (G_{12})	3400 MPa
Laminate shear strength (S)	48.1 MPa
Poisson's ratio (ν_{12})	0.24
Longitudinal tension (X_t)	609 MPa
Transverse tension (Y_t)	609 MPa
Longitudinal compression (X_c)	354.457 MPa
Transverse compression (Y_c)	354.457 MPa

3. Numerical Analysis

After the mechanical properties of the composite material have been determined, failure analysis has been started. Material behavior was selected as linear elastic according to experimental results.

Table 2. Dimensions of composite plates modeled for numerical analysis.

Model	W (mm)	L (mm)	t (mm)	a (mm)	b (mm)
A	40	200	1.94	30	20
B	40	200	1.94	20	30
C	40	200	1.94	20	20
D	40	200	1.94	20	10
E	40	200	1.94	10	20

Solid186 element type was used in the three-dimensional finite element model of composite plates with edge notch in the middle. The finite element models have approximately 2000 elements and 15000 nodes, which are the result of the optimization. In Table 2, five different numerical models varying according to notch width (b) and depth (a) are shown. The plate width is (W), the plate length is (L) and the plate thickness is (t).

The mechanical properties of the experimentally tested carbon/epoxy composite plate were used in the ANSYS finite element analysis program. Tsai-Wu failure criterion was used for failure analysis. Tsai-Wu failure criterion can be written as;

$$f = \frac{\sigma_1^2}{X_t X_c} + \frac{\sigma_2^2}{Y_t Y_c} + \frac{\tau_{12}^2}{S^2} + \sigma_1 \left(\frac{1}{X_t} - \frac{1}{X_c} \right) + \sigma_2 \left(\frac{1}{Y_t} - \frac{1}{Y_c} \right) + 2F_{12} \sigma_1 \sigma_2 \quad (1)$$

The failure is checked for $f < 1$. σ_i and τ_{ij} ($i,j=1,2$) represent the normal and shear stresses in the principal axes and plane for the composite plate. In practice, F_{12} is usually given as a dimensionless interaction coefficient.

$$F_{12}^* = \frac{F_{12}}{\sqrt{(F_{11} F_{22})}} \quad (2)$$

The criterion must be within the $-1 < F_{12}^* < 1$ value range to ensure that it represents a closed tapered failure surface. However, the range of values is more limited for physically meaningful material behavior. The $-1/2$ value commonly used corresponds to the "generalized von Mises criterion" [16]. In Eq.(1) F_{11} and

F_{22} are defined as

$$F_{11} = \frac{1}{X_t X_c}, F_{22} = \frac{1}{Y_t Y_c} \quad (3)$$

4. Results and Discussions

4.1. Effect of Notch Dimensions on Failure

Initially, $[0^\circ]_4$ analyzes were performed for the fixed fiber orientation angle. The maximum elongation is 1 mm, the time interval is 60 steps. Failure initial loads and elongation values of models (B, C, D) where the notch depth is the same, the notch width is different are shown in Figure 8. As the notch width increases, the failure initial load and failure initial elongation values decrease.

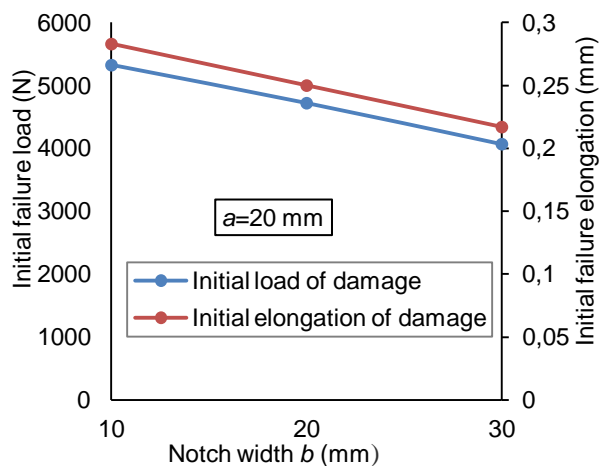


Figure 8. Variation of initial failure load and elongation with notch width.

Figure 9 shows the failure initial load and elongation graphs of the models with different notch depths and same notch width (A, C, E). It is observed that as the notch depth increases, the failure initial load values decrease while the initial failure elongation values increase.

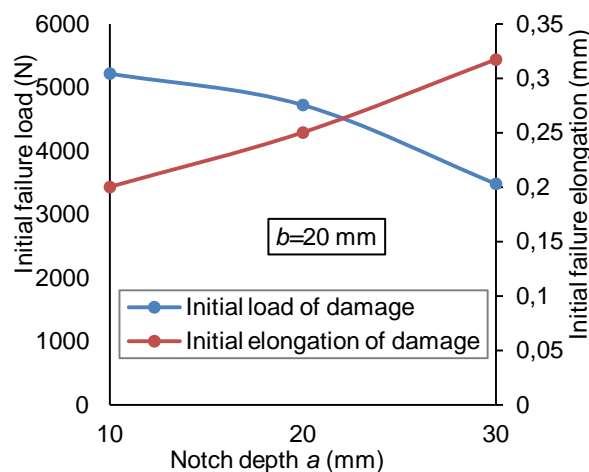


Figure 9. Variation of initial failure load and elongation with notch depth.

In Figure 10, the failure zones are shown near the notch according to the Tsai-Wu criterion for a total plate elongation of 1 mm. It was observed that the failure progressed parallel to the plate (E) at small notch widths, and perpendicular to the plate (A) at large notch depths. The effect of the notch width on the propagation of the failure area is not as great as depth. This also supports by Figures 8 and 9.

4.2. Effect of Fiber Reinforcement Angle on Failure

In this section, initial failure loads and initial failure elongation values are calculated according to $[15^{\circ}]_4$, $[30^{\circ}]_4$ and $[45^{\circ}]_4$ lamina configurations. Initial failure elongation values according to the fiber angle change of the composite plate models in which the notch depth is the same but the notch width is different are shown in Figure 11.

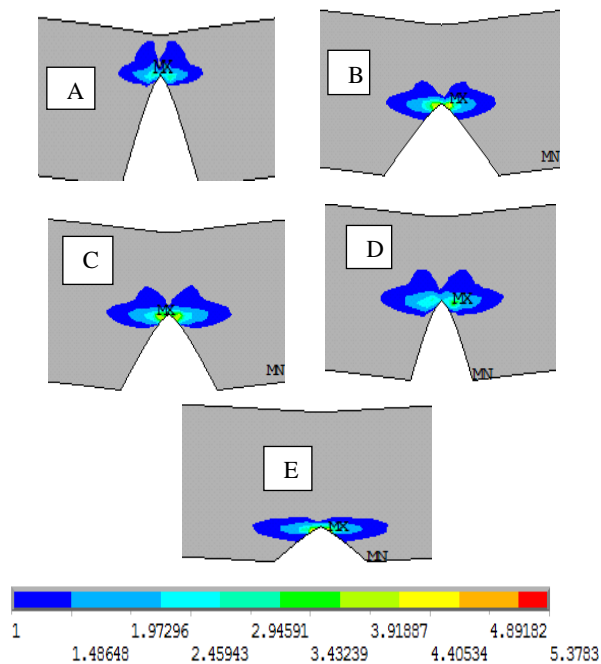


Figure 10. Failure distribution in notch area for 1 mm total plate elongation ($f \geq 1$).

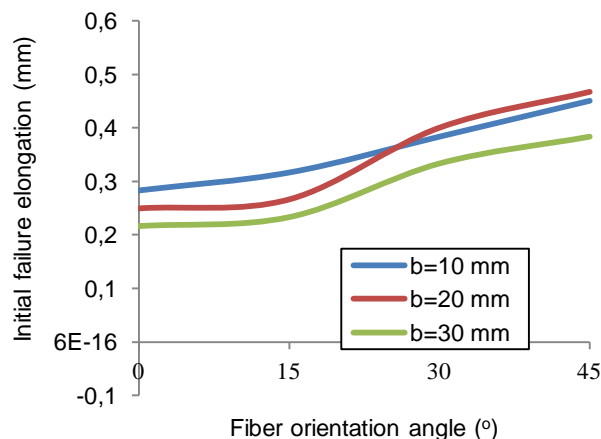


Figure 11. Variation of initial failure elongation with fiber orientation angle for different notch widths.

Figure 12 shows the initial failure load values of the composite plate models, where the notch depth is the same but the notch width is different, according to the change in fiber reinforcement angle value.

The increase in the fiber reinforcement angle increased the elongation of the composite damage initiation, while reducing the initial failure load. The initial failure load reduced by increasing the notch width to $\sim 28^{\circ}$. The initial failure values are then similar for $b = 10$ and 20 mm. A similar situation applies to the initial failure elongation (Figure 11).

In Figure 13, initial failure elongation values are shown for different fiber angles of the models in which the notch depth is different and the notch width is the same.

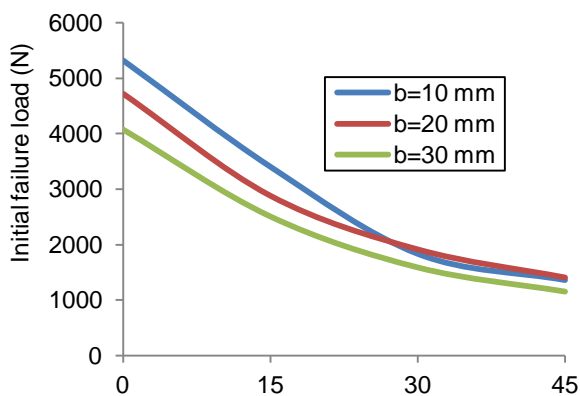


Figure 12. Variation of initial failure load with fiber orientation angle for different notch widths.

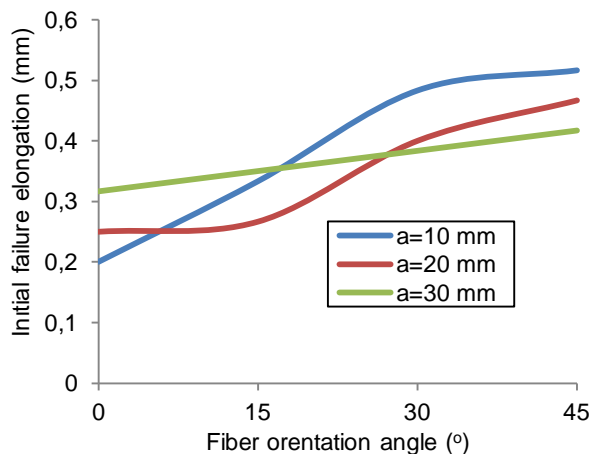


Figure 13. Variation of initial failure elongation with fiber orientation angle for different notch depths.

In Figure 14, initial damage load values are given for different fiber angles of the models in which the notch depth is different and the notch width is the same. The increase in fiber reinforcement angle increased the amount of initial failure elongation for all notch depths, reducing failure initial load. The increase in notch depth decreases the initial damage load at all angle values. However, the failure does not have a similar relationship for the initial elongation values. For $[0^\circ]_4$ fiber orientation angle, the increase in notch depth increases the initial failure elongation, whereas for $[45^\circ]_4$ this is the opposite.

5. Conclusions

In this study, the mechanical properties of the carbon/epoxy composite plates produced were experimentally determined. The results obtained from experiments were used in ANSYS for Tsai-Wu failure criterion analysis. Different composite plate types are modeled separately according to notch depth (a) and notch width (b). The variation of initial failure load and elongation values are compared for different fiber reinforcement angles. According to the results obtained;

- Damage running parallel to the length of the plate at small notch depths runs perpendicular to the length of the plate at large notch depths. The effect of the variation of the plate width on the progress of damage is not equal to the notch depth.

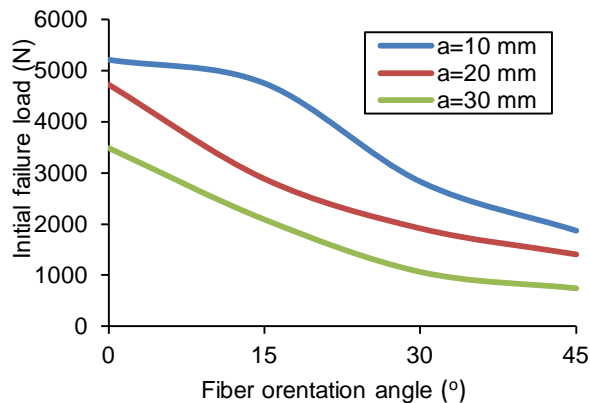


Figure 14. Variation of initial failure load with fiber orientation angle for different notch depths.

- While increasing the fiber reinforcement angle reduces the initial load of failure, the initial failure elongation is increased for all notch sizes.
- Variation in notch depth has been found to be a more effective parameter than width over initial failure load and initial failure elongation.
- Up to $\sim 28^\circ$, the initial failure load and initial failure elongation are reduced by increasing the notch width. Then, the initial failure values for $b = 10$ and 20 mm continued at the same value up to 45° .
- Increased notch depth reduces initial failure load at all angle values. Increase in notch depth increases initial failure elongation for $[0^\circ]_4$, decreases initial failure elongation for $[45^\circ]_4$.
- Designers should consider the depth and fiber reinforcement angle parameters at constructions for obligatory situations.
- The study can be improved by using progressive failure analysis for different failure criteria.

Acknowledgment

Authors would like to thank the *Turkish Airlines Technic Company* for helping to supply and production of the composite plate used in the work.

Authors would also like to thank the *Dokuz Eylul University, Engineering Faculty, Department of Mechanical Engineering* for helping to determine the mechanical properties of the composite materials.

References

- [1] Peter A, Zinoviev Olga V. Lebedeva, Ludmilla P. Tairova, A coupled analysis of experimental and theoretical results on the deformation and failure of composite laminates under a state of plane stress, *Composites Science and Technology*, Vol 62, pp. 1711-1723, 2002.
- [2] C.T. Sun, J. Tao, A.S. Kaddour, The prediction of failure envelopes and stress/strain behavior of composite laminates: comparison with experimental results, *Composites Science and Technology*, Vol 62, pp.1673-1682,2002.
- [3] Hamidreza Yazdani Sarvestani, and Mehdi Hojjati, Failure analysis of thick composite curved tubes, *Composite Structures*, Vol 67, pp.1027-1041,2017.
- [4] Belingardi G., Mehdipour H., Mangino E., Martorana B., Progressive damage analysis of a rate-dependent hybrid composite beam, *Composite Structures*, Vol 154, pp.433-442, 2016.
- [5] Hashin, Z., Failure criteria for unidirectional fibre composites, *Journal of Applied Mechanics*, Vol 47, pp.329-334, 1980.
- [6] Dandan Du, Yubing Hu, Cheng Liu and Jie Tao, Open-hole tensile progressive damage and failure prediction of carbon fiber-reinforced PEEK–titanium laminates, *Composites Part B: Engineering*, Vol 91, pp.65-74, 2016.
- [7] Bachir Bouiadjra B.B., Belhouari M., Serier B., Computation of the stress intensity factors for repaired cracks with bonded composite patch in mode I and mixed mode, *Composite Structures*, Vol 56, pp. 401–406, 2005.
- [8] Papanikos P., Tserpes K.I., Labeas G., Pantelakis Sp., Progressive damage modelling of bonded composite repairs, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, Vol 43, pp 189-198,2005.
- [9] Liu X., Guoping W., Progressive failure analysis of bonded composite repairs", *Composite Structures*, Vol 81, pp.331–340, 2007.
- [10] Papanikos P., Tserpes K.I., Pantelakis Sp., Initiation and progression of composite patch debonding in adhesively repaired cracked metallic sheets. *Composite Structures*, Vol 81,pp 303-311,2007.
- [11] Campilho R.D.S.G., Moura M.F.S.F., Domingues J.J.M.S., Numerical prediction on the tensile residual strength of repaired CFRP under different geometric changes, *International Journal of Adhesion & Adhesives*, Vol 29, pp. 195– 205, 2009.
- [12] Saylık, A., The stress analysis of aluminum plates repaired with composite patch, Master Thesis, Firat University, 2016, Elazig.
- [13]Turan, K., Mechanical behavior analysis of resolvable joints composite plates, PhD. Thesis, Firat University, 2009, Elazig.
- [14] Okutan, B., Stress and failure analysis of laminated composite pinned joints, PhD. Thesis, Dokuz Eylul University, 2001, Izmir.
- [15] ASTM D7078/7D7078M-12 Standard test method for shear properties of composite materials by V-notched rail shear method.
- [16] ANSYS 13.0, Introduction Help Menu.

SYNTHESIS OF STRONTIUM BORATE WITH USE OF THE TURKISH CELESTITE AND BORIC ACID

Duygu Yılmaz^a, Nurşen Koç^a, Servet Turan^b

^a Eskisehir Osmangazi University, Metallurgy and Material Engineering, Eskisehir-Turkey, E-mail: d.yilmaz@ogu.edu.tr

^b Anadolu University, Materials Science and Engineering, Eskisehir-TURKEY, E-mail: sturan@anadolu.edu.tr

Abstract

The aim of the study is a synthesis of strontium borate via a hydrothermal method with use of Turkish Celestite and Turkish boric acid. As a raw material, local strontium sulfate and local boric acid were used as received. Strontium carbonate was synthesized by the reaction of strontium sulfate and sodium carbonate via the direct carbonation method in an aqueous solution. Undesirable impurities which ineffective on the development of material properties were eliminated via acid leaching. Obtained strontium carbonate was used as a strontium source. Strontium borate was synthesized via hydrothermal method at 100°C for 2 hours. The synthesized borates were characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) to study of chemical bonding and Simultaneous Thermal Analysis (STA) to obtain thermal properties. The effect of impurities in the raw materials on the structure and the basic photoluminescence property were investigated. Phase structure was examined via x-ray diffractometry (XRD) and scanning electron microscopy (SEM).

Keywords: Celestite, Strontium borate, Hydrothermal Synthesis, Boric Acid, Strontium Carbonate

1. Introduction

Metal borates are unique candidate for special applications such as ceramic coatings, UV light sources, flame retardant materials, luminescent phosphor, light emission diodes[1–3].

Borates containing phosphors are known as converter to longer wave lengths of different wavelengths of UV radiation. Because of this phenomenon, longer emission borates than excitation wave lengths can be used for light emission diodes (LEDs), photopolymerization and light sources [1,4].

Natural borates can be used instead of boric acid as a boron source in synthesis of industrial compounds includes boron. Celestite mineral can be used as a strontium source for synthesis of strontium carbonates via direct carbonation method.

Strontium borate is one of the materials used as host lattice for phosphorus systems in some studies[4–10]. In addition to this, Turkey is a rich country in terms of boron and strontium mineral deposit resources. Therefore, it is aimed to produce strontium borate with low cost via hydrothermal method using celestite mineral and boric acid obtained from Turkish deposits.

The generally common used techniques for the production of borates are hydrothermal, precipitation and sol-gel [1–3,11–13].

Solution-based methods are generally more useful thanks to the low synthesis temperature and good mixing at the submicron level. Hydrothermal technique is the proper because of its compatibility with the solubility of the raw materials [12,13]. In this way hydrated strontium borate powders were synthesized via hydrothermal technique with using the local boric acid and strontium carbonate obtained from local celestite.

2. Experimental

Raw materials were H₃BO₃ (ETITM Mine, Table 1) SrSO₄ (BaritTM-Table 2), Na₂CO₃(ETITM Mine) and all of them were used as received.

Table 1. Chemical composition of H₃BO₃(ETITM Mine)

Component	Unit	Amount
B ₂ O ₃	%	56.25
SO ₄	ppm	12
Cl	ppm	5
Fe	ppm	5
Purity	%	99.5

Table 2. Chemical composition of celestite mineral(BaritTM Mine)

Component	Amount (%)
SrSO ₄	96.2-97.6
BaSO ₄	0.37-0.63
SiO ₂	0.30-0.40
CaO	0.035-0.070
Fe ₂ O ₃	0.18-0.60

Firstly, SrCO₃ was obtained via direct carbonation of SrSO₄ with Na₂CO₃ in an aqueous solution with molar ratio as SrSO₄:Na₂CO₃=1:1 and reaction was carried out at 100°C for 2 hours. The obtained SrCO₃ powder was filtered with vacuum filtration and purified with acid leaching. Subsequently, prepared aqueous strontium carbonate solution was added dropwise over the prepared aqueous boric acid solution with the aid of the apparatus (Fig. 1) and the mixture was left at 100°C for 4 hours.

Precipitated powders at the bottom of the flask was filtered via vacuum filtration and washed with hot water for eliminating of unreacted product. Then powders were heated to evaporate moisture at 100°C for 24 hours.

Same experiment was repeated with the use of technical grade-highly pure raw materials to obtain effect of impurities in synthesized strontium borates on photoluminescence excitation and emission spectrum characteristic of $\text{SrB}_6\text{O}_{10} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Phase analysis of powders was conducted by using x-ray diffractometry (XRD-Panalytical Empyrean) and morphology analysis were performed via using scanning electron microscopy (SEM-Zeiss Supra 50 VP).

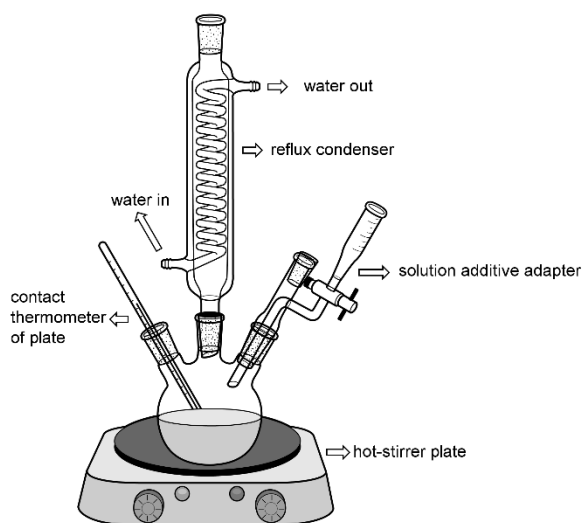


Figure 1. Experimental setup

3. Results And Discussion

Fig. 1 shows the XRD pattern of celestite mineral, as received and Fig. 2 shows the XRD pattern of obtained SrCO_3 powder after direct carbonation method with the use of Na_2CO_3 as a carbonation additive. From the results, it can be seen that after the direct carbonation process, the phase includes strontium was completely carbonated and the acid leaching step gave the good results. There is no residual unreacted and unleached excess compound or phase that can be detected by XRD.

Figure 2. XRD pattern of the raw celestite mineral

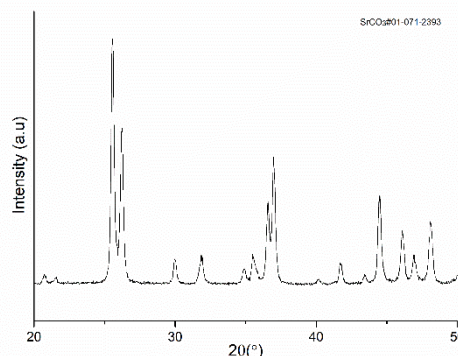


Figure 3. XRD pattern of the synthesized SrCO_3

Fig. 4 shows the XRD patterns of the synthesized synthetic $\text{SrB}_6\text{O}_{10} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ and the XRD results revealed that single phase hexaborate structure could be obtained via hydrothermal synthesis method which carried at 100°C for 4 hours. There was no significant differences between the XRD patterns of the synthesized powders with the use of both local raw materials and technical grade pure raw materials.

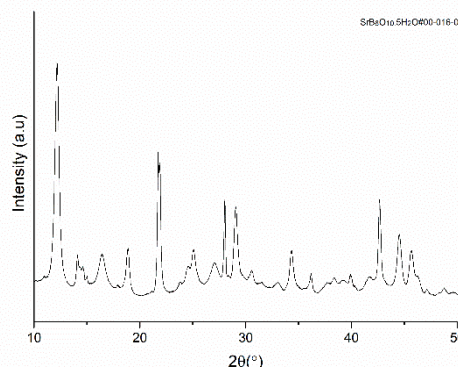


Figure 4. XRD pattern of the synthesized synthetic tunnelite ($\text{SrB}_6\text{O}_{10} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

Fig. 5 shows the SEM-SE image of the synthesized synthetic $\text{SrB}_6\text{O}_{10} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ and it can be seen that particles form stacks of thin-walled plates. Generally, cluster's size were 1-15 μm , averagely and particles had a polydisperse distribution.

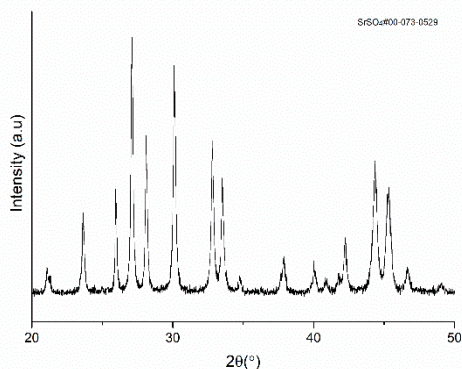




Figure 5. SEM-SE image of the synthesized synthetic tunnelite ($\text{SrB}_6\text{O}_{10.5}\text{H}_2\text{O}$)

PL spectrum of synthesized strontium hexaborate pentahydrate can be seen in Fig. 6. Curves denoted by a and c show excitation spectrum by using high purity grade boric acid and strontium carbonate and curve denoted by b and d show emission spectrum by using local boric acid and strontium carbonate obtained from celestite.

It is obvious that due to the impurities in the raw materials, PL intensity of the synthesized powder over local raw materials was higher than the powders synthesized with the use of technical grade raw materials. These results are consistent with the literature in terms of Ca, Ba dopings can enhance the PL intensity which probably was situated in the synthesized hexaborate due to the raw materials impurity [8]. This increase can also be explained in the literature due to the effect of dopants with larger ionic Radius such as Ba, Ca [8].

It can be seen that in regarding of the photoluminescence spectra ($\lambda=475\text{ nm}$) this hexaborate could serve as a blue phosphor.

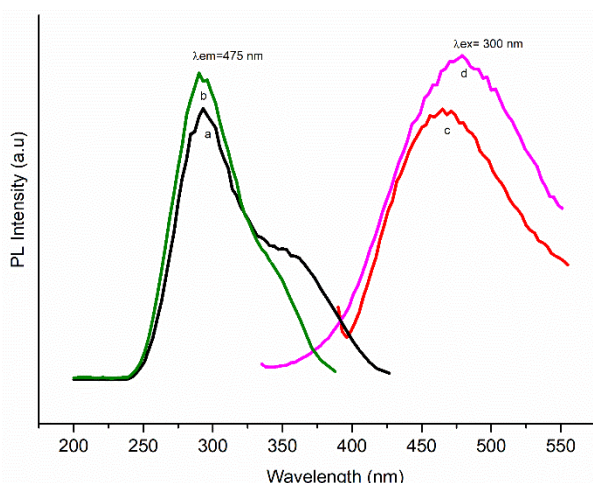


Figure 6. PL spectrum of synthesized strontium hexaborate pentahydrate (a-c: show excitation spectrum by using high purity grade boric acid and strontium carbonate b-d: show emission spectrum by using local boric acid and strontium carbonate obtained from celestite)

4. Conclusion

In this study, $\text{SrB}_6\text{O}_{10.5}\text{H}_2\text{O}$ was synthesized by using local boric acid and Celestite mineral via hydrothermal synthesis method at 100°C for 4 hours. The obtained powder had a platelet shaped laminated clusters. Effect of impurity iron in local celestite and boric acid on the photoluminescence properties were also investigated. Synthesized $\text{SrB}_6\text{O}_{10.5}\text{H}_2\text{O}$ with the use of local raw materials showed better PL properties.

References

- [1] V.P. Hedao, V.B. Bhatkar, S.K. Omanwar, Combustion Synthesis of UV Emitting Mn 2+ Doped Nano- Crystalline Calcium Borate, International Refereed Journal of Engineering and Science. 1 (2012) 34–38.
- [2] S.J. Song, X.Y. Nai, W. Li, C.C. Zhu, Q.F. Meng, Hydrothermal Synthesis of Calcium Borate Whiskers, Advanced Materials Research. 399–401 (2011) 693–697. doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.399-401.693.
- [3] J. Liu, X.-Y. Ma, Z.-H. Liu, Preparation of $\text{Ca}[\text{B}_6\text{O}_9(\text{OH})_2]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ nanomaterials by a phase transformation method and their flame retardant and thermodynamic properties, Powder Technology. 246 (2013) 26–30. doi:10.1016/j.powtec.2013.05.001.
- [4] P. V. Pir, V.P. Dotsenko, N.P. Efrushina, I. V. Berezovskaya, Ln²⁺ stabilization in strontium borates, Inorganic Materials. 42 (2006) 901–907. doi:10.1134/S002016850608019X.
- [5] I. V Berezovskaya, N.P. Efrushina, A.S. Voloshinovskii, G.B. Striganyuk, P. V Pir, V.P. Dotsenko, LUMINESCENCE OF EUROPIUM AND YTTERBIUM IONS IN STRONTIUM HEXABORATE, 73 (2006) 770–774.
- [6] I. V Berezovskaya, N.P. Efrushina, V.P. Dotsenko, Luminescence of Ce 3⁺ ions in strontium borate, SrB 6 O 10, (2003) 397–400.
- [7] Q. Zeng, Z. Pei, S. Wang, Q. Su, S. Lu, Luminescent Properties of Divalent Samarium-Doped Strontium Hexaborate, Chemistry of Materials. 11 (1999) 605–611. doi:10.1021/cm980479i.
- [8] M. Peng, L. Wondraczek, Orange-to-red emission from Bi²⁺ and alkaline earth codoped strontium borate phosphors for white light emitting diodes, Journal of the American Ceramic Society. 93 (2010) 1437–1442. doi:10.1111/j.1551-2916.2009.03590.x.
- [9] H.S. Huang, Z.H. Liu, Preparation, characterization and luminescent properties of a hydrous red phosphor $\text{SrB}_6\text{O}_{10.5}\text{H}_2\text{O}:\text{Eu}^{3+}$ with different morphologies, Journal of Luminescence. 140 (2013) 114–119. doi:10.1016/j.jlumin.2013.03.004.
- [10] Y.C. Á, W. Yan, C. Shi, Energy transfer in Pr 3 + and Mn 2 + co-doped SrB 6 O 10 and SrB 4 O 7, 123 (2007) 21–24. doi:10.1016/j.jlumin.2006.01.069.
- [11] C.E. Cao, Y.J. Wang, N.Z. Zheng, C.H. Xiong, H.R. Shen, Study on the Synthetic Process of

- Calcium Borate, Key Engineering Materials. 280–283 (2005) 605–608. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.280-283.605.
- [12] M. Erfani, E. Saion, N. Soltani, M. Hashim, W.S.B. Wan Abdullah, M. Navasery, Facile synthesis of calcium borate nanoparticles and the annealing effect on their structure and size, International Journal of Molecular Sciences. 13 (2012) 14434–14445. doi:10.3390/ijms131114434.
- [13] V.H.A. Lehmann, K. Schaarschmidt, I. Günther, Über Bildungs- und Existenzbedingungen von Gowerit, $\text{CaB}_6\text{O}_{10}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$, und Nobleit, $\text{CaB}_6\text{O}_{10}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, sowie ihre Urnwandlung in $\text{Ca}_3\text{B}_2\text{O}_{33}\cdot 12\text{H}_2\text{O}$, Zeitschrift Für Anorganische Und Allgemeine Chemie. 346 (1966) 12–20.

INVESTIGATION OF SURFACE AND AESTHETIC PROPERTIES OF ENAMEL COATINGS

EMAYE KAPLAMALARIN YÜZEY VE ESTETİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Şengül DANIŞMAN^a, Ayşe SEVÜK^b

^aErciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi 38090, Kayseri, Turkey sdanisman@erciyes.edu.tr

^bFEMAŞ Metal Sanayi ve Ticaret A.Ş.38090, Kayseri, Turkey ayse.sevuk@ferre.com.tr

Özet

Emaye, metalik yüzeyleri korumanın yanı sıra estetik özellikler kazandıran en eski kaplama tekniklerinden biridir. Günümüzde dayanım ve tasarım açısından birçok sektörde kullanılabildiği gibi beyaz eşya sektöründe de önemini korumaktadır.

Bu çalışmada beyaz eşya sektöründe kullanılan emaye kaplanmış çelik panellerin yüzey ve estetik özellikleri incelenmiştir. Çalışma FEMAŞ tesislerinde kaplanan altı farklı grup numune üzerinde gerçekleştirilmiştir. Emaye kaplı numunelerin kaplama kalınlıkları, yüzey pürüzlülükleri, kimyasal dirençleri incelendi ve bu özelliklerin estetik özelliklere etkisi araştırıldı. Kimyasal direncin estetik özelliklere etkisini incelemek için asit ve baz ortamında bekletilen numunelerin parlaklık ve renk ölçümleri yapıldı. Farklı gruplar arasında yüzey ve estetik özelliklerin ilişkisi araştırıldı. Sonuç olarak, toz emaye kaplanmış numunelerin yüzey ve estetik özelliklerinin daha iyi olduğu görüldü.

Anahtar Kelimeler: Emaye, pürüzlülük, parlaklık, renk

Abstract

Enamel is one of the earliest coating techniques that provide aesthetic features as well as to protect metallic surfaces. Nowadays, as it can be used in terms of strength and design in many sectors, also maintains its importance in the field of white goods.

In this study, surface and aesthetic properties of enamelled steel panels used in the white goods sector were examined. The study was carried out on six different sample groups coated in FEMAŞ industrial plants. The coating thicknesses, surface roughness and chemical resistance of the enamel coated samples were examined and the effect of these properties on the aesthetic properties was determined. In order to investigate the effect of chemical resistance on aesthetic properties, brightness and color measurements of samples kept in acid and base environment were done. The relationship between surface and aesthetic properties among different groups was investigated. As a result, it was seen that the surface and aesthetic properties of the powder enamel coated samples were better.

Keywords: Enamel, roughness, gloss, colour

Giriş

Emaye kaplamanın ilk uygulamaları M.Ö. 5. yüzyılda eski Yunanlılar da görülmüştür. Emaye, insan

tarafından nesnelerin yüzeylerini süslemek için kullanılan en eski yöntem olarak kabul edilebilir. 19.yüzyılda emaye farklı metaller üzerine uygulanmaya başlamıştır[1-4]. 20. yüzyılda ise Amerika ve Kanada başta olmak üzere emaye kullanımını yaygınlaştırmıştır. Emaye bazı inorganik oksitlerden meydana gelmiş karışımın toz veya yağ olarak kaplanacak yüzey üzerine uygulanmasından sonra, bu oksitlerin erime sıcaklığında fırınlanmasıyla elde edilen, camsı görünüme sahip katı bir maddedir. Ev eşyası, mobilya, iç dekorasyon, endüstriyel tasarım, dış mimari ve sokak mobilyaları gibi çok geniş kullanım alanlarına sahiptir. Emayenin çok sayıda avantajları vardır; Pürüzsüz yüzey kazandırma, koku ve tat vermeyen, toksik etki göstermeyen, bakteri oluşumuna ve çoğalmasına olanak tanımayan hijyenik bir yüzey elde etme, dekoratif ve estetik görünüm sağlama, asit ve alkali gibi kimyasal tesirlere karşı dayanıklı bir yüzey oluşturma, zamanla renk değişimlerine uğramayan bir yüzey oluşturma gibi [5,6].

Emaye kaplamaların kalitesini etkileyen özellikler; uygulama metodu, emayenin kalınlığı, yüzey görünümü, hizmet ömrü, çevre arasındaki etkileşim, renk sınırı, parlaklık, astar kat emayede ara yüzeyde iyi yapışması gibi [2,7,8].Metal ve emaye arasında kuvvetli yapışma direnci sağlamak için uygulama metodu önemlidir. Bunun için metal yüzeyine önce astar emaye daha sonra üst kat emaye uygulanır. Bu alanda uygulama teknolojileri oldukça gelişme göstermiştir. En önemli iki teknik yağ emaye(sprey) ve elektrostatik toz emayedir. Son yıllarda emaye kimyasal bileşimin de yapılan çalışmalar sayesinde yeni renkler ve farklı görünüm etkileri sağlanmaktadır [9-11]. Bir nesnenin renk, parlaklık özellikleri endüstriyel ürünün satışı için son derece önem taşımaktadır. [12] Hizmet ömrü boyunca korozyon varlığıyla yüzey parlaklığın da değişiklikler, renk değişimi ve hasarlar olabilir. Bu nedenle, zaman içinde, sabit ve değişmez estetik özellikler bir kaplama için çok önemlidir.

Bu çalışmada kullanılan kaplamalar Femaş Metal Sanayi ve Ticaret A.Ş tesislerinde yapılmıştır. Emaye kaplı altı farklı grup numune üzerinde yüzeylerin estetik özellikleri araştırıldı. Emaye kaplı numunelerin kaplama kalınlıkları, yüzey pürüzlülükleri, kimyasal dirençleri incelendi ve bu özelliklerin estetik özelliklere etkisi araştırıldı. Emaye kaplama kalınlığı, kaplama kalınlık ölçüm cihazı ile ölçüldü. Kimyasal direnci belirlemek için örnekler asit ve baza daldırıldı. Parlaklık ve renk ölçümleri yapıldı. Belirli kaplama kalınlığı arasında yüzey pürüzlülüğünün stabil olduğu görüldü. Asitte ve bazda tutulan numunelerin proses değişikliğine ve emaye kaplama çeşidine göre

değişiklikleri araştırıldı. SEM elektron mikroskobu kullanılarak yüzeyleri incelendi.

2. DENEYSEL ÇALIŞMA

2.1 Kaplama Metodu ve Numunelerin Hazırlanması

Emaye, kaplanacak malzemeye uygun ısı genleşmeye sahip, korozyonu engelleyen, aşınma dayanıklılığı sağlayan, yalıtkan, temizlenebilir kaygan bir yüzeye sahip ve büyük çoğunlukla metal malzemelere uygulanan bir tür seramik kaplamadır. Emaye, astar ve üst kat emaye kaplama olmak üzere iki aşamada uygulanır. Metal ve emaye arasında kuvvetli ve sürekli bir yapışma sağlamak için astar uygulama yapılır. Metal yüzeyine uygulanmış olan astar emaye pişirme işlemi sırasında sıvılaşıp demirle reaksiyona girer. Bu işlemde kabin yakınında bulunan toz emaye kabininden, hava akımı ile elektrostatik püskürtme tabancasına iletilen parçacıklar elektrik yükü kazanırlar ve ters elektrik kutbu bağlanan malzemeye yapışırlar [14]. Frit, SiO₂, Ca₂O, Na₂O ve diğer oksitler temelinde tipik bir ticari bileşime sahiptir. Koruma sistemi iki tabakadan ibarettir. Bunun için iki farklı yöntem birinci tabaka için elektrostatik toz kaplama ikinci tabaka için elektrostatik toz ve yaş emaye(sprey) kaplaması yapıldı. İlk tabaka, iyi korozyon direnci ve yapışma garantisi için astar tabakası; ikinci tabaka ise renkleri ve dokusu için üst tabakadır [14-15]. Renk ve kaplama görünüm etkileri çeşitli renk ve yüzey özellikleri sunabilir.

Emaye kaplama prosesi pişirme yöntemine göre üç sınıfa ayrılır; iki kat iki pişirim, iki kat tek pişirim, tek kat tek pişirim [13]. Beyaz emayeler genel olarak çift kat tek pişirim uygulanmakla beraber, sektörde yaygın olarak kullanılan siyah renkli emayeler tek kat tek pişirim olarak uygulanır. Emaye uygulama yöntemleri olarak yaş emaye (sprey) ve elektrostatik toz emaye yöntemi kullanıldı. Yaş emaye işleminde elde edilen film kalınlığı, püskürtme zamanını değiştirilmesiyle ayarlanabilir. Kaplama yapılırken kaplanacak malzeme uygun açılarla tutacaklara yerleştirilir. Kapalı bir kap içerisinde sürekli karıştırılan emaye basınçlı hava yardımıyla parça üzerine manuel ya da otomatik olarak püskürtülür. Çok karmaşık şekilli parçalar bile emaye kaplanır. Emaye kaplamaların pişirme sıcaklıkları 830-850°C civarında ve pişirme süreleri ise 4-10 dakika arasındadır. Bu değerler emayenin kimyasal bileşimine göre değişmekle beraber, proses şartları, kullanılan taban malzeme ve emayenin uygulama sonrası kalite kontrol testleri sonuçlarına göre belirlenmektedir.

Deney numuneleri olarak DC04EK normu çelik malzeme seçildi. Numuneler (12x3cm)boyutlarında olacak şekilde 0,7 mm kalınlığındaki çelik sacdan lazerle kesilerek hazırlandı. Numuneler kaplama öncesi ön temizleme işlemlerinden geçirildi. Sacların emaye kaplanabilmesi için yüzeylerin temiz, yağsız, passız olması gerekmektedir. Bu amaçla emaye kaplanacak sac numunelere alkali temizleme(alkalite6-8 Ridoline1022R), sıcak soğuk durulama ve kurutma işlemleri uygulandı. Daha sonra astar ve ikinci kat emaye uygulaması yapıldı. Tablo-1 de elektrostatik toz emaye kaplı numunelerin listesi,

Tablo-2 de yaş emaye kaplı numunelerin kod ve bileşimleri gösterildi.

TABLO-1 Elektrostatik toz emaye kaplamalı numunelerin kimyasal birleşimi

ELEKTROSTATİK TOZ EMAYE KAPLAMALI NUMUNELER		
NUMUNE KODU	RENK	KİMYASAL BİRLEŞİM
S	SİYAH	Fe, Si Mn,Na,Ni,Co,...oksidasyonları
B	BEYAZ	Si, Ti, Na,K, Al Mg,...oksidasyonları
KRT	KREM	Zn,Si, Ti, Na,K,...oksidasyonları

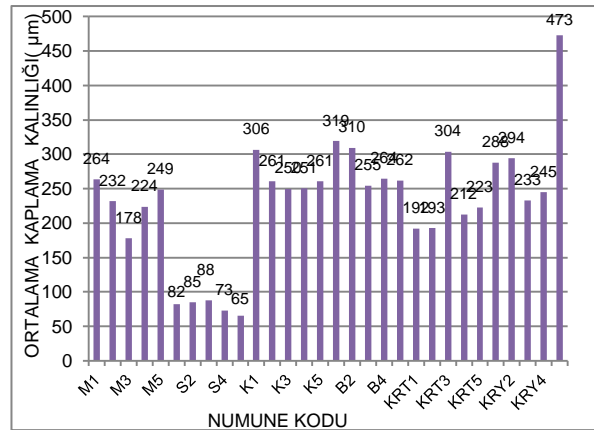
TABLO-2 Yaş emaye kaplama numunelerinin kimyasal birleşimi

YAŞ EMAYE KAPLAMALI NUMUNELER		
NUMUNE KODU	RENK	KİMYASAL BİRLEŞİM
M	MAT SİYAH	Si, Ca,Mg,Ti,Al...oksidasyonları
K	KIRÇILLI GRİ	Fe, Si,Cr,Na, Al, Ti...oksidasyonları
KRY	KREM	Sb,Na,Ti,Si,Al ...oksidasyonları

2.2 Kaplama Karakterizasyonu

2.2.1 Kaplama Kalınlığı

Her grup numunede kaplama kalınlığı PosiTest DFT3.0 cihazı ile ölçüldü. Ölçüm sayısı olarak en az 15 değer alınarak ortalama kaplama kalınlıkları 65 µm ve 470 µm arasında elde edildi. Ortalama kaplama kalınlıkları 6 farklı grup için Şekil-1 de görülmektedir.



Şekil -1 Ortalama kaplama kalınlık değerleri

2.2.2 Kaplama Kalınlığı ile Yüzey Pürüzlük Değişimi

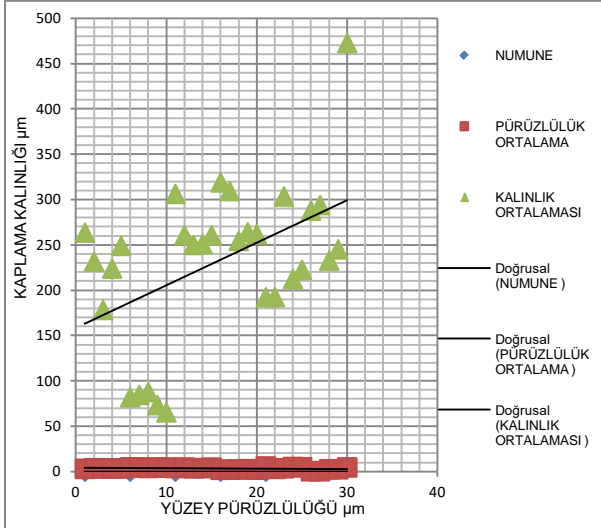
Yüzey pürüzlükleri Mitutoyo marka profilometri cihazıyla yapıldı. Her numuneden 6 ölçüm alınarak ortalama değer hesaplanmıştır. Tablo-3 de ortalama pürüzlük Ra değerleri ve ortalama kaplama kalınlıkları verilmektedir.

TABLO-3 Yüzey pürüzlülük ve kaplama kalınlık değerleri

NUMUNE KODU	PÜRÜZLÜLÜK ORTALAMA Ra (µm)	KALINLIK ORTALAMA (µm)
M	3,4	229,3
S	4,5	78,6
K	4,1	265,7
B	2,3	281,8
KRT	4,4	224,6
KRY	2,1	306,5

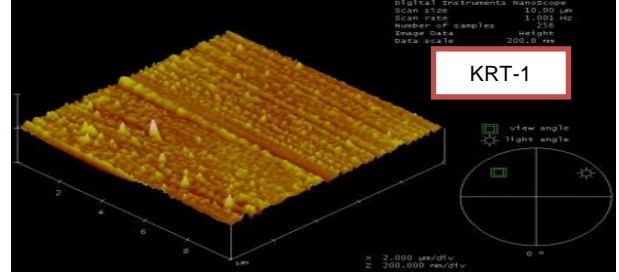
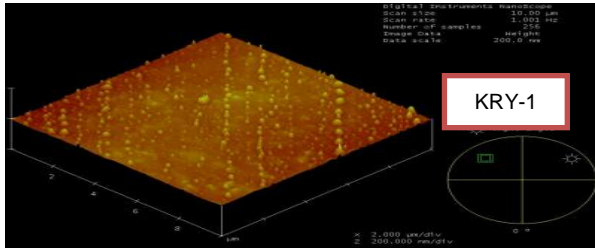
Tablo-3 deki emaye kaplama kalınlığı incelendiğinde yaş uygulamalarda kalınlığın daha yüksek olduğu görüldü.

Şekil-2 de ise kalınlık ile pürüzlülük ilişkisi görülmektedir. Kaplama kalınlık aralığı 160-300µm arasında olduğunda yüzey pürüzlülüğünün ortalama değer olarak kararlı olduğu görülmektedir. Bu sebeple bu aralıktaki pürüzlülük sahasında kaplama kalınlığının uygun değer olduğu düşünülmüştür.



ŞEKİL-2 Yüzey pürüzlülüğüne bağlı olarak kaplama kalınlık değişimi

Şekil-3'de AFM görüntüleri incelendiğinde kaplamaların pürüzlülük açısından yüzeyde homojen, karalı bir morfolojiye sahip olduğu görülmüştür.



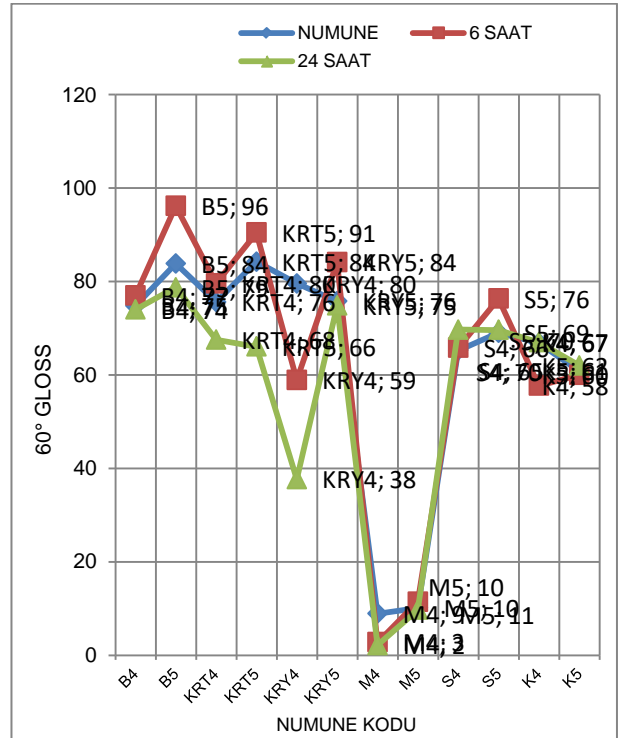
ŞEKİL-3 AFM Görüntüleri (KRT1 ve KRY1 numuneleri için)

2.2.3 Kimyasal Etkinin Parlaklıkta Değişimi

Kimyasal direncin estetik özelliklere etkisini incelemek için asit ve baz ortamında bekletildi. Asit olarak Ph-1.7 (100gr/L sitrikasit) ve baz olarak Ph-12 (0,013M NaOH) olan çözeltiler hazırlandı. 4 nolu numuneler (B4,KRT4,KRY4,M4,S4) asidik ortamda 6 ve 24 saat bekletilen numuneleri, 5 nolu numuneler(B5,KRT5,KRY5,M5,S5) ise baz da aynı sürelerde bekletilen numuneleri tanımlamaktadır. Parlaklık ölçümleri 6 farklı noktadan alındı. Kimyasal etkiye maruz kalmayan numuneler ile karşılaştırıldı.

Kaplamaların estetik özelliklerini belirlemek için parlaklık ölçüm değerleri kullanıldı. Numunelerin parlaklığı RHOPPOINT NOVO-GLOSS 20-60-85 mod.cihazı ile ölçüldü.

Şekil 4'de görüldüğü gibi yaş emaye uygulamalarında toz emayeye göre parlaklık kaybı daha büyük olduğu tespit edilmiştir. Toz emayelerde asit ve baz ortamında elde edilen değerler uyumlu çıkmıştır.



Şekil-4 Kimyasal dirence karşı parlaklık değişimi

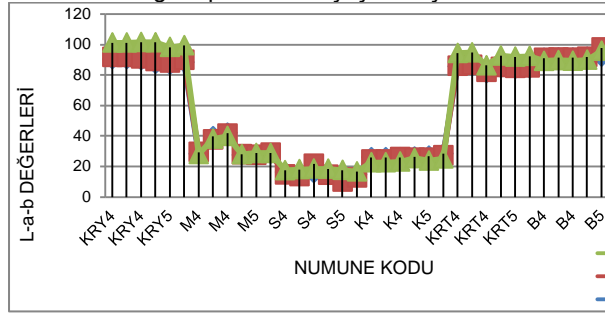
Yaş emaye kaplamalı numunelerin bazik ortamda asidik ortama göre parlaklık kayıplarında daha az değişim ortaya çıkmıştır.

2.2.4 Kimyasal Etkinin Renk Ölçümünde Değişimi

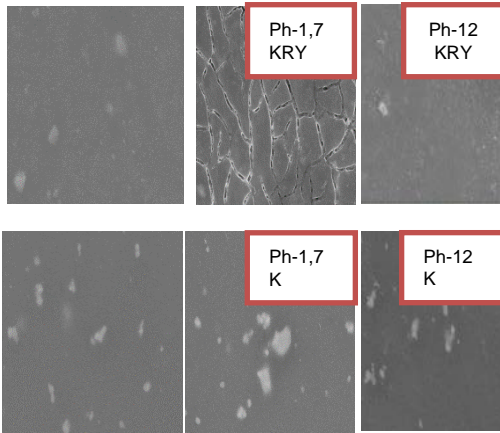
Kimyasal direncin estetik özelliklere etkisini incelemek için asit ve baz ortamında bekletilen numunelerin renk ölçümü 6 ve 24 saat sonunda yapıldı. Renk ölçümleri, Mitech HP 2132 cihazı ile yapılmıştır. Ölçümler 3 farklı noktadan yapıldı.

Şekil-5'de görüldüğü gibi açık renklerde yani beyaz emaye, krem renklerde değişim gözlenmezken mat uygulamada sapma gözlenmiştir.

Şekil-6 da SEM görüntüleri incelendiğinde yüzey morfolojisi Ph-1,7 çözeltisine daldırılan yaş emayede bazik ortama göre parlaklık düşüşünü açıklamaktadır.

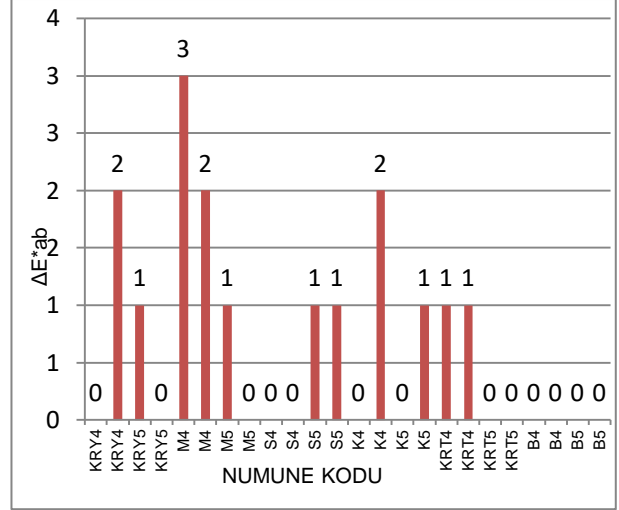


Şekil-5 Kimyasal dirence karşı renk değişimi



Şekil-6 SEM görüntüsü (Üstte KRY kodlu,altta K kodlu numunenin asidik ve bazik ortamda SEM görüntüsü)

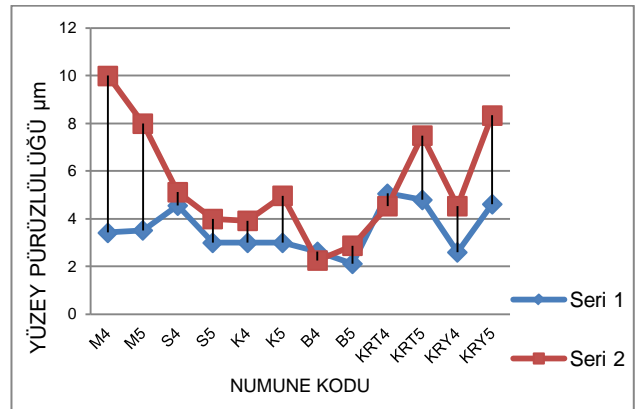
Şekil-7'de ise Asitte ve baz da bekletilen numunelerin renk değişimlerinde asitte bekletilenlerde sapma artmakta olup mat emayede en yüksek orana çıkmaktadır. Buna bağlı olarak parlaklık değeri de düşmektedir.



Şekil-7 Asitte ve bazda bekletilen numunelerin renk değişimi

2.2.5 Kimyasal Etkinin Yüzey Pürüzlülüğünde Değişimi

Şekil 8'de Ph-1,7 ve Ph-12 daldırılan numunelerin kimyasal etkiye maruz kalmayan numuneler ile mukayesesi yapıldı. Yaş emaye kaplama yapılan numunelerin renk ve parlaklık ölçümleri ile orantılı olarak yüzey pürüzlülüklerinde artış gözlenmiştir. Kaplama işlemi sonunda mat siyah emayede yapılan ölçümlerde yüzey pürüzlülüğü diğer numuneler içerisinde daha fazla değişiklik göstermiştir. Kimyasal etkiye maruz kalan numunenin hem asit hem baz için yüzey pürüzlülüğü diğer numunelere göre daha fazla artış göstermiştir. Kaplama kalınlığı yüksek olan krem yaş emayeli numunelerde de kimyasalla etkileşim gösterdiğin de yüzey pürüzlülüğü artmıştır.



Şekil-8 Kimyasal etkiye maruz kalan numunelerin yüzey pürüzlülüğündeki değişimi. (Seri-1 emayeleme işlemi yapıldıktan sonra ort Ra değerleri, Seri -2 kimyasal etkiye maruz kalan numunelerin ort Ra değerleri)

3.SONUÇLAR

Emaye kaplamalar estetik anlamda endüstriyel alanda geniş kullanım alanına sahiptir. Estetik özellikler üzerinde yüzey pürüzlülüğü ve parlaklığın ilişkisi önemlidir. Pürüzlülüğün artması parlaklık üzerinde de etkiye sahiptir. Kimyasallar içerisinde bekletilen numunelerin pürüzlülüğü yüksek çıkanlarda, parlaklığın daha fazla düştüğü görülmüştür.

Endüstriyel emaye kaplamalarında pürüzlülüğün kaplama kalınlığının bir fonksiyonu olduğu alınan verilerden ortaya çıkmıştır. Belirlenen optimum kaplama kalınlık aralığında ortalama yüzey pürüzlülüklerinin değişmediği gözlenmiştir. Renk ölçümü ile ilgili veriler incelendiğinde parlaklık ve renk uyumunun orantılı olduğu asit ve baz da bekletme uygulamalarında ortaya çıkmıştır. Emaye kaplamaların alkali koşullara daha iyi direnç gösterdiği asidik ortamdan daha fazla etkilendiği ortaya çıkmıştır. Genel olarak, toz emaye kaplanmış numunelerin yüzey ve estetik özelliklerinin daha iyi olduğu görüldü.

Teşekkür: Bu çalışmanın yapılmasında FEMAF METAL ve SAN. TİC. A.Ş ' ye ve çalışanlarına desteklerinden dolayı teşekkür ederiz.

4. KAYNAKLAR

- [1] **Andrews AI.** (1961) Porcelain enamel. 2nd ed. Champaign (IL): The Garrard Press;
- [2] **Kuchinski FA.** (1993) Corrosion resistant thick films by enamelling. In: Wachtman JB, Haber RA, editors. Ceramic films and coatings. Park Ridge (NJ): NoyesPublications; p. 77–130.
- [3] **Shreir LL, Jarman RA, Burstein GT,** editors. Corrosion. (1998) London: Newnes- Butterworths; 1998.
- [4] **Zucchelli A, Minak G, Ghelli D.** (2010) Low-velocity impact behaviour of vitreous enamelled steel plates. *Int J ImpactEng*;37:673–84.
- [5] **Pemco International,** 2008: *Pemco enamel manual*, Brugge, Belgium.
- [6] **Joshi, Narayan R.,**1994: Analyzing and avoiding fish scale phenomena in porcelain enameling", *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, Vol. 15, no. 3, pp. 139-155.
- [7] **Tang Z, Wang F, Wu W.** (2000) Effect of Al₂O₃ and enamel coatings on 900 °C oxidation; *GlassCeram*;60:70–5.
- [8] **Rodtsevich SP, Eliseev SY, Tavgen' VV.**(2003) Low- melting chemically resistant enamel for steel kitchen ware. *GlassCeram*;60:23–5.
- [9] **Yatsenko EA, Krasnikova OS, Zemlyanaya EB, Romanova VN.** (2007) Colorimetric characteristics of colored single-coat enamels. *GlassCeram*;64:313–5.
- [10] **Yatsenko EA, Zemlyanaya EB, Krasnikova OS.** (2006) Tinted one-coat glass enamels for steel. *GlassCeram*;63:29–31.

[11] **Harisanov V, Pavlov RS, Marinova IT, Kozhukharov V, Carda JB.** (2003) Influence of crystallinity on chromatic parameters of enamels coloured with malayaite pink pigments. *J Eur CeramSoc*;23:429–35.

[12] **Hoeko, J. V.** (2011)). Emaye okulu ders notları, *II. International Ceramic, Glass, Porcelain Enamel, Glaze and Pigment Congress*, 11, 186-191. of porcelain enamel to low carbon steel. *CeramInt*;25:27

[13] **Paytuncu, S.** (2011). Emaye Okulu Ders Notları, *II. International Ceramic, Glass, Porcelain Enamel, Glaze and Pigment Congress*, 11, 145-149.

[14] **Shieu FS, Lin KC, Wong JC.**(1999) Microstructure and adherence–34.

[15] **Weizhong J, Ying W, Qi D.**(2004) Influence of the superfine crystal of Li₂Ni₈O₁₀ as mill addition on the enamel adherence. *Mater Lett*;58:1611–5.

SYNTHESIS OF ZIRCONIA/MAGNESIA COMPOSITE COATING ON AZ91 MAGNESIUM ALLOY

Ekin Selvi^a, Faiz Muhaffel^b and Murat Baydoğan^b

^aDepartment of Chemical and Process Engineering, Yalova University, Yalova, Turkey

^bDepartment of Metallurgical and Materials Engineering, Istanbul Technical University, Istanbul, Turkey

ekin.selvi@yalova.edu.tr, muhaffel@itu.edu.tr, baydogan@itu.edu.tr

Abstract

Magnesium is the lightest structural metal commonly used in automotive, aerospace and communication fields under favor of good properties such as low density, high strength to weight ratio, excellent dimensional stability, good electromagnetic shielding, superior damping capacity, good machinability and recycling ability. However, poor surface properties such as corrosion and wear resistances and very low hardness of magnesium and its alloys restrict their widespread use in industry. Micro arc oxidation technique is an attractive and effective for surface protection of magnesium alloys by formation an oxide coating on their surface. In the present study, incorporation of zirconia into magnesia-based oxide coatings was achieved on AZ91 magnesium alloy by micro arc oxidation under DC conditions in an alkaline electrolyte. The thickness, phase composition and surface/cross-sectional morphologies of synthesized coatings were analyzed by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM), respectively. The dominant phases formed on AZ91 magnesium samples were found to be a mixture of spinel Mg_2SiO_4 (forsterite), MgO (periclase), monoclinic, cubic and tetragonal ZrO_2 (zirconia). The coating characteristics were found to be mainly altered with varying frequency; hence, the results were comparatively evaluated on the basis of pulse frequency during micro arc oxidation.

Keywords: Micro arc oxidation; zirconia; magnesia; oxide coating; microstructure.

1. Introduction

Magnesium and its alloys have great interests in automotive, aerospace, electronics and biomaterial industries owing to their high strength to weight ratio, good machinability, high damping capacity, electromagnetic shielding properties and high biocompatibility. However, their low corrosion potential and low wear resistances are the main factors restricting their more extensive usage. In order to overcome these restrictions, some protective coatings can be formed on the surface of magnesium alloys by various processes including sol-gel processing, physical vapor deposition (PVD), chemical vapor deposition (CVD) and plasma spray methods. In addition, Micro arc oxidation (MAO) is a novel method to enhance the surface properties by forming a thick oxide layer at the surface with a high hardness and a good adhesion to the substrate. Thus, improved wear and corrosion resistance can be obtained [1-3].

The MAO process is similar to conventional anodic oxidation in that both methods are based on the formation an oxide layer at the surface by an electrochemical mechanism. Generally, higher voltages or current densities are used in the MAO process than those used in anodic oxidation. When voltage is first applied to the sample in the MAO process, a rapid oxide layer formation initially takes place and the oxide grows with increasing time. When the applied voltage exceeds the critical breakdown voltage of the growing oxide layer, micro discharge tunnels are formed at the surface, which are visible as micro pores varying in size throughout the surface. Thickness of the oxide layer can be as high as a few hundred micrometers. Beside thickness, surface roughness and phase composition can also be tailored by carefully adjusting the electrical parameters (such as applied voltage, frequency and duty cycle) and electrolyte composition [4-8].

Zirconia (ZrO_2) is often incorporated in the thermal barrier coatings as a component due to their low thermal conductivity and high thermal cycling resistance. Thermal Barrier Coatings (TBC) based on Zirconia are produced by PVD and gas plasma spraying (GPS). ZrO_2 has three different crystal structures such as monoclinic, tetragonal and cubic zirconia. Monoclinic structure is stable at room temperature whereas tetragonal and cubic structures are stable at elevated temperatures (1200-2300°C and above 2300°C, respectively). Tetragonal and cubic phases can be stabilized at room temperature by adding several oxides such as Y_2O_3 , CaO, MgO and Al_2O_3 . Therefore, yttrium partially stabilized zirconia (YSZ) is commonly used in thermal barrier coatings. Owing to the high temperature of micro arcs (10^4 - 10^5 K) during the MAO process, high temperature phases of ZrO_2 can be produced by the MAO process without adding these oxides. Besides, in comparison with PVD and GPS methods, cheaper and complex coatings can be produced by the MAO process [9,10].

In this study, ZrO_2 incorporated magnesia coatings were formed on AZ91 Mg substrate by the MAO process at different frequencies in order to stabilize tetragonal zirconia phase at room temperature. Then MAO coatings produced at different frequencies were characterized by structural and morphological characterization tests.

2. Experimental

AZ91 alloy with a diameter of 15.8 mm and a thickness of 8 mm was used as the anode while a stainless steel container served as the cathode. Constant positive and negative voltages of 400 V and 60 V, respectively were applied by a bipolar DC power supply. Selected frequencies during the oxidation process were 250, 500, 1000, 2000 Hz at a constant duty cycle of 60%. The total processing time was as 6 min. Table 1 shows the electrical parameters used during the MAO process. Electrolyte was composed of aqueous solution of NaSiO₃ (10 g/l), KOH (5 g/l), NaZrO₃ (5 g/l). The solution temperature was kept below 30°C during oxidation by an external cooling unit.

Surface morphologies and thickness of coatings are investigated by Hitachi TM-1000 Scanning Electron Microscope (SEM). Qualitative phase identification was made by GBC-MMA X-Ray Diffractometer (XRD) using Cu-K α radiation. The samples were scanned over two theta angles of 20° to 70° at a scanning speed of 1°/min.

Table 1. Electrical parameters during the MAO process.

Frequencies (Hz)	Positive Pulse Duration (μ s)	Negative Pulse Duration (μ s)	Pause Duration (μ s)
250	1200	1200	800
500	600	600	400
1000	300	300	200
2000	150	150	100

3. Results and discussion

3.1. Current density variation

Variation of the current density during the MAO process with respect to the process time at various frequencies is presented in Fig. 1. Generally, current density variation can be evaluated three successive stages as a function of time. In the first stage, dielectric thin oxide film is formed and current increases. In the second stage, dielectric oxide layer breakdown at a critical current at which slope of the plot deviates accompanying with the occurrence of sparks in the discharge channels. At this region, current density

increases in a non-linear manner. In the final stage, current density gradually decreases and growing of the oxide layer ceases [10]. It is apparent from Fig. 1 that highest current density value achieved at 250 Hz, and decreased with increasing frequency. It indicates that longer positive voltage durations or low frequency cause high energy density plasma during micro arc oxidation.

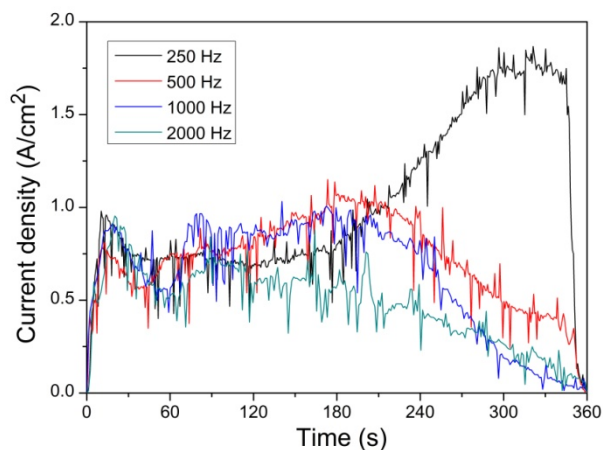


Figure 1. Variation of the current density as a function of process time during the MAO process.

3.2. Structural characterization

Figure 2 shows XRD spectra of micro arc oxidized samples oxidized at various frequencies. The coating layers mainly consist of Mg₂SiO₄, MgO, m-ZrO₂, t-ZrO₂ and c-ZrO₂ phases. XRD results indicated that high temperature stable phases of tetragonal and cubic zirconia can be produced within the coating when a zirconium-based component (NaZrO₃) is incorporated in the electrolyte composition. As a distinctive advantage of the micro arc oxidation, ions from the electrolyte are incorporated in the oxide structure during oxidation by the aid of discharge phenomena. As a consequence of this fact, stronger ZrO₂, MgO and Mg₂SiO₄ peaks were obtained at a lower frequency owing to long positive pulse duration generating higher energy plasma [10,11].

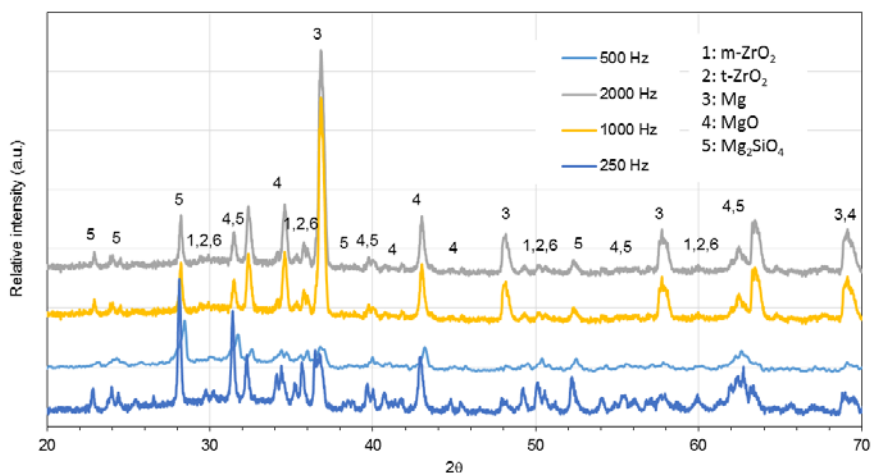


Figure 2. XRD spectra of micro arc oxidized samples.

3.3. Morphological characterization

Figure 3 shows SEM surface micrographs of the samples which were micro arc oxidized at various frequencies. It is apparent from Fig. 3a that the lowest frequency (250 Hz) results in a severe cracking in the oxide layer due to high energy input. There appears uneven distribution of small number of pores resulting from discharge channels. As the frequency increases to 500 Hz, cracking decreases and number of pores increases (Fig. 3b). By further increment of the frequency up to 1000 Hz and 2000 Hz (Figs. 3c and d), typical micro arc oxidation topography with relatively uniform distribution of pores throughout the surface was achieved. It is also apparent from Fig. 3a to 3d that amount of white particles (ZrO_2 phase) on the surface continuously decreases with increasing frequency (with decreasing energy). This result suggests that

performing micro arc oxidation at a lower voltage is more beneficial in increasing the amount of zirconia and in turn in enhancing high temperature performance of the coating [11]. Fig. 4 shows cross sectional SEM micrographs of the samples. It is seen that coatings produced at 250 Hz were flaked off due to higher energy input and correspondingly higher cooling rate, which eventually result in high thermal stresses within the coatings [11]. This is also compatible with severe cracking shown in Fig. 3a. However, coating layers formed at higher frequencies did not flake off. It should also be mentioned that none of the samples have apparent discontinuity between the coating layer and the substrate. Thickness of the MAO coatings was measured as 151.5 μm , 138.6 μm , 70.2 μm and 61.9 μm at 250 Hz, 500 Hz, 1000 Hz and 2000 Hz, respectively. High positive duration and high intensity discharge (as in 250 Hz) produce thicker coatings.

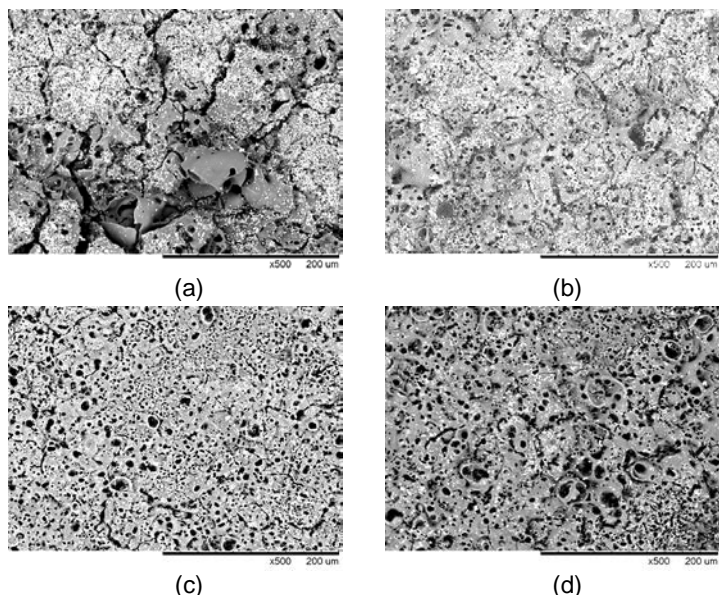


Figure 3. SEM surface micrographs of the MAO coatings formed at (a) 250 Hz, (b) 500 Hz, (c) 1000 Hz and (d) 2000 Hz.

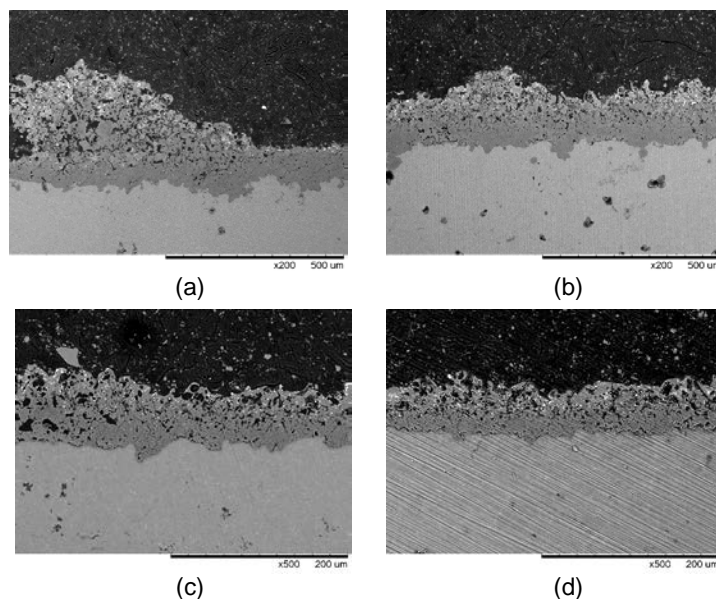


Figure 4. Cross sectional SEM micrographs of the MAO coatings formed at (a) 250 Hz, (b) 500 Hz, (c) 1000 Hz and (d) 2000 Hz.

4. Conclusion

Micro arc oxidation of AZ91 magnesium alloy in an electrolyte containing zirconium-based component successfully produced a zirconia incorporated coating on the surface. All possible crystalline structures of zirconia (cubic, monoclinic and tetragonal) exist within the coatings in addition to Mg based phases such as MgO and Mg₂SiO₄. The lowest pulse frequency (250 Hz in the present study) encourages the formation of more zirconia, which is beneficial for improving elevated temperature performance. However, this is at the expense of deteriorating surface integrity resulting from severe cracking and flaking off. Coating thickness was the highest at 250 Hz and continuously decreases as the frequency increases. Thicker coatings and more amount of zirconia formation at 250 Hz is a promising result in improving elevated temperature performance of the coating. However, further study is needed to minimize cracking and flaking off within the coatings.

References

- [1] G. Rapheal, S. Kumar, N. Scharnagl, C. Blawert, Effect of current density on the microstructure and corrosion properties of plasma electrolytic oxidation (PEO) coatings on AM50 Mg alloy produced in an electrolyte containing clay additives, *Surface & Coatings Technology* 289 (2016) 150–164.
- [2] H. Ma, D. Li, C. Liu, Z. Huang, D. He, Q. Yan, P. Liu, P. Nash, D. Shen, An investigation of (NaPO₃)₆ effects and mechanisms during micro-arc oxidation of AZ31 magnesium alloy, *Surface & Coatings Technology* 266 (2015) 151–159.
- [3] M. Daroonparvar, M. A. M. Yajid, N. M. Yusof, H. R. Bakhsheshi-Rad, E. Hamzah, T. Mardanikivi, Deposition of duplex MAO layer/nanostructured titanium dioxide composite coatings on Mg₉₉Ca₁ alloy using a combined technique of air plasma spraying and micro arc oxidation, *Journal of Alloys and Compounds* 649 (2015) 591-605.
- [4] X. Fana, Y. Wanga, B. Zoua, L. Gua, W. Huang, X. Caoa, Preparation and corrosion resistance of MAO/Ni–P composite coat on Mg alloy, *Applied Surface Science* 277 (2013) 272– 280.
- [5] A. Kossenko, M. Zinigrad, A universal electrolyte for the plasma electrolytic oxidation of aluminum and magnesium alloys, *Materials and Design* 88 (2015) 302–309.
- [6] B. Kasalica, J. Radić-Perić, M. Perić, M. Petković-Benazzouz, I. Belča, M. Sarvan, The mechanism of evolution of microdischarges at the beginning of the PEO process on aluminum, *Surface & Coatings Technology* 298 (2016) 24–32.
- [7] J.A. Curran, H. Kalkançı, Yu. Magurova, T.W. Clyne, Mullite-rich plasma electrolytic oxide coatings for thermal barrier applications, *Surface & Coatings Technology* 201 (2007) 8683–8687.
- [8] C.S. Dunleavy, I.O. Golosnoy, J.A. Curran, T.W. Clyne, Characterisation of discharge events during plasma electrolytic oxidation, *Surface & Coatings Technology* 203 (2009) 3410–3419.
- [9] A.V. Apelfeld, A.A. Ashmarin, A.M. Borisova, A.V. Vinogradov, S.V. Savushkina, E.A. Shmytkova, Formation of zirconia tetragonal phase by plasma electrolytic oxidation of zirconium alloy in electrolyte comprising additives of yttria nanopowder, *Surface & Coatings Technology*, <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.09.071> (2016).
- [10] T. Akatsu, T. Kato, Y. Shinoda, F. Wakai, Thermal barrier coating made of porous zirconium oxide on a nickel-based single crystal superalloy formed by plasma electrolytic oxidation, *Surface & Coatings Technology* 223 (2013) 47–51.
- [11] L. Zhua, Z. Guoa, Y. Zhanga, Z. Lic, M. Suia, A mechanism for the growth of a plasma electrolytic oxide coating on Al, *Electrochimica Acta* 208 (2016) 296–303

BASINÇLI DÖKÜM YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN Mg-4Sn-1Y ALAŞIMINA Zr İLAVESİNİN MEKANİK ÖZELLİKLERE ETKİSİ

Güven YARKADAŞ^a, Güher TAN^a, Hüseyin ŞEVİK^a, İsmail AKYÜZ^a

^a Mersin Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Mersin, Türkiye, e-mail: sevik@mersin.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, ağırlıkça %0,05 ve 0,1 oranlarında Zirkonyum ilavesinin Mg-4Sn-1Y alaşımının mikroyapısına ve mekanik özelliklerine etkisi incelenmiştir. Alaşımlar kontrollü atmosferde soğuk kamaralı basınçlı döküm yöntemiyle üretilmiştir. Mg-4Sn-1Y alaşımının dane boyutunun Zr ilavesiyle azaldığı görülmüştür. Mg-4Sn-1Y alaşımının sertlik, akma ve çekme mukavemetinde ise artış gözlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Mg alaşımları, Zirkonyum, mekanik özellikler

Abstract

This article reports the effects of Zirconium (Zr) addition to the magnesium-tin-yttrium alloy on its microstructural and mechanical properties. The alloys were produced under a controlled atmosphere by a cold chamber-high-pressure-die-castings process and characterized by scanning electron microscopy (SEM), an energy-dispersive spectrometer (EDS). The grain size of Mg-4Sn-1Y was found to decrease with increasing Zr. The hardness, yield and tensile strength of the Mg-4Sn-1Y alloy were improved with Zr additive.

Keywords: Mg alloys, Zirconium, mechanical properties.

1. Giriş

Günümüzde üretilen motorlu araçların yaklaşık 1400 kg ağırlığında olması toplam ağırlığın %70'ini demir içerikli alaşım ve bileşiklerin oluşturmasından dolayıdır. Ayrıca araçların ağırlığının yaklaşık %50'sini şase, ve diğer %50'sini aktarma organları ve motor bileşenleri oluşturmaktadır[1]. Birçok nedenden dolayı (yakıt tasarrufu, CO₂ emisyonu azaltılması gibi) araçların üretiminde ağırlık azaltılmaya çalışılmakta bunun da ancak demir içerikli bileşenler yerine hafif malzemelerin kullanılmasıyla gerçekleştirilebileceği bilim insanları tarafından kabul edilmiş bir durumdur [2-6].

Magnezyum alaşımları demir esaslı alaşımlardan yaklaşık %77 ve alüminyum alaşımlarından %33 daha hafiftir. Bu avantaj magnezyum alaşımlarının özellikle otomotiv sanayinde ağırlık azaltma ve bu sayede daha düşük karbondioksit emisyonu için çok önemli bir yere sahip olmasına neden olmaktadır. Fakat alüminyum alaşımları ile karşılaştırıldığı zaman daha düşük mekanik özellikler kullanımlarını sınırlamaktadır. Bu nedenle birçok bilim insanı magnezyum alaşımlarının geliştirilmesi için çeşitli çalışmalar gerçekleştirmektedir. Çeşitli alaşım elementi ilavesi ile yeni alaşım dizaynı etkili mukavemet artırma yöntemlerinden birisidir.

Günümüzde magnezyum elementine alkali metaller (Ca, Sr gibi) veya nadir toprak metalleri (Ce, La, Y gibi) ilave edilerek mekanik özellikler iyileştirilmeye çalışılmaktadır [6-11]. Bu çalışmada Mg-4Sn-1Y ana alaşım olarak seçilmiş ve farklı ağırlık oranlarında zirkonyum ilavesi gerçekleştirilmiştir. Zirkonyum ilavesinin ana alaşımın mikroyapısını ve mekanik özelliklerini (sertlik ve çekme) nasıl değiştirdiği incelenmiştir.

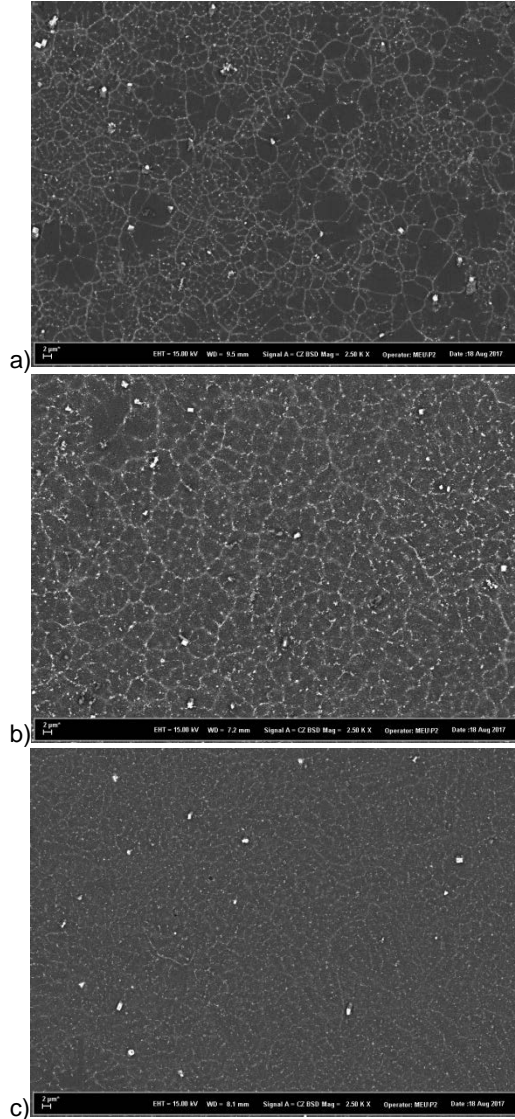
2. Deneysel Çalışma

Bu çalışmada Mg-4Sn-1Y, Mg-4Sn-1Y-0,05Zr ve Mg-4Sn-1Y-0,1Zr alaşımları SiC pota içerisinde indüksiyon ergitme fırınında hazırlanmıştır. Alaşımların hazırlanması için saf Mg, Sn metali, Mg-30Y ve Mg-30Zr master alaşımları kullanılmıştır. Saf Mg metali 750°C sıcaklığa getirildikten sonra yttrium ve zirkonyum ilave edilmiş ve dökümden önce kalay ilavesi gerçekleştirilmiştir. Ergitme gerçekleştirildikten sonra 100 Ton kapasiteli soğuk kamaralı basınçlı döküm cihazı kullanılarak alaşımlar katılaştırılmıştır. Ergitme ve döküm esnasında oksitlenmenin minimum olması için koruyucu atmosfer (%0,2SF₆ + %99,8CO₂) kullanılmıştır.

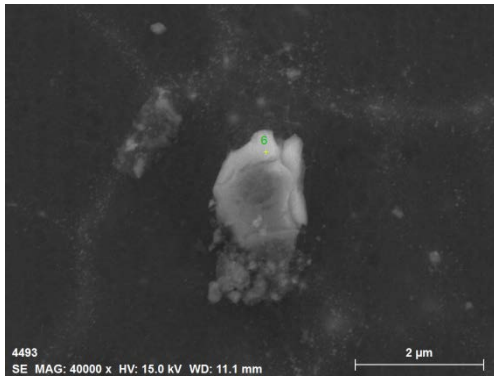
Standart metalografi işlemleri kullanılarak mikroyapılar hazırlanmıştır. Mikroyapı incelemeleri için yüksek çözünürlüklü taramalı elektron mikroskobu (FE-SEM) kullanılmıştır. Sertlik testleri için 31,25 kg yükte Brinell sertlik yöntemi kullanılmıştır. Çekme Testleri için numuneler ASTM E8M standardına uygun olarak hazırlanmış ve 0,2 mm/dak. hızda çekme deneyleri gerçekleştirilmiştir. Her bir deney 4 defa tekrarlanmış ve ortalaması alınmıştır.

3. Sonuçlar ve Tartışma

Üretilen alaşımların mikroyapı görüntüsü Şekil 1(a-c)'de görülmektedir. Şekil 2'de ise Mg-4Sn-1Y alaşımının EDS analiz sonucu görülmektedir. Muthuraja ve arkadaşlarının Mg-3Sn-1Y alaşımı ile yapmış oldukları mikroyapı çalışmasında alaşımın α-Mg Mg₂Sn ve Sn₃Y₅ intermetalik fazlarından oluştuğu rapor edilmiştir[12]. Şekil 1 (a)'da Mg-4Sn-1Y alaşımının genel mikroyapısı görülmektedir. Şekil 1 ve Şekil 2'deki atomik oranlar göz önüne alındığı zaman Mg-4Sn-1Y alaşımı α-Mg daneleri ve bu daneleri çevreleyen Mg₂Sn ve Sn₃Y₅ intermetalik fazlarından oluştuğu düşünülmektedir. Ayrıca, Zr ilavesi ile ana alaşımın dane boyutu küçülmüştür (Şekil 1).



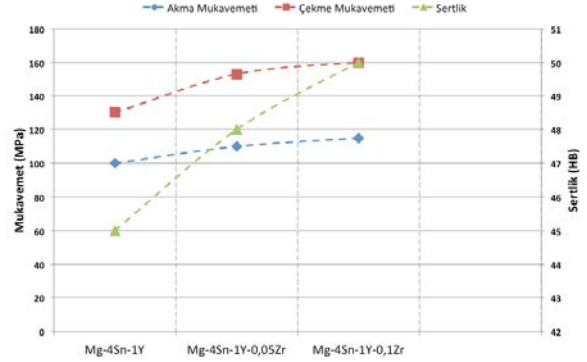
Şekil 1. FE-SEM görüntüsü; a) Mg-4Sn-1Y, b) Mg-4Sn-1Y-0,05Zr, c) Mg-4Sn-1Y-0,1Zr



Şekil 2. Mg-4Sn-1Y alaşımlarının EDS analizi (Atomik oranlar; Mg:53.38, Y:25.27, Sn:21.35)

Alaşımların sertlik, akma ve çekme mukavemeti değerleri Şekil 3 'de görülmektedir. Mg-4Sn-1Y alaşımlarının sertlik değeri 45 HB elde edilmiştir. Ağırlıkça 0,05 Zr ve 0,1 Zr ilavesi ile sertlik değerleri sırasıyla 48 ve 50HB bulunmuştur. Çekme testi sonucu alaşımların

akma ve çekme mukavemeti değerleri elde edilmiştir. Mg-4Sn-1Y alaşımlarının akma ve çekme mukavemeti sırasıyla 100 ve 130 MPa bulunurken ağırlıkça %0,05 Zr ilavesi ile ana alaşımların akma mukavemeti %10 iyileşme ile 110 MPa ve çekme mukavemeti yaklaşık %17 artış ile 153 MPa elde edilmiştir. Ağırlıkça %0,1 Zr ilavesi ile ise akma mukavemeti %15 artış ile 115MPa ve çekme mukavemeti %23 artış ile 160 MPa bulunmuştur.



Şekil 3. Alaşımların sertlik, akma ve çekme mukavemeti değerleri.

Mg-4Sn-1Y alaşımlarının sertlik, akma ve çekme mukavemetindeki iyileşme genel olarak Zr ilavesiyle elde edilen dane boyutundaki azalmaya bağlanabilir. Dane boyutunun azalmasıyla dane sınırları artmış ve dislokasyon hareketlerini kısıtlamıştır.

Kaynaklar

[1] Mayyas A; Qattawi A; Omar M; Shan, D; Design for sustainability in automotive industry: A comprehensive review, Renewable and Sustainable Energy Reviews, Vol. 16, p. 1845-1862, 2012.

[2] Blawert C; Hort N; Kainer K. U; Automotive applications of magnesium and its alloys, Trans. Indian Inst. Met., Vol. 57, No. 4, p. 397-408, 2004.

[3] Pekguleryuz M.,O; Kaya A; Creep resistant magnesium alloys for powertrain applications, Advanced Engineering Materials, 5, No 12, p. 866-878, 2003.

[4] Li S; Tang B; Zeng D; Effects and mechanism of Ca on refinement of AZ91D alloy, Journal of Alloys and Compounds, 437, p. 317-321, 2007.

[5] Kainer, K.U., Magnesium Alloys and Technology, 2003.

[6] Friedrich H; Mordike B; 'Magnesium Technology' 2006.

[7] Liu G; Wang Y; Fan Z; A physical approach to the direct recycling of Mg- alloy scrap by the rheo-diecasting process, Materials Science and Engineering A 472, p. 251-257, 2008.

[8] Lashgari H. R; Emamy M; Razaighian A; Najimi A; The effect of strontium on the microstructure, porosity

and tensile properties of A356-10%B₄C cast composite, *Materials Science and Engineering A* 517, p. 170-179, 2009.

[9] Jihua C; Zhenhua C; Hongge Y; Fuquan, Z; Microstructural characterization and mechanical properties of a Mg-6Zn-3Sn-2Al alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 467, p. 11-17, 2009.

[10] Cohen S; Dehm G; Phase formation precipitation and strengthening mechanisms in Mg-Zn-Sn-Ca Alloys, *Magnesium Technology*, p. 301-305, 2004.

[11] Zhang D; Bu F; Li X; Guan K; Effects of minor Sr addition on the microstructure, mechanical properties and creep behaviour of high pressure die casting AZ91-0.5RE based alloy, *Materials Science and Engineering A*, Vol 693, p.53-59, 2017.

[12] Muthuraja C; Akalya A; Ahmed R; Ravi K; Experimental investigation and thermodynamic calculation of the phase equilibria in the Mg-rich region of Mg-Sn-Y alloys, *Journal of alloys and Compounds*, vol 695, p. 3559-3572, 2017.

THE EFFECTS OF THE ELECTRODE PRESSURE ON MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF THE RSW OF DP600 STEEL

ELEKTROD BASINCININ NOKTA DİRENÇ KAYNAKLI DP600 ÇELİĞİNİN MİKROYAPI VE SERTLİĞİNE ETKİLERİ

Muhammed ELİTAŞ^a, Bilge DEMİR^b, Ömür YAZICI^a

^a İmalat Mühendisliği Bölümü, Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye, E-posta: melitas@karabuk.edu.tr

^b Makine Mühendisliği Bölümü, Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye

Özet

Bu çalışmada DP600 otomotiv sac çeliğinin sabit kaynak akımı ve sabit kaynak süresinde, 5 farklı elektrot basıncı için nokta direnç kaynaklı birleştirmeleri gerçekleştirilmiş, elektrod basıncının mikroyapı ve sertliğe olan etkileri araştırılmıştır. Mikroyapı ve sertlik, malzeme özelliklerine ve başta ısı girdisi olmak üzere kaynak parametrelerine bağlı olarak değişmektedir. Elektrod basıncı, nokta direnç kaynağı (NDK) işlemi süresince kaynak temas yüzeyi ve ısı transferine etki etmektedir. Bu iki faktör makroyapı-mikroyapı-mekanik özellikler ilişkisi dolayısıyla kaynak performansı üzerinde çok etkilidir. Deneysel sonuçlar, NDK termal gradyanının tersine malzeme sertliğinin ana metal, ITAB ve kaynak metali boyunca arttığını göstermiştir. İlave olarak NDK baskı kuvvetinin artması ile de DP600 numunelerinin ITAB ve kaynak metalindeki martensit hacim oranı artmış ve bu doğrultuda sertliğinde artış görülmüştür. En büyük nugget çapı en yüksek NDK baskı kuvveti numunelerinde tespit edilmiştir. Ayrıca, sonuçlar ve literatür karbon eşdeğeri ve soğuma hızı açısından irdelenmiştir.

Anahtar kelimeler: DP600, NDK, mikroyapı, sertlik

Abstract

In this study, resistance spot welded joints were realized for 5 different electrode pressure in constant welding current and constant welding time of DP600 steel, the effects of electrode pressure on microstructure and hardness were investigated. Microstructure and hardness change depending on material properties and welding parameters, especially heat input. Electrode pressure acts on the welding contact surface and heat transfer during RSW. These two factors are very influential on welding performance due to the relationship between macrostructure-microstructure-mechanical properties. Experimental results have shown that, contrary to the RSW thermal gradients, the material hardness increases along the base metal, HAZ and weld metal. In addition, with the increase of RSW compressive strength, the volume ratio of martensite in HAZ and welding metal of DP600 samples increased and the hardness increased in this direction. The largest nugget diameter was detected at the highest RSW pressure force samples. In addition, the results and literature have been examined in terms of carbon equivalence and cooling rate.

Keywords: DP600, RSW, microstructure, hardness

1. Giriş

İleri dayanımlı çelikler yüksek dayanım özellikleri ile parça ağırlığının azaltılması-taşit ağırlık azalımı (yakıt tasarrufu), emniyetli performans gelişimi ve maliyet kazanımı gibi avantajlarından dolayı otomotiv endüstrisi başta olmak üzere birçok alanda kullanılmaktadır. Çift fazlı çelikler ekonomik ve teknolojik avantajları ile; ileri dayanımlı otomotiv sac çelik konseptinin en genel kullanıma sahip çeşididir [1].

Çift fazlı çeliklerde mikroyapı ana faz HMK yapılı ferrit ve ikinci faz HMT yapılı martensitten oluşmaktadır [2,3]. Martensit parçacıkları ferrit tane sınırlarında yer almaktadır. İleri dayanımlı çelik konseptindeki çeliklerin ortak genel özelliği sahip oldukları özel mikroyapılarıdır. Dolayısıyla bu mikroyapılarını etkileyen her türlü proses ve şartlar başta kaynak işlemleri olmak üzere performans açısından çok daha hassas ve önemlidir. Bu kapsamda, ileri dayanımlı çeliklerin nokta direnç kaynağı işlemleri araştırmacıların ilgisini çekmektedir. Otomotiv sanayisinde kullanılan çift fazlı çelikler özel bir ısıt ve soğuma tarzları-rotaları ile üretilmektedir. Dolayısıyla kaynak işlemlerindeki ısınma ve soğuma şartları muhakkak ciddi değişikliklere sebep olmaktadır. Bütün bu etkilerin her malzeme ve şartta ele alınması dikkat edilmesi açıklanması önemlidir.

Literatürden bu çalışmada ele alınan mikroyapı ve sertlik oluşumları için dikkat çekici bir ifade "Nokta direnç kaynağı neticesinde nugget ve ITAB'da kimyasal bileşimin ve sertleşebilirliğin bir neticesi olarak ana malzemeye göre martensit hacim oranı artmakta ve martensit boyutu büyümektedir" dir. Bu kapsamda olmak üzere mikroyapı bileşenleri (ferrit ve martensit) için "ana malzeme ve kaynak bölgesine göre ITAB bölgesinde daha iyidir" ifadesi kullanılmaktadır. Bu durum östenitin dönüşümünün tamamlanmamış olması ile açıklanmıştır. Çünkü östenit tanelerinin oluşumu tane büyümesi, martensit oluşumu ve termal çevrimle kısıtlanmaktadır [3-5]. Bazı araştırmacıların [3-5] ifade ettiği gibi ITAB bölgesinde fazla olan tane sınırları sertleşebilirliği düşürdüğü için büyük martensit oluşumunu engellemektedir. Bu faktörün etkisi alaşım içeriği ve soğuma hızı ile de ilgilidir. Dolayısıyla nokta direnç kaynaklarında mikroyapı değişimlerini iyi anlayabilmek için kaynak prosesi (kaynak ısı girdisi ve soğuma hızı vb.) dikkatli irdelenmelidir [6]. Gould ve diğerlerinin [5] bildirdiğine göre soğutma hızı, 2000 C°/s

(2 mm için), 10^5 C°/s (0,5 mm'den azsa) aralığında değişmektedir. Bu soğutma hızları, DP çelikleri için kaynak ve ITAB bölgelerinde martensit oluşumu için genelde gerekli soğuma hızlarından (40-120 C°/s) yüksek olduğu için yapı martensitten oluşabilmektedir [5].

Çelikler için kritik soğuma hızı şu eşitlik ile belirlenmektedir [7];

$$\log V = 7.42 - 3.13C - 0.71Mn - 0.37Ni - 0.34Cr - 0.45Mo \quad (1)$$

Kritik soğuma hızından daha yüksek soğuma hızlarında karbon difüzyonu için yeterli süre bulunmamaktadır. Bu yüzden, kaba martensit taneleri ile birlikte martensit partikülleri arasında düşük miktarlarda kalıntı östenit ve beynit fazları da bulunmaktadır [8]. Yüksek soğuma hızları sonucunda kaynak bölgesinde meydana gelen martensit fazı kırılğan bir yapı meydana getirebilmektedir [4]. İlave olarak çift fazlı çeliklerde karbon oranı genel olarak %0.05-0.2 aralığında değişmektedir ve mangan oranı %1.5'den fazladır. Daha yüksek karbon ve mangan içeriği DP600 için daha yüksek sertlik anlamına gelmektedir [9].

Isının söz konusu olduğu çelik kaynak işlemlerinde kimyasal bileşime bağlı olarak kaynak kabiliyeti ve esasen sertleşme ve gevrekleşme için "CE" terimi çok geçerli bir yaklaşımdır. Birçok araştırmacı, en ideal CE formülünü belirlemek için çalışma yapmaktadır. Bu çalışmalar da ileri dayanımlı çeliklerin karbon eşdeğerliği ile kaynak bölgesinin sertliği arasında doğrusal bir ilişki bulunduğunu vurgulamaktadır. Bu çalışmalar içerisinde Yurioka ve arkadaşları [10], tarafından geliştirilen karbon eşdeğerliği formülü birçok ileri dayanımlı çeliğe uygulanabildiği için dikkat çekicidir ve akademik kullanımının yaygın olduğu gözlemlenmektedir [11,28].

$$CE_Y = C + A(C) \times \left\{ 5B + \frac{Si}{24} + \frac{Mn}{6} + \frac{Cu}{15} + \frac{Ni}{20} + \frac{Cr + Mo + Nb + V}{5} \right\} \quad (2)$$

ve A(C) şu şekilde hesaplanmaktadır;

$$A(C) = 0.75 - 0.25 \tanh\{20(C - 0.12)\}$$

CE_Y, Yurioka karbon eşitliğidir ve A(C) konaklama-uyum faktörüdür. Eşitlik 2 konaklama-uyum faktörü içermekte, karbon oranı %0.08'den daha düşük olduğunda 0.5'e yaklaşmakta ve karbon içeriği %0.18'in üzerinde olduğunda 1.0'a artmaktadır. CE_Y, karbon içeriği 0.02 ve 0.2 aralığında değişen çelik alaşımları için uygulanabilmektedir. Eşitlik 2'ye göre kaynak bölgesinin sertliği, kimyasallar zenginleştikçe daha yüksek karbon eşdeğerliği değerleri meydana getirdiği için artmaktadır. CE_Y kaynak bölgesinin sertliği ile ana metalin kimyası arasında doğrusal ilişki göstermektedir. Kaynak bölgesinin sertliği ile karbon eşdeğerliği arasında çıkarılan doğrusal ilişki ise şu şekildedir [11];

$$HV_{FZ} = 630CE_Y + 188 \quad (3)$$

Eşitlik 3, nokta direnç kaynaklı birleştirmelerde kaynak bölgesinin sertliğini belirlemek için geliştirilmiş metot sunmaktadır. Eşitlik 3, ileri dayanımlı çeliklerin üretiminde kullanılan çeşitli alaşım elementleri için

kaynak bölgesinin sertliğini hesaplamaktadır. Yurioka CE eşitliği kullanılarak (geniş kimyasal aralığı için konaklama-uyum faktörü içeren) nokta direnç kaynağında kaynak bölgesinin sertliği ve kimyasallar arasında daha güvenilir bir ilişki elde edilmektedir.

Sonuç olarak; NDK işlemi boyunca yüksek soğuma hızı ve daha yüksek karbon ve mangan içeriği DP600 çeliğinin ITAB ve kaynak bölgelerinde martensit oluşumuna neden olmakta ve numunenin sertliğinde artış görülmektedir. Yüksek soğutma oranı ve alaşım elementlerinin yüksek oranı kaynak bölgesinin sertliğinin ana metale göre yaklaşık 2 kat daha fazla olmasına neden olabilmektedir [1].

Sertlik, diğer malzeme özellikleri ile orantılı bir özelliktir. Sertlik üzerine yapılan araştırmalar, malzemelerin diğer özelliklerindeki değişimler hakkında bilgi sağlamaktadır. Sertlikteki artış, dayanımı arttırmakta, fakat sertlik arttıkça kaynak bölgesi etrafında kırılğan bölge oluşacağı için süneklik azalmaktadır. Sertlik verisi, malzemelerin kalıntı gerilme durumu ve özellikleri hakkında bilgi sahibi olmak için de kullanılabilir [12]. Öneme binaen bu çalışmada sertlik gelişimi üzerinde ayrıca durulmuştur.

Bu çalışmada, ticari DP600 otomotiv sac çeliğine sabit kaynak akımı ve kaynak süresinde farklı elektrod basınçları uygulanarak nokta direnç kaynağı işlemleri gerçekleştirilmiştir. Elektrod basınçlarının DP600 çeliğinin 3 farklı bölgesinin (ana metal, ITAB ve kaynak bölgesi) mikroyapı ve sertliğine olan etkisi incelenmiştir. Yurioka CE formülü kullanılarak kaynak bölgesinin sertliği belirlenmiş ve elde edilen sertlik sonuçları ile karşılaştırılmıştır. Kaynak bölgesi ve ITAB'da ana metale göre meydana gelen metalürjik değişimler ve bu değişimlerin DP600 çeliğinin sertliğine olan etkisi detaylı bir şekilde araştırılmıştır.

2. Deneysel Çalışmalar

2.1. Malzeme

Ticari DP600 otomotiv sac çeliği, 250x250 mm ebatlarında 1 mm kalınlığında sac tabakalar halinde temin edilmiştir. DP 600 çeliğinin mikroyapısı temel olarak ferrit ve martensit fazlarından oluşmakta ve küçük oranlarda beynit ve kalıntı östenit fazlarını içermektedir. Ticari DP600 otomotiv sac çelik malzemenin mikroyapısı ve kimyasal bileşimi sırasıyla Şekil 1 ve Çizelge 1'de gösterilmiştir.



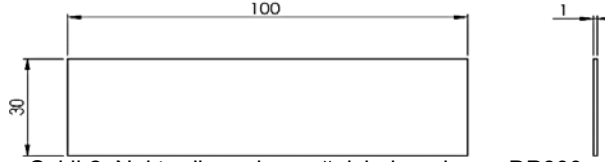
Şekil 1. DP600 çeliğinin mikroyapı görüntüsü

Çizelge 1. DP600 çeliğinin kimyasal bileşimi (%)

Malzeme	C	Si	Mn	S	Cr	Ni
DP600	0.077	0.253	1.86	0.006	0.177	0.012
	Al	Ti	V	Sn	Fe	
	0.127	0.002	0.004	0.006	97.472	

2.2. Nokta Direnç Kaynağı

Numuneler, nokta direnç kaynağı işlemi için EN ISO 14273 standartlarına göre belirtilen ölçülerde hazırlanmıştır. Numunelerin teknik resmi Şekil 2'de gösterilmiştir.



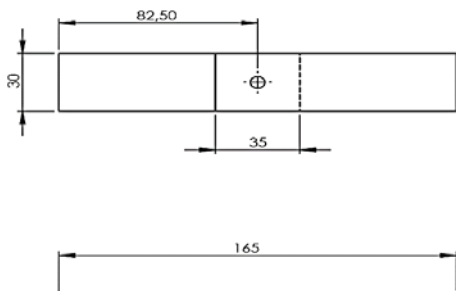
Şekil 2. Nokta direnç kaynağı için hazırlanan DP600 çelik sac numune

Bu çalışmada; numunelere 7 kA sabit kaynak akımında 8 mm düz konik uçlu bakır elektrotlar kullanılarak nokta direnç kaynağı işlemi uygulanmıştır [13]. Uygulanan elektrot basınçları ise sırasıyla 2,3,4,5 ve 6 bar'dır. Nokta direnç kaynakları, BAYKAL marka yarı otomatik, elektronik akım ve zaman kontrollü pnömatik basma donanımlı AC nokta direnç makinesinde su soğutmalı elektrotlarla, her elektrot basma kuvveti için üçer numune ele alınarak gerçekleştirilmiştir. Kaynak işlemi yapılırken numunelerin eksenlerinde sapma olmaması ve kıvrımların sıçramaması için ahşap kalıplar kullanılmış ve basma kuvvetinin sabitliği makinenin manometresinden kontrol edilmiştir. Isı girdisinin fazlalığından dolayı uçların su soğutma sistemi sürekli kontrol altında tutulmuştur. Çalışmada kullanılan NDK parametreleri Çizelge 2'de gösterilmiştir [1,11]. Zaman birimi çevrim cinsindedir (1 çevrim=0,02 sn).

Çizelge 2. NDK işlemi için kaynak parametreleri

Elektrot kuvveti, bar	Kaynak akımı, kA	Elektrot uç çapı, mm	İnme zamanı, çevrim	Sıkıştırma zamanı, çevrim	Kaynak zamanı, çevrim	Tutma zamanı, çevrim	Ayrılma zamanı, çevrim
2	7	8	15	35	20	10	15
3	7	8	15	35	20	10	15
4	7	8	15	35	20	10	15
5	7	8	15	35	20	10	15
6	7	8	15	35	20	10	15

Nokta direnç kaynaklı numunelerin şematik görünümü Şekil 3'te gösterilmiştir.



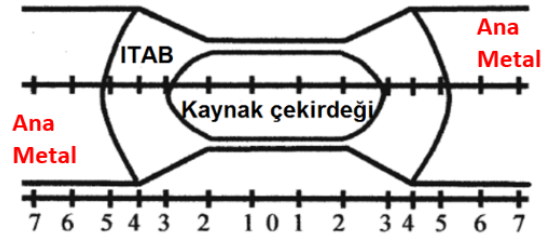
Şekil 3. Nokta direnç kaynaklı numunelerin resmi

2.3. Metalografi

Nokta direnç kaynaklı numunelerin transvers-geçiş bölgesi görünümüleri, standart metalografik usul takip edilerek incelenmek üzere hazırlanmıştır. Parlatılmış numuneler, %2 nital çözeltisi (%2 nitrik asit + %98 metanol) ile kısa süreli dağlama işlemine tabi tutulmuştur. Mikroyapı analizi, Nikon Epiphot 200 optik mikroskobu kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

2.4. Mikrosertlik Testi

Mikroyapı incelemelerinde kullanılan numuneler sertlik ölçümü için de kullanılmıştır. Mikrosertlik ölçümleri, Shimadzu marka Vickers sertlik ölçüm cihazı kullanılarak kaynak metali ve ITAB boyunca eksenlere paralel doğrultuda HV 0,2 (1,961 N) değerinde 15 saniye süreyle 2 mm aralıklarla yük uygulanarak gerçekleştirilmiştir [11,13]. Nokta direnç kaynaklı numunelerin düzlemsel sertlik ölçüm bölgeleri şematik olarak Şekil 4'te gösterilmiştir.



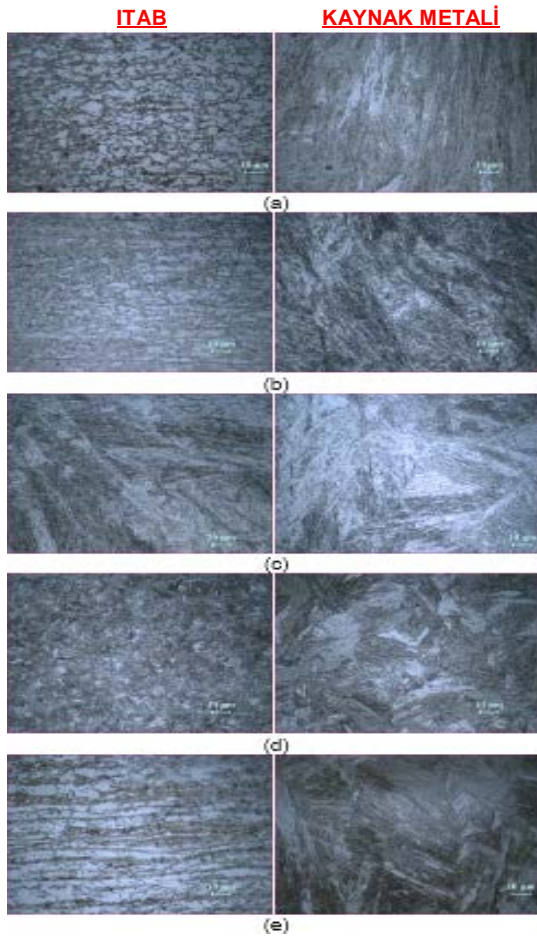
Şekil 4. Nokta direnç kaynaklı numunelerin düzlemsel sertlik ölçümü [14]

3. Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

3.1. Mikroyapı

Her türlü kaynak işlemlerinde kaynak özellikleri-performansına mikroyapının etkilerini anlamak için kaynak uygulanan alandaki ve diğer ana metaldeki kaynak bölgelerinde mikroyapısal değişimlerin anlaşılması önemlidir [11]. Bu çalışmada uygulanan 7 kA kaynak akımında ve farklı elektrot basınçlarında ITAB ve kaynak metalinde meydana gelen değişimleri gösteren mikroyapı fotoğrafları Şekil 5'te gösterilmiştir. Literatürle paralel olarak; nokta direnç kaynağı işleminden sonra tüm elektrot basma kuvvetlerinde mikroyapının düşük miktarda beynit ve ağırlıklı olarak ferrit ve martensit fazlarından oluştuğu görülmektedir [2,9,15-22]. Kullanılan numuneler ince sac ve NDK elektrotları su soğutmalı olduğu için kaynak bölgesindeki soğuma hızı oldukça yüksek olduğundan bundan mütevellit ve diğer bir ifade ile karbon difüzyonu için yeterli zaman olmadığından kaynak metali ve ITAB'da yapı düşük miktarda beynit ve ağırlıklı olarak martensit fazından oluşmaktadır [9,23-25]. Genel olarak, bütün elektrod basma kuvvetlerinde martensit hacim oranları ana metal, ITAB ve kaynak metali boyunca artmaktadır. Çünkü kaynak bölgesine doğru östenit içinde çözünen ferrit oranı artmakta ve kaynak sonrası hızlı soğutma gerçekleştiği için bu durum martensit hacim oranını arttırmaktadır [11]. ITAB dört alt gruba ayrılmaktadır: çok kritik olmayan bölge, kritik bölge, ince taneli bölge, kaba taneli ısınan etkilenen bölgedir. Kritik olmayan bölgede zirve sıcaklığı A_c ,

değerinin altında olduğu için martensit temperlenmesi meydana gelmektedir [11,26,27]. Kritik ITAB için zirve sıcaklığı Ac_1 - Ac_3 aralığında değişmektedir. Zirve sıcaklığının artması östenit fazının artmasına neden olmakta; östenit fazı da hızlı soğutma hızından dolayı martensite dönüşmektedir. İnce taneli ITAB'da zirve sıcaklığı Ac_3 değerini geçer ve kısa süre tutulur ve tanelerin daha fazla büyümesi için zaman azdır. Kaba taneli ITAB'da zirve sıcaklığı Ac_3 değerinin oldukça üzerindedir ve ince taneli ITAB'a göre östenit tanelerinin kabalaşması için geniş zamana sahiptir. Kaynak bölgesinde ise zirve sıcaklığı sıvı fazını aşmaktadır. Eritilmiş ana metaller döküm yapıya dönüşmektedir. Alaşım elementlerinin etkisinden dolayı, katı/sıvı ön çözeltideki difüzyon, yapısal aşırı soğumayla sonuçlanır. Hızlı soğuma oranı, yüksek sıcaklık gradyanına (değişimine) neden olur [28].



Şekil 5. Farklı elektrot basınçları için mikroyapı resimleri a) 2 bar b) 3 bar c) 4 bar d) 5 bar e) 6 bar

Şekil 5'te görüldüğü gibi elektrot basıncı arttıkça ITAB ve kaynak bölgesinde martensit hacim oranının arttığı gözlenmiştir. Ancak ITAB bölgesinde 4 bar elektrot basıncında 3 bar değerine göre ani bir artış meydana

gelmiş ve 5 bar elektrot basıncına göre daha yoğun martensit fazı içerdiği görülmüştür. Kaynak metalinde ise, 4 bar elektrot basıncında 3 bar elektrot basıncına göre martensit hacim oranında düşüş olduğu gözlenmiştir. Zirve sıcaklığı ve soğutma hızı martensit miktarını belirlemektedir [28].

Esasen östenit hacim oranının artması ani ısınma ve sıcaklık artışına bağlı olarak gerçekleşmektedir. Hızlı ısınmadan dolayı Ac_1 ve Ac_3 sıcaklıkları olduklarından yüksek sıcaklıklara ötelenmektedir. Ayrıca östenit oluşum hızının zaman almasından dolayı A1-A3 sıcaklık aralığı daha geniş ve yüksek sıcaklıklarda gerçekleşmektedir [29-31].

3.2. Mikrosertlik Sonuçları

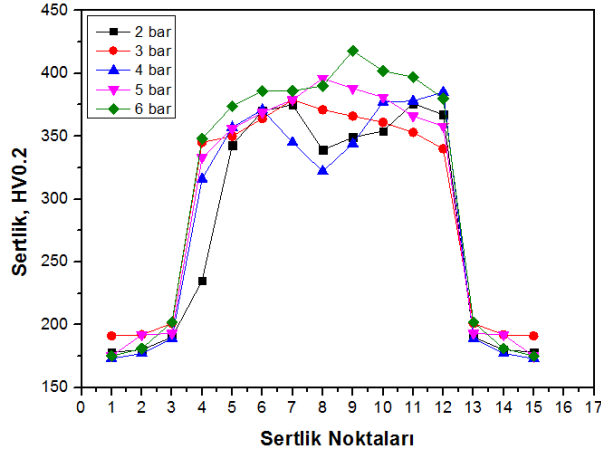
7 kA kaynak akımında, 20 çevrim kaynak süresinde 8 mm uç çapındaki bakır alaşımlı elektrotlar ile 2,3,4,5 ve 6 bar elektrot basma kuvvetlerinde gerçekleştirilen nokta direnç kaynak numunelerinden elde edilen sertlik sonuçları Çizelge 3'te ve grafiksel olarak Şekil 6'da gösterilmiştir.

Bu sonuçlardan görüldüğü gibi tipik olarak ileri dayanımlı çelikler ve çift fazlı çeliklerde kaynak sonrası kaynak bölgesinde sertlik oldukça artmaktadır. Bu sertlik artışı ani ve yaklaşık 2 kat olabilmektedir. Klasik olarak sertlik artışı dayanım artışına getirmektedir. Lakin gevrekleşme ve toklukta düşüş sebepleri çok kritik bir rol oynamaktadır. Dolayısıyla özelliklerini sahip oldukları mikroyapı bileşenlerinden alan ileri dayanımlı çelik konseptinde sertlikle beraber metalürjik yapının iyi analiz edilmesi ve anlaşılması elzemdir [29-31].

Literatürde ticari DP600 otomotiv sac çeliğinin NDK kaynak işlemlerinden sonra kaynak bölgesinde ortaya çıkan sertlik değerleri incelendiğinde şu sonuçlar elde edildiği görülmüştür. Ma ve arkadaşları [1] kaynak bölgesinin sertliğini 420 HV, Khan ve arkadaşları [11] farklı kaynak parametreleri altında gerçekleştirdikleri NDK işlemleri sonucunda kaynak bölgesinin sertliğini 350-400 HV aralığında bulmuştur. Zhang ve arkadaşları [28] kaynak bölgesi sertliğini 361 HV, Xu ve arkadaşları [32] ise 340-370 HV aralığında olduğunu ifade etmiştir. Long ve Khanna [33] ise kaynak bölgesinin sertliğini 420 HV bulmuştur. Ticari DP600 otomotiv sac çeliğine farklı elektrot basınçları uygulanarak gerçekleştirilen NDK işlemleri sonucunda kaynak bölgesi sertlik değerleri ortalama 350-400 HV aralığında bulunmuş ve literatürle benzer sonuçlar elde edildiği görülmüştür. Kaynak bölgesi sertlik sonuçları arasında gözlenen düşük orandaki farklılık ise çalışmalarda kullanılan çeliklerin kimyasal bileşiminde ve soğuma hızlarındaki farklılıklara atfedilebilir [9].

Çizelge 3. Farklı elektrot basınçlarında elde edilen sertlik değerleri

Bar	Ana Metal			ITAB			Kaynak Bölgesi					ITAB			Ana Metal		
2	178	180	190	235	343	370	375	339	349	354	376	367	190	180	178		
3	191	192	201	345	350	364	379	371	366	361	353	340	201	192	191		
4	173	177	189	316	357	371	345	322	344	377	378	385	189	177	173		
5	175	192	193	333	356	369	379	396	388	381	366	358	193	192	175		
6	175	181	202	348	374	386	386	390	418	402	397	380	202	181	175		



Şekil 6. 7 kA kaynak akımında farklı elektrot basınçlarında elde edilen sertlik değerleri

Çelikler için martensitik dönüşüm genel ve temel sertleşebilirlik yeteneğine bağlı bir sertleşme mekanizmasıdır. Çeliklerde ortaya çıkan bu martensitik yapı; sahip olduğu unmobile (hareketsiz) dislokasyon yapısı, hacimce genişleme ve kayma-pekleşme, ikizlenme vb. sebepler ile kayma dislokasyonunu engellediği için aşırı derecede sert ve gevrektrir. Sertleşebilirlik kabiliyeti yüksek olan çeliklerin özellikle ileri dayanımlı çeliklerin kaynak işlemi boyunca hızlı ısıtma ve soğutma çevrimi martensitik dönüşüme neden olmakta ve ana metale göre kaynak metali ve ITAB'da sertleşme meydana gelmektedir [9]. Ana metale yakın kritik olmayan ITAB bölgesinde ise martensit temperlenmesinden kaynaklanan yumuşama bölgeleri bulunmaktadır [28].

Şekil 5'teki mikroyapı resimlerinden görülebileceği gibi; tüm elektrod basma kuvvetlerinde NDK numuneleri kaynak metali martensitten oluşmaktadır. Bu yapı aynı zamanda dönüşüm rotasına bağlı olarak az miktar beynit ve %2- 9 oranında kalıntı östenit de içermektedir [29-31]. Kaynak metaline yakın ITAB'da yapı ağırlıklı olarak martensit ve çok az miktarda ferrit ve beynit fazlarından oluşmaktadır. Kaynak metalinden ana metale doğru gidildikçe martensit oranı azalmakta ferrit miktarı ise artmaktadır. Bu bölgelerde görülen yüksek martensit esasen östenit oluşumu ve kısmi östenit oluşumu gibi metalürjik mekanizmaların bir sonucudur. Çift fazlı yapıdan hızlı ısıtma şartlarında nuggetta tamamen östenit elde edilip bunun bozunması ile metalürjik yapı oluşurken termal gradyana bağlı olarak nuggettan ana metale gidildikçe östenit miktarı azalırken ferrit miktarı artmaktadır. Östenitin dönüşümü sürekli soğuma şeklindedir ve hem beynit hem de martensit oluşması mümkün olmaktadır. Kalıntı östenit ise alaşım elementleri ve soğumanın bir sonucudur. Diğer bir ifade ile östenit miktarı kaynak metaline doğru östenit içinde çözünen ferrit oranı artması ile artmakta ve kaynak sonrası hızlı soğutma gerçekleştiği için de ana metale kıyasla martensit hacim oranı yüksek çıkmaktadır. Bu doğrultuda da kaynak metalinin sertliğinin ana metale göre daha yüksek olduğu görülmektedir [1,11,15,25]. Isı girdisi arttığında martensit fazında daha yüksek miktarda deformasyon indüklenmesinin meydana gelmesi daha yüksek sertliğin elde edilmesini sağlamaktadır [9]. Callister W. D. [34] bildirdiği kurala göre; martensit sertliğinin,

%0.05 kütle yüzdesini aşan karbon içeriği için 350 HV'nin üzerinde olması beklenmektedir. Bu çalışma sonuçları bu kuralı doğrulamaktadır. Genel olarak bu çalışmada tüm elektrod basma kuvvetlerinde elde edilen kaynak metali sertlik değerleri ifade edilen kural doğrultusunda ve martensit sertlik aralığının içindedir [34].

Şekil 6 incelendiğinde, görülebileceği gibi genel olarak sertlik değerleri mikroyapının bir sonucu olarak ana metal, ITAB ve kaynak metali boyunca sırasıyla artmaktadır. Nugget boyunca kenardan merkeze doğru genelde artan bir sertlik özelliği varken 2 ve 4 bar numunelerinde nugget merkezinde sertliğin azaldığı düşüldüğü görülmektedir. Bu durum Xu vd. [32], tarafından bildirildiği gibi alaşım elementleri dağılımı ve termal geçmişi sonucunda daha küçük tane boyutunun bir fonksiyonu olarak açıklanabilir. Aynı zamanda bölgesel kalıntı östenitler bu kısımlarda sertliğin düşmesine sebep olabilir [32].

Elektrod basıncı arttıkça özellikle ısı girdisi ve nugget incelmeye bağlı olarak ısınma-soğuma-östenit oluşumu-sertleşebilirlik, martensitik dönüşümün bir sonucu olarak, ITAB bölgesinde ve kaynak metalinde martensit hacim oranı arttığı için sertlik değerleri de artış göstermiştir.

Ayrıca bu çalışmada, literatürde ilk defa özellikle elektrod basma kuvvetinin etkisini belirlemek için deneylerde kullanılan malzeme DP600 sac çeliğinin karbon eşdeğerliği, Yurioka ve arkadaşları [10], tarafından geliştirilen eşitlik (2) kullanılarak hesaplanmıştır. Yurioka ve arkadaşları özellikle kimyasal içeriğe bağlı olarak ileri dayanımlı çeliklerin kaynak işlemleri sonrasında sertlik değerlerini çözümlenmeye tahmin etmeye çalışmışlardır. Buradan elde edilen konaklama-uyum faktörü değeri 0.5759 ve karbon eşdeğerliği değeri 0.2828'dir. Eşitlik (3) kullanılarak kaynak bölgesinin sertlik değeri 366.164 olarak hesaplanmıştır. 3 bar elektrot basıncında, hesaplanan kaynak bölgesi sertlik değerine yakın bir değer elde edilmiştir. Beklenen sertlik değerine göre 2 ve 4 bar elektrot basınçlarında kısmen düşük sertlik değerleri elde edilirken, 5 ve 6 bar elektrot basınçlarında daha yüksek sertlik değerleri gözlenmiştir.

4. Genel Değerlendirme

Bu çalışmada galvaniz kaplı ticari DP600 sac çeliğinin sabit kaynak akımında (7kA) ve 5 farklı elektrot basıncında standart nokta direnç kaynaklı birleştirmeleri gerçekleştirilmiş, elektrod basma kuvvetinin bütün kaynak alanlarında mikroyapı ve sertliğe olan etkileri araştırılmıştır. İlave olarak literatürdeki optimizasyon eşitlikleri ile basma kuvvetinin ilişkisi ortaya konulmaya çalışılmıştır.

1. Basma kuvvetinin artması sabit kaynak akımı şartlarında nugget çapını arttırmaktadır.
2. Bütün NDK numunelerinde nugget-erimiş bölge martensit fazından oluşmaktadır. İlave olarak az miktar beynit ve kalıntı östenitte mevcuttur.

3. Genel olarak bütün NDK numunelerinde martensit hacim oranları sırasıyla ana metal, ITAB ve kaynak metali boyunca artmaktadır.
4. Yurioka eşitliği kullanılarak hesaplanan sertlik değeri 3 bar elektrot basıncı numunesinde kural dahilinde çıkmıştır. Bununla birlikte, daha yüksek baskı kuvveti numunelerinde ise (5 ve 6 bar elektrot basma kuvvetlerinde) daha yüksek sertlik değerleri tespit edilmiştir. Ayrıca hesaplanan kaynak bölgesi sertlik değerine göre 2 bar elektrot basıncı numunesinde daha düşük çıkmıştır.
5. Sertlik üzerinde baskı kuvvetine bağlı olarak ortaya çıkan erimiş bölge ve diğer bölgelerin büyüklüğü etkili olmaktadır.
6. Erimiş bölge nugget büyüklüğü ve martensit hacim oranı lineer değişmektedir.
7. Genel literatürde ifade edilen martensit sertlik değeri bu çalışmada da 350 HV değerinin üzerinde olduğu görülmüştür. Lakin yüksek baskı kuvvetleri ve yüksek sertlik değerleri dikkat çekicidir.

Teşekkür

Bu çalışmamıza destek olan Karabük Üniversitesi Rektörlüğü ve BAP proje koordinatörlüğüne teşekkür ederiz.

Kaynaklar

- [1] Ma, C; Chen, D.L; Bhole, S.D; Boudreau, G; Lee, A; Biro, E, Microstructure and fracture characteristics of spot-welded DP600 steel, *Materials Science and Engineering A*, 485, 334-346, 2008.
- [2] Technical Transfer Dispatch #6—Body Structure Materials, ULSAB-AVC Consortium, 2001.
- [3] Marya, M; Gayden, X.Q, *Weld. J.*, 84, 172-182, 2005.
- [4] Easterling K., *Introduction to the Physical Metallurgy of Welding*, second ed., Butterworth Heinemann, 1992.
- [5] Gould, J.E; Khurana, S.P; Li, T, *Weld. J.*, 85, 111-116 2006.
- [6] Tumulu M.D., *Great Designs in Steel Conference*, MI, pp. T4-8, 2006.
- [7] Easterling K.E., *Modeling the Weld Thermal Cycle and Transformation Behavior in the Heat Affected Zone*, *Mathematical Modeling of Weld Phenomena*, H. Carjack and K.E. Easterling, Ed., The Institute of Materials, London, 1993.
- [8] Kou S., *Welding Metallurgy*, second ed., Wiley Interscience, New York, 2002.
- [9] Pal, T.K; Bhowmick, K, *Resistance Spot Welding Characteristics and High Cycle Fatigue Behavior of DP 780 Steel Sheet*, *ASM International*, 21, 280-285, 2012.
- [10] Yurioka, N; Suzuki, H; Ohshita, S; Saito, S; *Welding Journal*, 62(6), 147–153, 1983.
- [11] Khan, M.I; Kuntz, M.L; Biro, E; Zhou, Y, *Microstructure and mechanical properties of resistance spot welded advanced high strength steels*, *Materials Transactions*, 49(7), 1629-1637, 2008.
- [12] Uzun, F; Bilge, A.N, *The effect of carbon content and submerged arc welding process on hardness of carbon steels*, *Journal for Foundations and Applications of Physics*, 4(1), 1-7, 2017.
- [13] Hayat, F; Sevim, İ, *The effect of welding parameters on fracture toughness of resistance spot-welded galvanized DP600 automotive steel sheets*, *Int J Adv Manuf Technol*, 58, 1043–1050, 2012.
- [14] Hayat, F; Demir, B; Acarer, M; Aslanlar, S, *Effect of weld time and weld current on the mechanical properties of resistance spot welded IF (DIN EN 10130 1999) steel*, *Kovove Materialy*, 47, 11-17, 2009.
- [15] Holovenko, O; Lenco, M.G; Pastore, E; Pinasco, M.R; Matteis, P; Scavino, G; Firrao, D, *Microstructural and mechanical characterization of welded joints on innovative high-strength steels*, *La Metallurgia Italiana*, 3, 3-12, 2013.
- [16] Williams N.T. and Parker J.D., *Int. Mater.*, Rev. 2, 45–75, 2004.
- [17] Chien, C.S; Kannatey, E; Asibu, Jr, *Weld. J.*, 81, 195-199, 2002.
- [18] Senkara, J; Zhang, H; Hu, S.J, *Weld. J.*, 83, 123–132, 2004.
- [19] Zhang, H, *Weld. Res. Suppl.*, 11, 373–380, 1999.
- [20] RWMA, *Resistance Welding Manual*, fourth ed., RWMA, Philadelphia, 1989.
- [21] Wang, G; Barkey, M.E, *Weld. J.*, 85, 84–90, 2006.
- [22] Marya, M; Gayden, X.Q, *Weld. J.*, 84, 172-182, 2005.
- [23] El-Sayed, M.E; Stawiarski, T; Frutiger, R, *Fatigue analysis of spot welded joints under variable amplitude load history*, *eng. fract. mech.*, 55(3), 363–369, 1996.
- [24] Gould, J.E; Khurana, S.P; Li T, *Prediction of microstructures when welding automotive advanced high-strength steels*, *Weld. J.*, 85, 111–116, 2006.
- [25] Gould, J.E; Khurana, S.P; Li, T, *Weld. J.*, 85, 111–116, 2006.
- [26] Zhang, H; Senkara, J, *Resistance welding: fundamentals and applications*, Taylor & Francis, New York, 2006.
- [27] Pouranvari, M; Asgari, H.R; Mosavizadch, S.M; Marashi P.H; Goodarzi, M, *Effect of weld nugget size on overload failure mode of resistance spot welds*, *Sci Technol Weld Join*, 12(2), 17–25, 2007.
- [28] Zhang, H; Wei, A; Qiu, X; Chen, J, *Microstructure and mechanical properties of resistance spot welded dissimilar thickness DP780/DP600 dual-phase steel joints*, *Materials and Design*, 54, 443–449, 2014.
- [29] Hayat, F; Demir, B, Acarer, M; Tensile Shear and Microstructural Properties of Resistance Spot Welded Low Carbon Mn-Ni Dual-Phase Steels, *Metal Science and Heat Treatment*, 49, 9-10, 484-489, 2007.
- [30] Demir, B; Erdogan, M, *The hardenability of austenite with different alloy content and dispersion in dual phase steels*, *Journal of Materials Processing Technology*, 208 1-3, 75-84, 2008.
- [31] Demir B., İncekar E., Dincel Ö., Elitaş M., *İleri dayanımlı çeliklerde nokta direnç kaynağı etkilerinin incelenmesi*, 4th International Conference on Welding Technologies and Exhibition (ICWET'16), 2016, Gaziantep.
- [32] Xu, J; Zhang, Y.S; Lai, X; Chen, G.L, *Experimental investigation of fatigue performance of spot welded dual phase sheet steels*, *Science and Technology of Welding and Joining*, 13(8), 726-731, 2008.
- [33] Long, X; Khanna, S.K, *Fatigue properties and failure characterization of spot welded high strength steel sheet*, *International Journal of Fatigue*, 29, 879-886, 2007.
- [34] Callister W. D., *Fundamentals of Materials Science and Engineering*, John Wiley and Sons Ltd, 2004.

EFFECT ON MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS PROPERTIES OF HEAT DISTRIBUTION DURING FRICTION STIR WELDING OF 7039 Al ALLOY

7039 Al ALAŞIMININ SÜRTÜNME KARIŞTIRMA KAYNAĞI SIRASINDA OLUŞAN ISI DAĞILIMININ MİKRO YAPI VE MİKRO SERTLİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ.

U.AVCI^a, Ş.TEMİZ^b

^a Kahramanmaraş Sütçü İmam University, Kahramanmaraş/Turkey, ogrtmugav@gmail.com

^b İnönü University, Malatya/Turkey, semsettin.temiz@inonu.edu.tr

Özet

Sürtünme karıştırma kaynağı birleştirme teknolojisi alanında önemli gelişimlerden biri olarak göz önüne alınmaktadır. Bu çalışmada 7039 Al numune levhalar, oda sıcaklığında sürtünme karıştırma kaynağı yöntemi ile birleştirilmiş ve birleştirme esnasında kaynak başlangıç ve bitiş noktalarına yakın bölgelere yerleştirilen termokupl uçları sayesinde ilerleme kenarı ve yığılma kenarında oluşan ortalama sıcaklıklar belirlenmiştir. Oluşturulan sıcaklık dağılım grafiği ve birleştirme zamanı dikkate alınarak kaynak dikişinin başlangıç, merkez ve bitiş bölgeleri belirlenerek, bu bölgelerin ortalama hangi sıcaklığa sahip olduğu tespit edilmiştir. Tespit edilen bu sıcaklığın, malzemelerin birleştirilme işleminin gerçekleştiği bölgelerde oluşturduğu etki, mikro yapı incelemelerinde ortaya konularak, sıcaklığın kaynak bölgelerinde oluşturduğu sertlik değerleri incelenmiştir.

Anahtar kelimeler: Sürtünme Karıştırma Kaynağı, 7039 Al alaşımı.

Abstract

Friction stir welding is considered as one of the important developments in the field of joining technology. In this study, 7039 Al sample plates were combined with the friction stir welding method at room temperature and average temperatures formed at the advancing and retreading side were determined by thermocouple tips located near the welding start and end points during welding. Based on the generated temperature distribution graph and joining time, the starting, center and ending zones of the welding seam were determined and the average temperature of these zones was determined. The effect of the detected temperature on the regions where the joining process of the materials takes place is determined in the microstructure analyzes and the hardness values of the heat generated in the welding zone are investigated.

Keywords: Friction Stir Welding, 7039 Al alloy.

1. Giriş

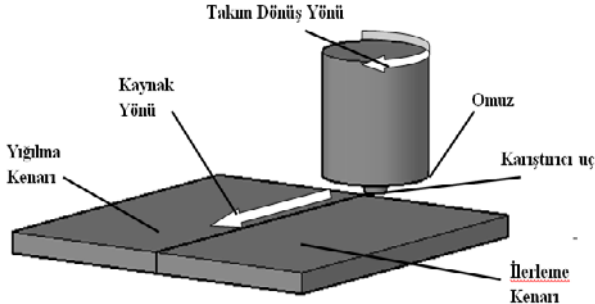
Günümüz teknolojisinde meydana gelen gelişmeler, ihtiyaçları karşılayabilecek üstün özelliklere sahip malzemelerin üretilmesini zorunlu kılmıştır. Üretilen bu malzemelerin kaynak edilebilirliği ve kaynak sırasında meydana gelen değişimlerinin incelenmesi aktif araştırma konusu olarak karşımıza çıkmaktadır. Alüminyum ve alaşımları düşük maliyetleri, düşük yoğunlukları, üstün soğutma özellikleri kolay üretimleri ve yüksek dayanımları nedeniyle cazip edici bir mühendislik malzemesidir. 7XXX serisi alaşımlar yüksek mukavemet ve kırılma dayanımları ve doğal yaşlanma ile dayanımlarını artırma özellikleri nedeniyle özellikle uzay ve savunma sanayisinde kullanılır [1]. 7039 Al alaşımı ısıtılabilir bir alaşımdır ve Mg(Zn,Al,Cu)₂ çökeltisinin çok iyi dağılımı sonucunda alaşım dayanıklılığı arttırılmaktadır [2]. Çizelge 1'de UNS standartlarına göre 7039 alüminyum alaşımının içeriği verilmektedir [3].

Sürtünme karıştırma kaynağı (SKK), alüminyum alaşımlarının birleştirilmesinde füzyon kaynak teknikleri ile ilgili kusurların çoğunu elimine eden füzyon olmayan kaynak tekniklerinden biridir. Şekil 1'de gösterildiği gibi SKK yöntemi, özel olarak tasarlanmış olan takımın, iki plakanın birleşim çizgisi boyunca kaynak edilecek malzemelere daldırılarak ilerlemesi ve aynı zamanda dönmesi vasıtasıyla sürtünme ısıyı meydana getirmesi ile gerçekleşir. Bunun sonucunda malzemelerin plastize edilmesiyle bir birleşim oluşur [4]. Takım uç kısmının malzeme içerisinde dönmesi ile birlikte dönüş yönünde plastize edilen malzemenin yığılması söz konusudur. Bu olay sonucunda oluşan kaynak bölgesinde yığılma kenarı denilmektedir. Takımın ilerlemesi sonucunda oluşan kaynak bölgesine ise ilerleme kenarı denilmektedir.

SKK özellikle geleneksel kaynak yöntemleri kullanılarak birleştirilmesi zor olan alüminyum ve alaşımlarının kaynağında başarılı bir performans sergilemektedir [5]. Alüminyum ve alaşımlarının SKK sırasında malzeme akışı ile ilgili [6,7], mekanik ve mikro yapı özelliklerinin gelişimi ile ilgili [8,9], kaynak parametrelerinin etkileri ile ilgili birçok yayın bulunmaktadır [10,11]. Bunun yanı sıra sadece birkaç araştırma alüminyum ve alaşımlarının SKK ile birleştirilmesi sırasında ana metalin kaynak işlemi öncesi ön ısıtmaya tabi tutulmasının mekanik özelliklere ve mikro yapıya etkisini araştırmıştır [1,12]. Yan ve arkadaşları SKK öncesi AA7050 ana metalinin başlangıç ısısının mekanik özellikler üzerine önemli etkileri olduğunu söylemiştir [13].

Çizelge 1. 7039 alüminyum alaşımının içeriği.

Mg	Zn	Mn	Cr	Si	Fe	Cu	Ti	Al
2.3 -3.3	3.5-4.5	0.10-0.40	0.15-0.25	0.30 max	0.40 max	0.10 max	0.10 max	Kalan

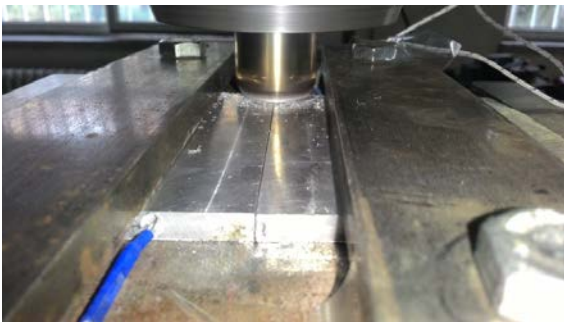


Şekil 1. Sürtünme Karıştırma Kaynağı Şematik Uygulaması.

Chen ve arkadaşları tavlama ve T6 ısıl işlemi uygulanan AA2219 alaşımının SKK ile birleştirilmesi sonucunda ana metalin, kaynak yapısı, kusurlar, çekme özellikleri ve kırılma bölgeleri üzerinde önemli etkilere sahip olduğunu ortaya koymuştur [14].

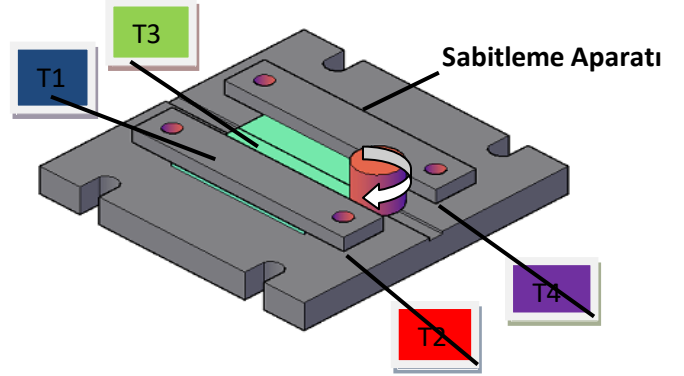
2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada, 80x100x5mm³ boyutlarında hazırlanan 7039 Al alaşımı levhalar, Şekil 2'de gösterildiği gibi önceden hazırlanmış olan sabitleme aparatına bağlandı. Kaynak sırasında sıcaklık değişimini takip edebilmek için kaynak başlangıç ve bitiş noktalarından 20 mm uzaklıkta 10 mm derinliğinde açılan deliklere Şekil 3'de verilen numaralandırma sistemi çerçevesinde termokupl uçları yerleştirildi. Levhaların yerleşmiş olduğu sabitleme aparatı dikey başlı universal freze tezgâhına bağlandı.



Şekil 2. Kaynak sırasında malzeme konumlandırılması.

Kaynak sırasında kullanılmak için üretilen iki parçalı takım, 30 mm çapında omuz ve 3 mm ters kılavuz uçtan oluşmaktadır. Takım ve dönme hızı 1500 dev/dak ve ilerleme hızı ise 25 mm/dak olarak ayarlanarak uç, omuzun malzemeye temas ettiği ana kadar malzemeye daldırıldı. Karıştırıcı ucun 7039 Al alaşım malzemeye temasından itibaren sıcaklık değerleri gözlemlenerek ilerleme verildiği andan, kaynağın bitiş anına kadar sıcaklık değerleri kaydedildi.



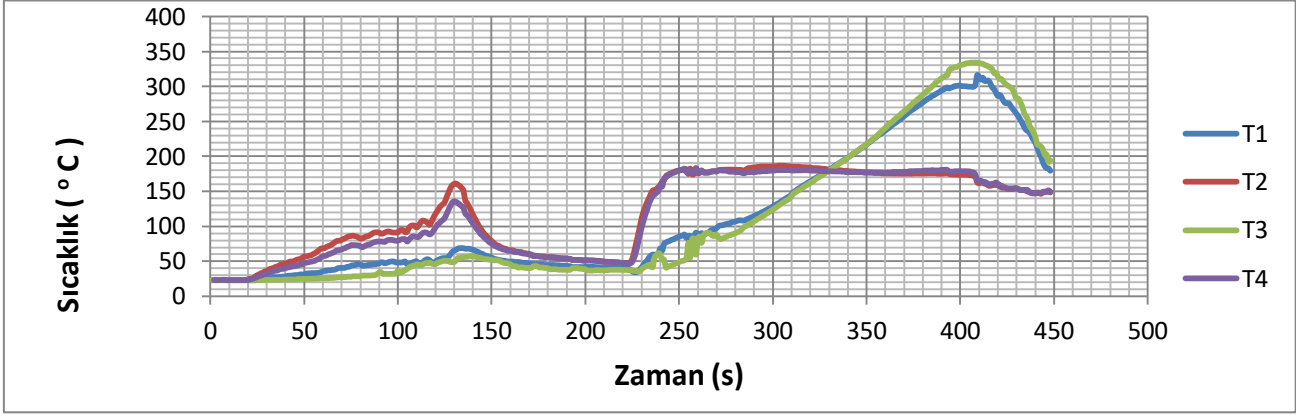
Şekil 3. Termokuplların yerleşimi.

Kaynaklı numuneler metalürjik incelemeler için farklı sıcaklık noktalarından enine kesitte kesildi. Zımparalama ve parlatma işleminden sonra Keller kimyasalında (1 ml HF, 1,5 ml HCl, 2,5ml HNO₃, 95 ml H₂O) dağlandı. LEICA DM4000M cihazda optik mikroskop ve Shimadzu GMV-20 cihazında 100 gr yük kullanılarak mikro sertlik ölçümleri yapılmıştır. Sertlik ölçümleri enine kaynak kesitinden 0,5mm aralıklarla alınmıştır.

3. Sonuçlar ve Tartışma

3.1.Sıcaklık Dağılımı

Oda sıcaklığında SKK yöntemi ile birleştirilen 7039 Al alaşımı levhaların kaynak merkezinin başlangıç ve bitiş noktalarından 20 mm uzaklığa yerleştirilen termokupllardan alınan sıcaklık değerleri grafik olarak Şekil 4'de verilmektedir. Karıştırıcı uç malzemeye temas ettiği anda T2 ve T4 sıcaklık değerlerinde hızla artış başlamış ve bu artış omuzun malzemeye teması ile maksimum değere ulaşmıştır. Bu sıcaklıklar yaklaşık olarak, ilerleme kenarına yerleştirilen T2'de 161.5 °C, yığılma kenarına yerleştirilen T4'de ise 135 °C olarak kaydedilirken sırasıyla aynı konumlara yerleştirilen T1'de 66 °C, T3'de 51 °C olarak kaydedilmiştir. Omuzun temas etmesinden sonra, takımın ilerlemesi ile birlikte net sıcaklığı kaydedebilmek için malzemenin soğuması beklenmiştir. Termokupl uçlarının bütün değerleri yaklaşık olarak 40 °C'ye düştüğünde takıma ilerleme verilerek kaynak işlemi başlatılmıştır. T2 ve T4'de ani bir sıcaklık artışı gözlemlenirken T1 ve T3'de yavaş bir artış olmaktadır. Takım ve malzeme sıcaklığı düşük olduğundan dolayı T2 ve T4'de ölçülen sıcaklık değeri yaklaşık olarak 183 °C olana kadar malzemeler arasında net bir birleşim gözükmemektedir. Sonrasında kaynak işleminde gözle görülür herhangi bir sorun gözlemlenmemekle birlikte, T1, T2, T3 ve T4 sıcaklıklarının yaklaşık olarak 180 °C'de eşitlendiği kaynak bölgesinde, birleşimin sorunsuz olduğu gözlemlenmiştir. Kaynak bitiminde sıcaklık değerleri T1'de yaklaşık olarak



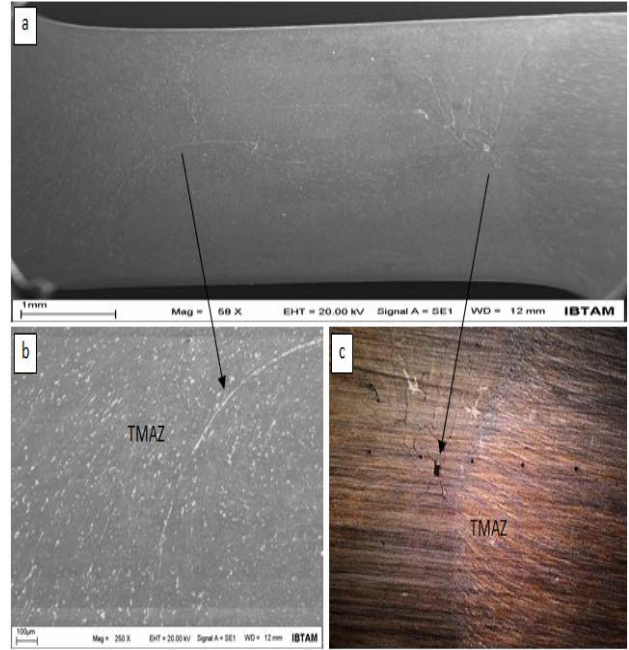
Şekil 4. Oda sıcaklığında SKK ile birleştirilen Al 7039 alaşımın sıcaklık dağılımı.

300 °C, T3' de yaklaşık olarak 330 °C olarak kaydedilmiştir. İlerleme kenarı ve yığılma kenarında oluşan sıcaklık farkları kaynağın başlangıç ve bitiş noktalarında yaklaşık 30 °C olarak gözlemlenmiştir. Kaynak işlemi sırasında ayrı bir termokupl ile yapılan ölçümde kaynak bölgesinde oluşan maksimum sıcaklık değerinin yaklaşık olarak 360 °C, takımında oluşan maksimum sıcaklık değerinin ise yaklaşık olarak 420 °C olduğu tespit edilmiştir.

Oda sıcaklığında yapılan SKK sıcaklık dağılım grafiği incelendiğinde, takım tarafından üretilen sıcaklığın kaynak bölgesi dışındaki ana malzemeye dağılması ile birlikte bir enerji kaybının söz konusu olduğu söylenebilmektedir. SKK uygulamalarında birleştirilen malzemelerin ısı iletkenlik değerleri bu enerji kaybı için değişkenlik göstermektedir. Böylelikle birleştirilecek her bir malzeme için sıcaklık dağılımının, kaynak bölgelerine etkilerinin tespit edilmesi uygulamanın kalitesi açısından gerekliliği artırmaktadır.

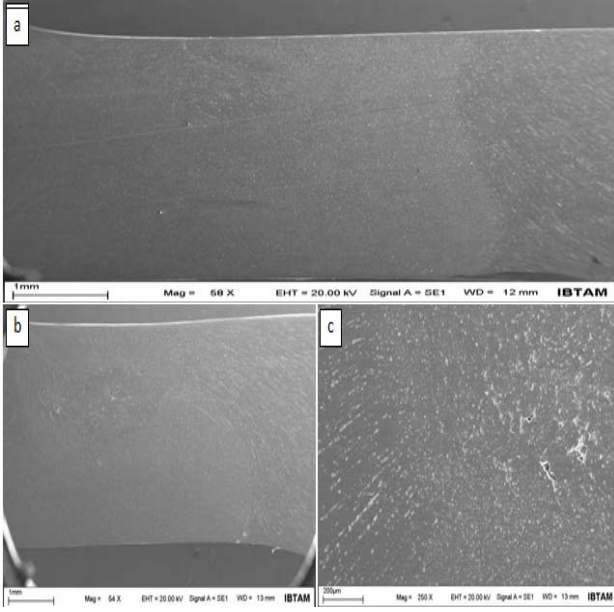
3.2. Mikro Yapı İncelemeleri

Oda sıcaklığında SKK ile birleştirilen levhaların birleşim başladıktan sonra başlangıç, bitiş ve merkez dikiş bölgelerinden alınan numuneler mikro yapı incelemeleri için hazırlanmıştır. Şekil 5' de kaynak başlangıç dikiş bölgesinden alınan numunenin SEM ve optik mikroskop görüntüleri verilmekte olup, Şekil 5a'da alınan numunenin genel görüntüsü verilmiştir. Bu görüntüde ilerleme kenarı bölgesinde, termo-mekanik etkilenen bölge (TMEB) ile karıştırma bölgesi sınırında, birleşme sorununun gerçekleştiği tespit edilmiş olup, Şekil 5b'de bu tespit net bir şekilde gösterilmiştir. Oluşan bu sorunun ana malzemedeki sıcaklığın dağılımından kaynaklanmış olduğu tahmin edilmektedir. Karıştırma bölgesinde yüksek sıcaklığa ulaşmış olan yapının, ısı iletkenliğinin yüksek olması nedeni ile sıcaklığını kaybetmiş 7039 Al ana malzemesindeki yapıyla uyuşmaması, yeterli sıcaklığa ulaşamadığı anlamına gelmektedir. Ayrıca yığılma kenarına yakın olan karıştırma bölgesinde boşluk ve çatlakların olduğu belirlenerek, bu kusurlar alınan optik mikroskop görüntüsü ile Şekil 5c'de ayrıntılı olarak verilmiştir.

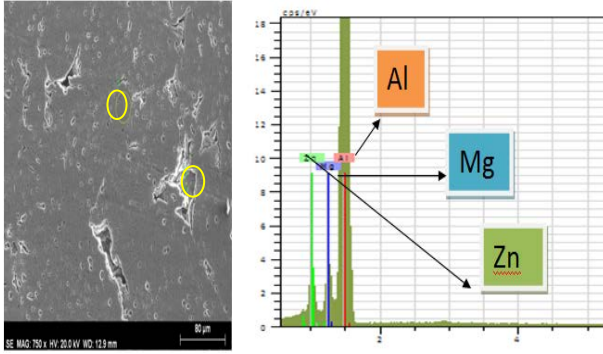


Şekil 5. Oda sıcaklığında SKK ile birleştirilmiş levhaların kaynak başlangıç dikiş bölgesinden alınan numunenin SEM ve optik mikroskop görüntüleri.

Şekil 6' da birleştirilmiş levhaların sırasıyla merkez dikiş bölgesinden ve kaynak bitiş bölgesinden alınan numunelerin genel görüntüsü verilmektedir. Şekil 6a'da gösterildiği gibi merkez dikiş bölgesinde herhangi bir birleşim sorunuyla karşılaşılmaştır. Bu bölge, malzemenin her iki ucunda sıcaklığın tamamen eşit olarak belirlendiği sırada birleşimin olduğu bölgedir. Kaynak bitiş dikiş bölgesinden alınan numunenin genel görüntüsünün verildiği Şekil 6b'de çok büyük kusurların olmadığı, ancak ayrıntılı incelemeler sonucunda Şekil 6c'de gösterilmekte olan basit birkaç boşluğun oluşmuş olduğu belirlenmiştir. Bu kaynak kusurlarının ısı dağılımı problemlerinden oluştuğu düşünülerek, yeterli ısıya ulaşılmadan yapılan SKK birleşimlerinin tamamında bu sorunlarla karşılaşmaktadır. Kaynak dikişi ortasından alınan numunede kusur gözükmemesinin nedeni, SKK sırasında karıştırıcı ucun bu bölgeye ulaşması ile birleştirilen levhaların başlangıç ve bitiş noktalarında sıcaklığın eşit olmasıdır. Şekil 4'de verilen sıcaklık dağılım grafiğinde bu sıcaklık değerinin yaklaşık olarak 185 °C olduğu görülmektedir.



Şekil 6. Oda sıcaklığında SKK ile birleştirilmiş levhaların merkez dikiş bölgesinden ve kaynak bitiş bölgesinden alınan numunelerin SEM görüntüleri.



Şekil 7. Karıştırma bölgesinden alınan EDX analiz sonucu.

Karıştırma bölgesi, ilerleme ve yığılma bölgeleri ve ana metalde yapılan EDX analizi sonuçları tamamen $Al_{13}Mg_{12}$

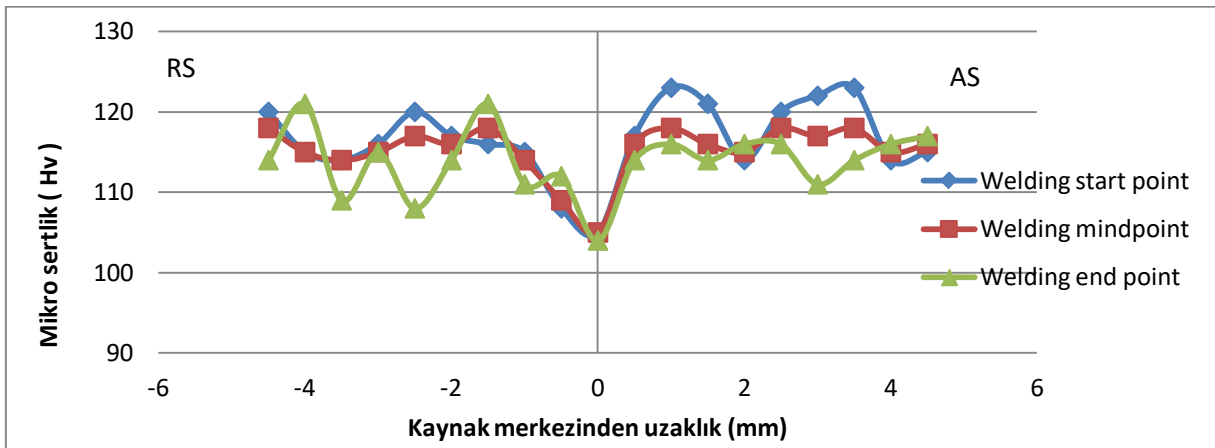
Zn_{30} bütünlüğünü korumuş olup, numunelerin hiçbir bölgesinde intermetalik bir bileşiğin oluşmadığı tespit edilmiştir. Oda sıcaklığında gerçekleştirilen SKK sonrasında karıştırma bölgesinde gerçekleşen çatlak ve boşlukların olduğu kısımdan alınan EDX analiz sonucu Şekil 7'de verilmektedir.

3.3. Mikro Sertlik Sonuçları.

Kaynak dikişinin başlangıç, bitiş ve merkez bölgesinden alınan numunelere uygulanan mikro sertlik deney sonuçları Şekil 8'de grafik olarak verilmiştir. Her dikiş bölgesi için yığılma kenarında bulunan ana metal yapısından başlayarak sırasıyla ısı tesiri altında kalan bölge (HAZ), termo-mekanik etkilenen bölge (TMAZ), karıştırma bölgesi ve ilerleme kenarındaki ters sıralı bölgelerden sertlik sonuçları alınmıştır. Şekil 5c'de siyah noktalar şeklinde görülmekte olan izler, sertlik ölçümünde oluşmuştur.

Grafikte belirtilen kırmızıçizgi, kaynak dikişinin merkez noktasından alınmış numuneye ait olup, bu bölgede malzeme başlangıç ve bitiş noktalarında sıcaklığın eşit olduğunu önceden belirtmiştik. Oluşturulan sertlik grafiğinde karıştırma bölgesinin merkezinde 105 Hv olan sertlik değeri TMAZ bölgesine yaklaştıkça artmakta ve hem ilerleme kenarı hem de yığılma kenarı TMAZ bölgelerinde yaklaşık olarak ortalama 118 Hv değerine ulaşmaktadır. Her iki kenarın HAZ bölgelerinde ise sertlikte eşit oranda küçük bir düşüşün olduğu görülmüş olup bu değer yaklaşık olarak ortalama 115 Hv olarak tespit edilmiştir. Genel olarak bu numuneden alınan sertlik değerleri her bölgede birbirine çok yakın olmuştur.

Kaynak dikişinin başlangıç noktasından alınmış numuneye ait olan mavi çizgi incelendiğinde, yığılma kenarı ile ilerleme kenarı TMAZ bölgesindeki sertlik değerlerinin yaklaşık olarak sırasıyla ortalama 118 Hv ve 124 Hv olduğu tespit edilmiştir. HAZ bölgelerinde ise yaklaşık olarak ortalama 114 Hv sertlik değeri belirlenmiştir. Kaynak dikişinin bitiş bölgesinde ise yığılma kenarı ile ilerleme kenarı TMAZ bölgelerindeki sertlik değerleri sırasıyla yaklaşık olarak ortalama 121 Hv ve 116Hv olarak tespit edilmiştir. HAZ bölgeleri ise yaklaşık olarak ortalama 110 Hv olarak tespit edilmiştir.



Şekil 8. Mikro sertlik deney sonucu grafiği.

Genel olarak bakıldığında kaynak başlangıcında ilerleme kenarında elde edilen sıcaklığın, yığılma kenarına göre fazla oluşu TMAZ bölgesindeki sertlik değerini artırmış olup, kaynak bitiş noktasında ise bu işlemin tam tersi olduğundan yığılma kenarındaki TMAZ sertliği fazla çıkmıştır.

4.Sonuçlar

Bu çalışmada, 7039 Al alaşımlı levhalar birbirleri ile SKK yöntemi ile birleştirilmiş olup. Birleştirilme esnasında kullanılan termokupllar vasıtasıyla kaynak sıcaklık değerleri ölçülmüştür. Elde edilen sıcaklık değerlerinin etkileri şu şekilde sıralanmaktadır.

1- Ortalama olarak levhaların sıcaklıkları 40 °C olduğu sırada uygulanan yöntem, sıcaklık değerinin yeterli olmaması nedeniyle plakalar arasında herhangi bir birleşim sağlamamıştır. Sıcaklık değeri plakaların başlangıç kısmına yerleştirilen termokupllar vasıtasıyla 183 °C ölçüldüğü sırada gözle görülür birleşimin başlamış olduğu tespit edilmiş ve bu nokta kaynak başlangıç dikiş noktası olarak kabul edilmiştir. Bu bölgeden alınan numunenin mikro incelemeleri sonucunda, yığılma ve ilerleme kenarlarında oluşan TMAZ sınırlarında çatlaklar ve boşluklar tespit edilmiştir. Kaynak bitiş dikiş bölgesinde ise benzer daha hafif kusurlar tespit edilmiştir. Isıl iletkenliği yüksek olan Al alaşımlarında sıcaklık dağılımı problemlerinden kaynaklandığı düşünülen bu kusurların kaynak merkez dikiş bölgesinde görülmemesinin nedeninin, ölçülen sıcaklıkların plaka başlangıç ve bitiş noktalarında aynı olması olduğu kanısına varılmıştır.

2- Kaynak dikiş başlangıç, bitiş ve merkez noktalarından alınan numunelere mikro sertlik deneyi uygulandığında, başlangıç ve bitiş noktalarında sıcaklık dağılımından kaynaklanan bölgesel sertlik bozuklukları tespit edilmiş olup, kaynak merkezinden alınan numunede ideal sertlik sonuçlarına rastlanmıştır.

Genel durum ele alındığında, SKK yöntemi uygulamalarında ısıl kusurların engellenebilmesi için, ön ısıtmanın yapılmasının uygun olacağı kanısına varılmıştır.

Kaynaklar

- [1] Sharma C, Dwivedi DK, Kumar P. Influence of pre-weld temper conditions of base metal on microstructure and mechanical properties of friction stir weld joints of Al-Zn-Mg alloy AA7039. *Mater Sci Eng A* 2014;620:107–19. doi:10.1016/j.msea.2014.09.094.
- [2] Avcı U. A new approach to the production of laminated composites consisting of Al₂O₃ reinforced and unreinforced 7039 Al alloy sheets. *Middle East J Sci* 2016;2:1–10.
- [3] Pérez-Bergquist SJ, Gray GTR, Cerreta EK, Trujillo CP, Pérez-Bergquist A. The dynamic and quasi-static mechanical response of three aluminum armor alloys: 5059, 5083 and 7039. *Mater Sci Eng A* 2011;528:8733–41.

doi:10.1016/j.msea.2011.08.046.

- [4] Maleki E. Artificial neural networks application for modeling of friction stir welding effects on mechanical properties of 7075-T6 aluminum alloy. *IOP Conf Ser Mater Sci Eng* 2015;103:12034. doi:10.1088/1757-899X/103/1/012034.
- [5] Kurt HI. Influence of hybrid ratio and friction stir processing parameters on ultimate tensile strength of 5083 aluminum matrix hybrid composites. *Compos Part B Eng* 2016;93:26–34. doi:10.1016/j.compositesb.2016.02.056.
- [6] Seidel TU, Reynolds a. P. Visualization of the material flow in AA2195 friction-stir welds using a marker insert technique. *Metall Mater Trans A* 2001;32:2879–84. doi:10.1007/s11661-001-1038-1.
- [7] Reynolds a. P. Visualisation of material flow in autogenous friction stir welds. *Sci Technol Weld Join* 2000;5:120–4. doi:10.1179/136217100101538119.
- [8] Peel M, Steuwer A, Preuss M, Withers PJ. Microstructure, mechanical properties and residual stresses as a function of welding speed in aluminium AA5083 friction stir welds. *Acta Mater* 2003;51:4791–801. doi:10.1016/S1359-6454(03)00319-7.
- [9] Singh RKR, Sharma C, Dwivedi DK, Mehta NK, Kumar P. The microstructure and mechanical properties of friction stir welded Al-Zn-Mg alloy in as welded and heat treated conditions. *Mater Des* 2011;32:682–7. doi:10.1016/j.matdes.2010.08.001.
- [10] Kumar K, Kailas S V. On the role of axial load and the effect of interface position on the tensile strength of a friction stir welded aluminium alloy. *Mater Des* 2008;29:791–7. doi:10.1016/j.matdes.2007.01.012.
- [11] Cavaliere P, Campanile G, Panella F, Squillace A. Effect of welding parameters on mechanical and microstructural properties of AA6056 joints produced by Friction Stir Welding. *J Mater Process Technol* 2006;180:263–70. doi:10.1016/j.jmatprotec.2006.06.015.
- [12] Aydın H, Bayram A, Uğuz A, Akay KS. Tensile properties of friction stir welded joints of 2024 aluminum alloys in different heat-treated-state. *Mater Des* 2009;30:2211–21. doi:10.1016/j.matdes.2008.08.034.
- [13] Yan J, Reynolds a. P. Effect of initial base metal temper on mechanical properties in AA7050 friction stir welds. *Sci Technol Weld Join* 2009;14:282–7. doi:10.1179/136217109X406910.
- [14] Chen Y, Liu H, Feng J. Friction stir welding characteristics of different heat-treated-state 2219 aluminum alloy plates. *Mater Sci Eng A* 2006;420:21–5. doi:10.1016/j.msea.2006.01.029.

QUANTUM DOT SOLAR CELLS AND DESIGNING KUANTUM NOKTALI GÜNEŞ HÜCRELERİ VE TASARIM

Cem ÖKSEL^a, Yıldız KOÇ^a, Hüseyin YAĞLI^a, Ali KOÇ^{a*}

^a İskenderun Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Makina Mühendisliği Bölümü, HATAY
cemoksel@gmail.com, yildiz.koc@iste.edu.tr, huseyin.yagli@iste.edu.tr, ali.koc@iste.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, günümüzde bilim dünyası için popüler konumda olan nano teknolojinin bir ürünü olarak kuantum noktaları ve kullanım alanlarından biri olan kuantum noktalı güneş hücreleri incelenmiştir. Geleneksel güneş hücrelerine alternatif olarak geliştirilen kuantum noktalı güneş hücreleri hem üretim maliyetleri hem de verimlilikleri bakımından rakiplerine göre üstün durumdadırlar. Yapay atomlar olan kuantum noktalar, periyodik cetvelin II-VI, III-V grubu birleşiklerinden elde edilebilir. Yani neredeyse bütün yarı iletken metal birleşiklerinden kuantum nokta elde etmek mümkündür. Kuantum noktalı güneş hücreleri sıcak foton taşıyıcıları kullanıp daha yüksek foto voltajlar ve fotoakımlar üreterek erişilebilir maksimum termodinamiksel solar foton dönüşümünün verimini yüzde 66'lara kadar çıkarabilecek potansiyele sahiptirler. Bu çalışmada üç farklı kuantum nokta güneş hücresi biçimi incelenmiştir. Bunlar, metal yarı iletken birleşimi güneş hücreleri, p-i-n biçimli güneş hücreleri ve kuantum nokta sentezli nano kristal güneş hücreleridir (TiO₂).

Anahtar kelimeler: Enerji, Kuantum nokta, Güneş, Nano teknoloji.

Abstract

In this study, quantum dots (QDs) that are considered to be one of the most important products of nanotechnology, and their applications in the solar cell technology have been investigated. QD solar cells, a promising alternative to traditional solar cells, offer numerous advantages over existing ones in terms of efficiency and manufacturing costs. QDs are regarded as artificial atoms and can be derived from different groups of the periodic table (e.g. II-VI or III-V). Hence, they can be produced from almost all semiconductor and metal compounds. Quantum dot solar cell have the potential to raise the maximum obtainable thermodynamic transformation efficiency of solar photon transformation up to about 66% by utilizing photogenerated carriers to produce greater photo voltages or greater photo currents. Three different quantum dot solar cell structures are outlined: (1) metal semiconductor junction solar cell, p-i-n structure solar cell and quantum dot sensitized nanocrystalline TiO₂.

Keywords: Energy, Quantum dot, Solar, Nano technology

1. Giriş

Güneşi çekirdeğinde yer alan füzyon süreci ile açığa çıkan ısıma enerjisi olarak tanımlanan güneş enerjisinin atmosfer dışında birim m² alana düşen güneş enerjisi şiddeti yaklaşık 1370 W/m² iken bu miktarın yeryüzüne ulaşan miktarı, atmosferden dolayı, 0-1100 W/m² değerleri arasındadır (EİE,2017). İnsanın mevcut tüketimi göz önünde bulundurulduğunda, yeryüzüne ulaşan bu enerjinin küçük bir miktarı bu tüketimi fazlasıyla karşılamaya yeterlidir. Güneşin enerjisinden yararlanmak için çoğunlukla güneş ışığını doğrudan elektrik enerjisine dönüştüren yarı iletken maddelerden yapılan güneş hücreleri kullanılmaktadır. Geleneksel olanları Mono Kristal Silikon, Garyum Arsenit, Poli Kristal Silikon ve Amorf İnce tabaka şeklindedir.

Güneş hücresi endüstrisinin önde gelen zorluklarından birisi de güneş enerjisinden elde edilen elektriğin maliyet/watt oranının düşürülmesidir. Geleneksel mikro yapılı (yığın), tek birleşimli güneş hücrelerinde, yarı iletkenin bant genişliğinden düşük enerjiye sahip fotonlardan yararlanılmazken, enerjisi bant genişliğinden fazla olan fotonlar sıcak taşıyıcılar oluşturarak fazla enerjinin ısı olarak kaybedilmesine neden olurlar (termalizasyon). Bu nedenle, bant genişliği ayarlanabilen veya ortalama bant genişliğine sahip, alışılmışın dışında yeni materyaller, güneş spektrumu ile tam anlamıyla eşleşebilmek anlamında kritik öneme sahiptirler. Kuantum noktalar boyut varyasyonuna sahip olduklarından dolayı ayarlanabilir bant genişliğine sahiptirler. Amorf gibi geleneksel yarı iletken malzemelerin aksine kuantum noktalar, iki boyutlu veya üç boyutlu dizilimlere sahip olabilirler. Kuantum noktalar nispeten ekonomik olan plastik, boya, cam, metal sac gibi malzemelerle ve organik polimerler ile kolaylıkla birleşebilecek şekilde üretilirler.

Kuantum noktalar özel yarı iletkenler sınıfına aittirler. Periyodik tablonun II-VI, III-V veya IV-VI gruplarından oluşan ve kuantum sınırlaması olan nano kristallerdir. Kuantum noktanın büyüklüğü malzemenin Bohr uyarım yarıçapına ulaştığında kuantum sınırlaması ortaya çıkar ve elektron enerji seviyeleri devamlılığını yitirerek ayrık enerji seviyeleri oluşturur. Böylece, kuantum noktalar yarıçaplarına bağlı olarak değişen bant genişliği ve enerji seviyelerine sahip olan yapay moleküller olarak değerlendirilebilir. Enerji bant boşluğu kuantum noktanın boyutu küçüldükçe artar (Şekil 2).

Ayarlanabilir bant genişliği sayesinde kuantum noktalı güneş hücreleri güneş spektrumundan daha etkin şekilde yararlanarak gelen fotonları çok iyi şekilde toplar. Klasik silikon güneş hücrelerinin aksine kuantum noktalı güneş hücreleri foton başına üç elektron kopararak çoklu uyarılma yaratabilirler. Teoride bu güneş enerjisi verimliliğini %20'lerden %65'lere kadar çıkarabilir (A.J.Nozik, 2002).

Genel anlamda güneş hücrelerinin verimliliğini etkileyen üç temel faktörden söz edilebilir. Bunlar açık devre gerilimi (V_{oc}), kısa devre akımı (I_{sc}) ve doluluk faktörüdür (FF) (K.E.Jasim, 2015). Doluluk faktörü diğer iki parametrenin bir fonksiyonu olduğundan güneş hücresinin veriminde asıl önemli olan bu iki parametredir. İdeal şartlar altında, bant genişliğinden büyük enerjiye sahip yüzeye düşen her foton dış devreyi takip eden bir elektron üretir. Doluluk faktörü aşağıdaki formül ile belirlenebilir:

$$FF = \frac{V_{mp} I_{mp}}{V_{oc} I_{sc}}$$

(V_{mp} ve I_{mp} çıkış gücünün maksimum olduğu noktadaki operasyon noktası.) Buradan da verimlilik:

$$\eta = \frac{V_{oc} I_{sc} FF}{P_{in}}$$

olarak hesaplanır. (P_{in} = giriş gücü)

Bu verim laboratuvar ortamında mono kristal hücrelerde %20, poli kristal hücrelerde %16, garyum arsenit hücrelerde %30, Amorf ince tabakalarda ise %5 olarak ölçülmüştür (EIE, 2017).

2. Kuantum Noktaların Tarihi

1960'ların başlarında, koloidal yarı iletken kristaloitler ya da kuantum nokta konsepti yeni yarı iletken malzeme konsepti olarak önerilmiştir. 1981 yılında Ekimov ve çalışma arkadaşları cam matrisli yarı iletken olan kristalitesini keşfetti (A.I.Ekimov ve ark, 1981). 1990'ların sonlarına doğru, koloidal kuantum noktaların üretimi endüstriyel anlamda mantıklı hale geldi. 2004 yılında bir araştırma kuruluşu kuantum noktaların foton başına üç elektron uyurabildiğini rapor etti (R.D. Schaller ve ark, 2004). Bugün bu sayı laboratuvar testlerinde foton başına sekiz elektrona kadar çıkmış durumda. Bugün kuantum noktalar elektronik ve biyomedikal uygulamalarda kendilerine sıkça başvurulmuş nano metaryaller olmuş durumdadırlar.

3. Kuantum Noktaların Fiziki Yapısı

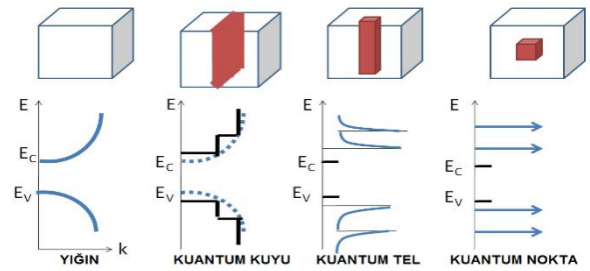
Kuantum noktalar kristal çapları 2-15 nano metre yani 10-75 atom boyu arasında değişen nano parçacıklar olarak özel yarı iletken sınıfında değerlendirilebilirler. Yığın yarı iletkenlerde elektron ve boşluklar herhangi bir sınırlandırma olmadığından serbest hareket etmektedirler. Böylece sürekli enerji seviyelerinden dolayı enerji seviyeleri birbirine çok yakın olmaktadır ki ayrı enerji seviyelerinden söz edilemez. Dolu bantlar değerlik bandı (valans) boş bantlar ise iletkenlik bandı olarak adlandırılırlar. En üst dolu bant ve en alt boş bant arasındaki boşluğa enerji bant boşluğu denir (E_g). Uyarılma, elektron boşluk çifti oluştuğu zaman meydana gelir. Elektron boşluk çifti hidrojen benzeri bir atom oluşturur. Uyarılmış atom ile boşluk (değerlik bandındaki yeri) arasındaki mesafeye Bohr uyarım yarıçapı, elektron boşluk çiftine ise uyarım (eksiton) denir. Tablo 1'de çeşitli yarı iletkenler için Bohr uyarım yarıçapı ve bant boşluğu enerjisi değerleri gösterilmiştir

Çizelge 1 Yaygın yarı iletkenlerin Bohr uyarım yarıçapları ve bant boşluğu enerjileri. PbS (Kurşun sülfat) , GaAs (Galyum Arsenik), CdTe (Kadmiyum

Tellurid), CdSe (Kadmiyum Selenid), ZnSe (Çinko Selenid), CdS (Kadmiyum Sülfat) (K.E.Jasim, 2015.)

Yarı İletken Malzeme	Bohr Yarıçapı (nm)	Bant Boşluğu Enerjisi (eV)
PbS	40.0	0.41
GaAs	28.0	1.43
CdTe	15.0	1.50
CdSe	10.6	1.74
ZnS	8.4	2.58
CdS	5.6	2.53

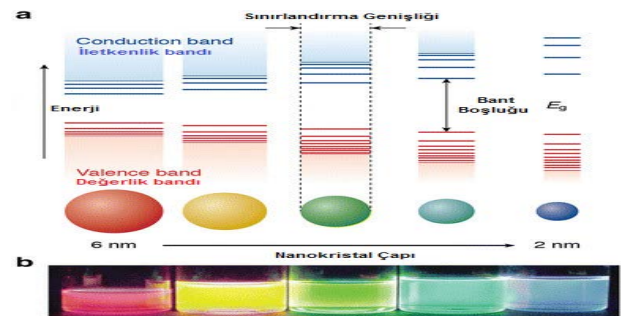
Genel olarak bir malzeme kendi elektronik yoğunluğunu etkileyebilecek ölçüde küçük bir veya daha fazla boyuta sahip ise bu malzemenin sınırlandırılmış olduğu söylenebilir (Kuantum sınırlama etkisi). Bu malzeme karşımıza boyutlarına göre kuantum kuyusu, kuantum teli veya kuantum noktası olarak çıkabilir (Şekil 1).



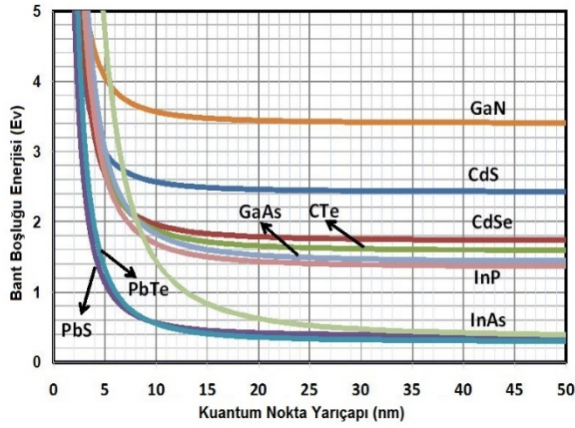
Şekil 1 Sistem boyutunun azalması ile durumların şematik yoğunluğu. Elektronun hareketi boyutsal olarak kısıtlandığında, iletim (E_c) ve değerlik bandı (E_v) örtüşen alt bantlara ayrılarak müteselsilen dar hale gelir (B.Saleh ve ark. 1991).

Yığın yarı iletken malzemeler enerji sınıflarının yoğunluğunun $(E - E_c)^{1/2}$ ile doğru orantılı olan üç boyutlu sistemlere örneklerdir. Kuantum kuyusu sistemi elektronların tek boyutta sınırlandırıldığı iki boyutlu, kuantum tel sistemler elektronların iki boyutta sınırlandırıldığı tek boyutlu, kuantum noktası sistemler ise elektronların üç boyutta da sınırlandırıldığı sıfır boyutlu sistemlerdir.

Kuantum noktaların boyutları Bohr uyarım yarıçapından küçük olduğu zaman uyarılmış elektron bu mesafe kadar uzağa gitmek isteyecek fakat sınırlandırılmış olduğundan gidemeyecektir. Dolayısı ile sıkışan elektron enerjisini üst seviyelere çıkararak atmadığı için dalga boyunu kısaltacaktır. Yığın malzemelerde ise bu sınır yoktur ve elektron serbestçe dolaşır.

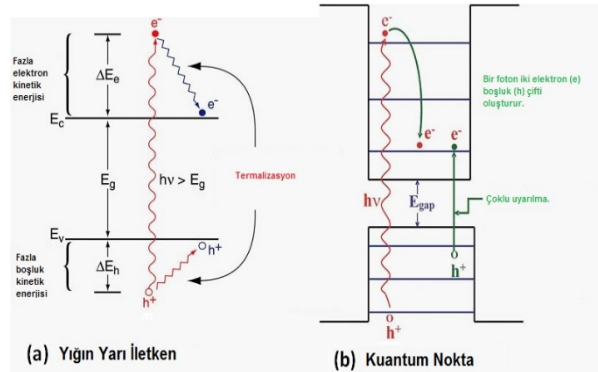


Şekil 2 6 nanometre ile 2 nanometre arasında değişen kuantum noktaların bant boşluğu seviyeleri (URL 1).



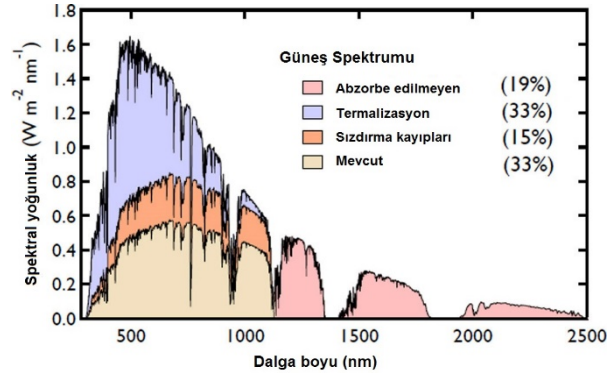
Şekil 3 Yaygın yarı iletkenler için kuantum nokta yarıçapı ile bant boşluğu enerjisinin değişimi (K.E. Jasim, 2011).

Şekil 4'te gösterildiği üzere kristalin silikon gibi yığın yarı iletkenlerin aksine bant boşluğu enerjisinden yüksek enerjiye sahip bir foton yakaladıklarında kuantum noktalar çoklu uyarılma (eksiton- elektron boşluk çifti) oluşturabilirler. Yığın yarı iletkenlerde bant boşluğu enerjisinden daha yüksek bir enerjiye sahip foton ile temas edildiğinde değerlik bandındaki bir elektron iletkenlik bandına çıkar ve bu elektron fazla enerjiye sahip olduğundan sıcak taşıyıcı konumuna geçer. Uyarılmış elektron (sıcak taşıyıcı) radyoaktif olmayan ışımalar sonucunda fazla enerjisini kullanılmayan ısı olarak atarak iletkenlik bandının en alt seviyesine iner. Buna termalizasyon denir ve solar hücrelerdeki verim kaybının başlıca sebebidir. Kuantum noktalı hücrelerde ise fazla enerjiye sahip bir foton ile temas edilmesi halinde ise bu enerji çoklu uyarılma ile sonuçlanır ve enerji kaybı yaşanmaz.



Şekil 4 Bant boşluğu enerjisinden fazla enerjiye sahip bir fotonun yığın yarı iletken güneş hücresi ve kuantum noktalı hücrede temasındaki davranışı (A.J.Nozik, 2008).

Klasik yarı iletkenlerle yapılan güneş hücrelerinde bant boşluğu enerjisi 1.25 eV ile 1.45 eV arasındadır. Güneşin solar spektrumu ise 0.5 eV ile 3.5 eV arasındadır. Yani, 0.5 eV-1.25 eV arasında bir enerjiye sahip fotonlar güneş hücresi tarafından absorbe edilmezken 1.45 eV'den daha yüksek enerjiye sahip fotonların fazla enerjisi termalizasyon ile ziyan olur (W.Shockley ve ark, 1961). Shockley ve Quessier ideal bant genişliğini 1.34 eV olarak hesaplamış ve bu enerji düzeyine göre güneş hücresinin maksimum verimliliğini de %33 olarak belirlemişlerdir (Şekil 5).



Şekil 5 Schockley ve Quessier limiti (W.Schockley ve ark. 1961).

Kuantum noktaların bant boşluğu mesafesinin ayarlanabilmesi büyük avantajdır. Bu sayede güneşten gelen her enerji seviyesindeki foton kendi enerji seviyesine eşit bant boşluğu enerjisine sahip bir kuantum nokta tarafından absorbe edilerek enerjiye dönüştürülebilir. Bir güneş hücresi içerisine çeşitli boyutlarda kuantum noktalar yerleştirilerek güneş spektrumundan tam anlamıyla yararlanılabilir.

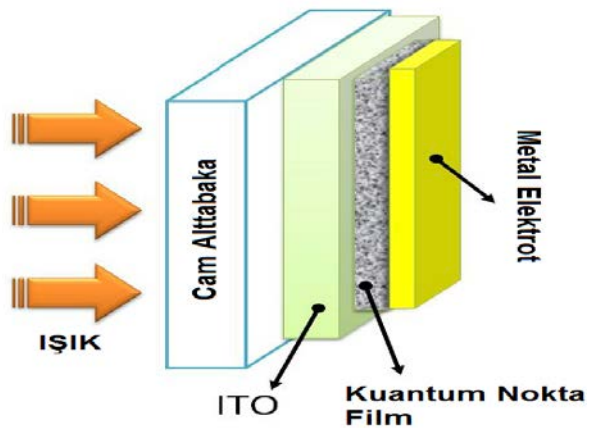
4. Kuantum Noktalı Güneş Hücreleri

Kuantum noktalı güneş panellerini yapılarına göre üç ana çeşide ayırmak mümkündür. Bunlar:

1. Metal – Yarı iletken birleşimi güneş hücreleri
2. P-i-n yapıli güneş hücreleri
3. Kuantum nokta sentezli nano kristal yapıli güneş hücreleri (TiO₂)

4.1. Metal – Yarı İletken Birleşimi Güneş Hücreleri

Şekil 6 aynı zamanda Schottky bariyeri olarak bilinen kuantum nokta bazlı metal- yarı iletken birleşimi güneş hücresinin şematik olarak göstermektedir. Kuantum noktalı katmanların (nano kristal film) metalik elektrot ile karşıt elektrotların (ITO) arasında sandviçlenmesi ile üretilmişlerdir. Alt katmanda ise cam materyal bulunur.



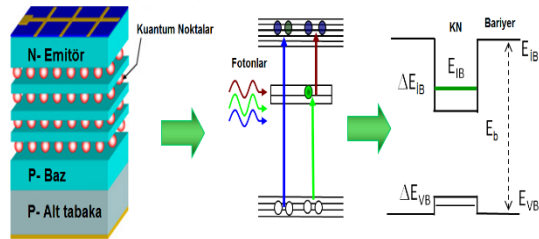
Şekil 6 Metal Yarı iletken birleşimi güneş hücreleri (A.G. Pattantyus-Abraham ve ark.).

140 nm kalınlığa sahip kuantum noktali filminden oluşan sistemin verimliliği 1000 saat üzeri yapılan testlerde %2.2 olarak ölçülmüştür (J.M. Luther ve ark, 2008).

4.2. P-i-n Yapılı Güneş Hücreleri

Nozik ve çalışma arkadaşları üç boyutlu kuantum nokta dizilerini klasik $p^+ - i - n^+$ birleşimi hücrelerin içerisine katmayı önerdiler. Bu biçimdeki güneş hücrelerinde kuantum noktalar üç boyutlu diziler halinde $p^+ - i - n^+$ yapısının içerisine yerleşik halde bulunurlar ve bu sayede güçlü elektronik çiftler (elektron-boşluk) ve mini bantlar oluşurken uzun mesafeli elektron transfer yolları yapılması amaçlanır (A.J.Nozik, 1996).

Bu tip sistemlerde foton taşıyıcının soğuma prosesi çok yavaştır ve bundan dolayı teorik hesaplamalar sonucu bu tipteki güneş hücrelerinin potansiyel verimlilikleri %50'den fazladır.



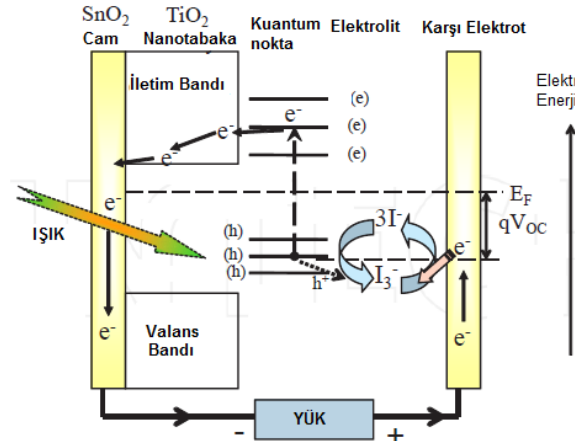
Şekil 7 Operasyon prensibinin şematik gösterimi ve grup III- (As, Sb) güneş hücreleri için bant enerji diyagramı (Url 2).

4.3. Kuantum nokta sentezli nano kristal yapıli güneş hücreleri (TiO_2)

Kuantum nokta sentezli güneş hücreleri boya sentezli güneş hücrelerinin bir benzeridirler. Bu tip güneş hücrelerinde boyanın yerini kuantum noktalar alır. İlk testlerde bu tip güneş hücrelerinin enerji dönüşümündeki verimliliği fotovoltajik performans açısından %1'den daha azdı. CdS kuantum noktaların kullanımı ile bu oran 2008 yılında %1 ve sonrasında metal kalkojen kullanımı ile %5'lere ulaştı (I.Jeong-Hyeok ve ark, 2011).

Kuantum nokta sentezli güneş hücrelerinde enerji dönüşümü şu aşamalar ile gerçekleşir:

1. Bir fotonun absorbe edilmesinin ardından bir kuantum nokta uyarılarak bulunduğu konumdan daha üst enerji seviyesine çıkar.
2. Uyarılma sonrasında elektron boşluk çifti oluşur. Eğer termal enerji bağlanma enerjisinden büyükse elektron boşluk çiftinde ayrışma meydana gelir.
3. Uyarılmış elektron yarı iletken nano malzeme olan TiO_2 yüzeydeki geniş bant aralığını geçerek iletim bandına enjekte olur.
4. Enjekte olan elektron TiO_2 yüzeyindeki nano parçacıkların içerisinde hareket ederek yüke doğru çıkar ve bu sayede elektrik enerjisine dönüşmüş olur.



Şekil 8 Kuantum nokta sentezli güneş hücrelerinde foton- elektrik enerjisi dönüşümü (K.E.Jasim 2015).

7. Sonuç

Yığın yarı iletken güneş hücreleri bant genişliği limiti (Shockley-Queisser limiti) dolayısı ile üretim maliyeti ve üretilen enerji bakımından düşük verimliliğe sahiptirler. Tek birleşimli yığın yarı iletken güneş hücrelerinde enerjisi bant genişliğinden düşük fotonlar absorbe edilmezken enerjisi bant genişliğinden fazla olan fotonların fazla olan enerjisi ısı olarak termalizasyon ile ziyan olur. Kuantum noktalar kristal yapıli yarı iletken nano parçacıklardır. En yaygın olan kuantum noktalar CdS, CdSe, PbS ve PbSe'dir.

Kuantum noktalarda, parçacığın boyutu Bohr uyarım yarıçapından küçük olduğu zaman kuantum sınırlaması ortaya çıkar. Kuantum sınırlaması sayesinde verimlilik daha da artar. Kuantum noktali güneş hücrelerinde klasik güneş hücrelerinin aksine tek bir foton ile çoklu uyarılma sağlanabilir bu da verimliliği artırır.

Kuantum noktaların boyutu kontrol edilebilir olduğundan, kuantum noktanın boyutunu değiştirerek yaptığı ışımının renginin de değişmesi sağlanabilir ki bu mühendislik uygulamalarında kullanımı için eşsiz bir özelliktir. Güneş panelleri dışında bu özellikleri ile, tıpta teşhis için kullanılan biyo ajanlar, sınırsız renk skalasına sahip led aydınlatmalar, sınırsız renkte lcd televizyonlar ve her türlü ekranlar kuantum noktaların kullanım alanları arasındadırlar.

Üretilmeleri klasik malzemelere kıyasla ucuz olduğundan watt başına düşen üretim maliyetini oldukça aşağıya çekerler. Bütün bu avantajların yanı sıra üretildikleri malzemeler oldukça toksik ve ağır metaller olduklarından üretim aşaması dikkat ister.

Kaynaklar

- EİE, 2017. Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı http://www.eie.gov.tr/yenilenebilir/g_enj_tekno.aspx
- A.J.Nozik, 2002. Quantum dot solar cells, *Physica E* 14 (2002) 115-120
- K.E.Jasim, 2015. *Solar Cells- New Approaches and Reviews*, 2015, 304
- A.I.Ekimov, A.A.Onushchenko, 1981. Quantum size effect in three dimensional microscopic semiconductor crystals. *JETP Lett.* 1981; 34 345-349.
- R.D.Schaller, V.I. Klimov, 2004. High Efficiency Carrier Multiplication in PbSe Nanocrystals. *Lett* 2004; 92
- W.Schockley, H.J.J.Queisser, 1961. *App.Physics* 1961, 32,510.

- J.M.Luther, J.Gao, M.T. Llyod, O.E.Semonin, M.C.Beard, A.J.Nozik, 2010. Stability solar cell. *Advanced Materials* 2010; 22 3704-3707.
- Im,Jeong-Hyeok, Chang-Ryul Lee, Jin-Wook lee, Sang-Won Park, Nam-Gyu Park, 2011. 6.5% efficient perovskite quantum-dot-sensitized solar cell, *Nanoscale*, 2011, 3, 4088
- B.Saleh, M.TEich, 1991. *Fundamentals of Photonics*, cd.15. John Wiley & sons, Inc. ISBNs: 0-471-83965-5 1991
- K.E. Jasim, 2011. *Dye Sensitized Solar Cells – Working Principles, Challenges and Opportunities*. Chapter8, pp. 171-204
- A.J.Nozik, 2008. Multiple exciton generation in semiconductor quantum dots. *Chemical Physics Letters* 2008; 457 3-11
- A.G. Pattantyus-Abraham, I.J.Kramer, A.R.Barkhouse, X.Wang, G.Konstantatos, R.Debnath, L.Levina, I.Raabe, M.K. Nazeeruddin, M.Gratzel, E.H. Sargent. *Depleted-Heterojunction Colloidal Quantum Dot Solar Cells*. *ACS Nano* 4 3374-3380
- URL 1. <http://web.michaelchughes.com/projects/cdse-quantum-dots> Alındığı tarih: 01.08.2017
- URL 2. <http://inml.cnsi.ucla.edu/pages/qdot> Alındığı tarih: 01.08.2017

THE EFFECTS OF THE ELECTRODE PRESSURE ON TENSILE STRENGTH AND FRACTURE MODES OF THE RSW JUNCTIONS OF DP600 SHEET STEEL

Muhammed ELITAS^a, Bilge DEMIR^b, Omur YAZICI^a

^a Karabuk University, Department of Manufacturing Engineering, Karabuk, Turkey,
E-mail: melitas@karabuk.edu.tr

^b Karabuk University, Department of Mechanical Engineering, Karabuk, Turkey

Abstract

In this study, the effect of electrode compressive force on tensile strength and fracture modes of resistance spot welded joints of commercial DP600 sheet steel under constant welding current and constant welding time were investigated. 5 different compressive forces were used in the experiments; 2, 3, 4, 5, 6 Bars. Factors affecting the strength of the material and crack formation are discussed. As a result, the maximum load carrying capacity increases as the electrode pressure increases by a certain value, and decreases at higher values. All specimens have been observed to have the preferred pullout type fracture in terms of optimum structural performance. Force-displacement's values have been also evaluated as stress-displacement's values.

Keywords: DP600, RSW, strength, fracture

1. Introduction

Increasing demands for higher fuel efficiency and safety in automobiles lead to the thought of new structural materials. The new materials are particularly investigated in terms of their strength and their ability to reduce the weight of the vehicle. Reducing the weight of the vehicle is very important because it reduces fuel consumption. In this regard, advanced high strength steels have been developed as alternatives to existing low carbon steels and HSLA steels [1]. AHSS is obtained by cooling process applied after the annealing with transforming the austenite at low temperature [2,3]. Depending on different alloying elements and cooling processes, AHSS has different microstructure-morphology [4]. Basic strength mechanisms for AHSS sheet steels; solid solution hardening, grain refinement and microalloying.

Because of 40 years of history and economic-technological values, Dual-phase steels are widely used by automobile manufacturers of this class. Their reputation is increasing day by day and their usage in many other sectors is increasing. Dual-phase steels are frequently used in automotive parts such as chassis, rims, bumpers, columns, rails, doors and inner bumper reinforcing beams due to their high strength and ductility properties. Dual-phase steels provide unique and special mechanical properties with ductile ferrite phase and durable martensite structure obtained by cooling after critical annealing [5,6]. The grain size and volume fractions of ferrite and martensite are very influential on the mechanical properties of DP steels [4].

Characteristic transformation and volumetric diffusion from the austenite phase to the martensite phase leads to the formation of mobile dislocations in the ferritic matrix. High strain hardening rate and continuous deformation behaviors are observed because of contacts with each other and phase boundaries [7-9]. Because of smaller initial yield strength, the higher initial work hardening rate, the continuous flow behavior due to the sufficient number of active slip systems in the ferrite phase, more homogeneous and higher total elongation behavior than conventional or HSLA steels; DP steels have higher tensile strength and lower yield strength / tensile strength ratio, good formability and high strain energy absorption capabilities. These advantages make DP steels attractive for automotive applications [4,10-12]. In recent years, DP600 applications have been widely used in different automobile models such as Porsche Cayenne, Land Rover LR2 and Jaguar XF [13]. While the reported weight saving is 50% in the SAB report due to DP600, the reported weight reduction in the ULSAC report was 46% [14]. According to the SAB report, the weight saving of 17.9% is since the thickness of the material decreased from 6.7 mm to 5.5 mm by using the DP 600 steel in the rear side rails. In 2002, Corus [15] conducted a study aimed at reducing the weight of vehicles without reducing impact strength. This research reported that DP600 steel is the most axial and bending crash strength steel after TRIP600 steel in durable steel ranking.

Welding process is widely used in the manufacture of industrial products. It is applied in many places such as ships, steel bridges, airplanes and pressure vessels. Welding process has many advantages such as high joining efficiency, water and air impermeability and low manufacturing cost. However, the material properties may change due to rapid cooling following heating during welding processes [16]. The structural components of automobiles are often joined with welding. Resistance spot welding is main joining method of assembly auto body. RSW is the simplest, fastest and best controllable method for DP steels. Therefore, the automotive industry uses RSW at thousands of points in automotive body structures [17-19]. In the RSW process, two or three overlapping sheets are welded due to local heating caused by the Joule effect [20]. Because of the welding process, the soft heat-affected zone (HAZ) is formed and a heterogeneous microstructure is generally occurred. The local stress and strain during the deformation cause to deteriorate the mechanical properties of the welded materials [21]. In this direction, HAZ has an

important influence on the mechanical properties of the welding materials. However, this effect varies according to the welding method (heat input capacity, welding speed and cooling rate) [10].

To use DP steels successfully, it is important to understand and characterize the Resistance spot welding process. The structural performance of the vehicles depends on the structural competence of the welded joints [22,23]. The safety regulation system (fuel system, joining performance) of some vehicles changes the system performance. Quality control of spot welds is done by performing tests such as peel test in the automotive industry. It is determined whether or not a satisfactory welding process is carried out in this way [24].

Recent publications which explaining mechanical properties of resistance spot welded high-strength steels have generally focused on the definition of the response of only one steel class. Marya et al. [25] studied the effect of the RSW process parameters on the fracture mode of the DP steels during the tensile test. Similarly, Tong et al. [26] examined the mechanical properties of resistance spot welded DP steels and their effect on fracture behavior. Peterson et al. [27] investigated the mechanical properties of welded joints against fracture. Joaquin et al. [28] have reported that shrinkage voids were one of the important causes of interfacial fractures as a result of tensile shear statistics and fatigue tests. In this direction, some techniques have been developed to reduce shrinkage voids. Milititsky et al. [29] carried out a tensile test on DP600 steels in their work and observed cracks and liquid metal embrittlement at some welds during shrinkage and solidification. Khan et al. [30], investigated the relationship between the bonded area and the failure load (with interfacial fracture formation). However, the material properties and the diameter of the FZ are the main factors determining the strength of the RSW during pullout type fracture. In addition, the fracture paths of each of these steels for the tensile test are detailed in separate publications [31]. Hong-Seok et al. [32] investigated weldability between DP780 / 22MnB5 by performing RSW process. As a result; the interface fracture occurred due to the high stress concentration in the notches (nugget border) and the high hardness and fragile microstructure of the weld. Marashi et al. [33] investigated the overload failure behavior of the RSW at different thicknesses. As a result, it is stated that the final solidification moves from the interface between the sheets to the geometric center of the total thickness of combination, which reduces the fail tendency in the interface fracture of the RSW at different thicknesses during the tensile test. Zhang et al. [34], investigated the effect of RSW joints of DP780 and DP600 samples with different thicknesses on the microstructure and mechanical properties of the material. Distribution of alloying elements and hardness of joints were recorded. The tensile properties of the joints are also discussed. In the study conducted by Tong et al. [35], the post-uniform elongation behavior of DP600 steel, a tensile strength of 600 MPa was measured by a digital image analysis technique. Wilson and Fine [36], defined the stress intensity. Pan and Sheppard [37], discussed the formation of capillary cracks in the fusion zone and

attempted to calculate the stress intensity factors for these capillary cracks. Darwish et al. [38], investigated the failure rate of spot welded joints, depending on the welding parameters. Chandel and Garber [39], formulated the strength of different spot welding microstructures (martensitic, bainitic, cold rolled) according to the variations in the electrical current and welding cycle. Zuniga and Sheppard [40], investigated the tensile and yield strength changes and hardness of the ITAB region of the zinc-plated high-strength low-alloy steel. Ma et al. [11], examined the microstructure and fracture characteristics of the Resistance spot welded DP600 steel. Marya and Gayden [41], investigated the fracture of welds depending on the welding parameters and steel sheet characteristics. Baltazar Hernandez et al. [42], examined the effect of microstructure and nugget size on the mechanical properties of different AHSS spot welded joints. Xu et al. [12], investigated the static tensile tests and fracture modes of spot welds in their work. As a result, many of the samples was broken in pullout-type fracture mode and interface fracture mode was observed only DP780 (1.6 mm) samples. Chao [43], investigated two fracture modes in spot welded samples under monotonic loading. These fracture modes are interface and pullout type. Chao has tried to show that the fracture mode is dependent on the nugget diameter and independent of the material properties elimination of the effect of material property through the term t/KC . When the nugget size of the spot welding is larger than a certain value, the interface failure can be avoided. Pournavari et al. [44], investigated the effect of welding parameters on static weld strength and fracture modes. Analytical model has been proposed to estimate the fracture mode, calculate the minimum nugget diameter (critical diameter) and provide pullout type fracture mode in tensile tests. In contrast to the existing industrial standards, the critical nugget diameter is attributed to the metallurgical characterization of the material (weld nugget hardness / fracture location hardness ratio) in addition to the sheet thickness in this model.

In this study, RSW processes are applied to DP600 steel under constant welding parameters with different electrode pressures. Tensile test was applied to the original material and Resistance spot welded samples at different electrode pressures (2,3,4,5,6 bar). The effect of electrode pressures on the tensile strength and fracture modes of DP600 steel has been investigated.

2. Experimental Studies

2.1. Material

DP600 steel was supplied in sheet metal layers (250*250*1 mm). Spectral analysis was performed using a SPECTROLAB model LAVFA18A type device with 230 VAC heat input, 50 Hz frequency and 2500 VA power capability to determine the chemical composition of DP600 steel. The chemical composition of DP600 steel is shown in Table 1.

Table 1. Chemical composition of DP600 steel (%)

Material	C	Si	Mn	S	Cr	Ni
DP600	0.077	0.253	1.86	0.006	0.177	0.012
		Al	Ti	V	Sn	Fe
	0.127	0.002	0.004	0.006	97.472	

Table 2. Welding parameters for RSW processing

Electrode pressure, bar	Welding current, kA	Electrode tip diameter, mm	Down time, cycle	Squeeze time, cycle	Welding time, cycle	Hold time, cycle	Separation time, cycle
2	7	8	15	35	20	10	15
3	7	8	15	35	20	10	15
4	7	8	15	35	20	10	15
5	7	8	15	35	20	10	15
6	7	8	15	35	20	10	15

2.2. Resistance Spot Welding

The specimens were prepared in 100 mm length and 30 mm width according to EN ISO 14273 standards for resistance spot welding. The technical drawing of the samples prepared before the RSW is shown in Figure 1.

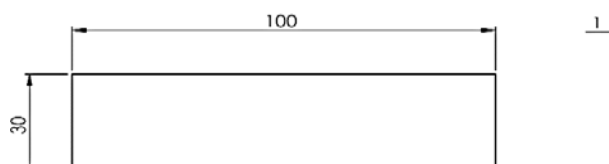


Figure 1. Sample prepared for Resistance spot welding

In this study; samples were subjected to RSW using 8 mm flat conical copper electrodes at a constant welding current of 7 kA [45]. The applied electrode pressures are 2,3,4,5 and 6 bars, respectively. DP600 steel was subjected to resistance spot welding in a Baykal SPP60 installation. This installation is an AC machine for spot welding equipped with a device for pneumatic control of the phase shift of the AC current. RSW was carried out with water-cooled electrodes, taking three samples for each electrode pressing force. Woodworking molds were used to prevent the specimens from deviating from the axes and to prevent the sparks from spattering and the stability of the compression force was checked from the manometer of the machine when welding was carried out. The water cooling system of the ends was kept under control due to the excess of heat input. The RSW parameters used in the study are shown in Table 2 [11,46]. Time unit is cycle-based and 1 cycle=0.02 s. Process steps and the sample image of the RSW are shown in Figures 2 and 3, respectively.

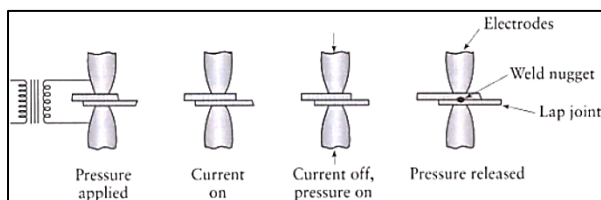


Figure 2. Resistance spot welding process steps [47]



Figure 3. Resistance spot welded sample image

2.3. Tensile Test

Tensile tests were performed on original DP600 material and resistance spot welded specimens and fracture modes were investigated. Resistance spot welded sample has a thickness of 1 mm, a width of 30 mm and a gauge length of 110 mm. The crosshead speed used for the tensile test is 2 mm/min [45]. The failure modes of fractured specimens were evaluated using a stereo microscope as a macro.

3. Experimental Results and Discussion

3.1. Tensile Properties

In this study, the maximum load value (at which fracture occurred) during the tensile shear test was measured and the strength properties of the joint were evaluated (the pressure is applied parallel to the nugget) [46]. In this study, the effects of different electrode pressures on mechanical properties and fracture modes are investigated. There are very few studies in the literature on different electrode pressures. Ma et al. [11] reported that large amount of micro-voids are formed when low electrode force is applied in the RSW process. In the case of a lower electrode force, the weld nugget may not be pressed enough to solidify before the electrodes are removed from the weld area, which can cause the micro-voids. As the electrode force increases, fewer voids occur in the fusion zone. In this study, void formation effects were interpreted with those reported in the literature. As the electrode pressures increase, the contact between the specimens is wider and stronger, so the welding current also increases. As the welding current increases at the RSW, the nugget diameter and hence the maximum load carrying capacity is also increased. In this direction, an increase in maximum load carrying capacity up to 4 bar electrode pressure was observed. At electrode pressures of 5 and 6 bar, cracks occur because the sheets are over-heated due to the indentation by the electrodes. As a result, reduction in weld strength

happened [11,48]. Tensile test results are shown in Table 3.

Table 3. Tensile test results of original material and RSW samples

Electrode Pressure, bar	Maximum Force, kN	Maximum Displacement, mm
2	13,1687	5,382
3	13,8750	6,877
4	13,9156	6,818
5	13,4875	7,434
6	12,2219	4,430
Original Material	19,2125	13,665

The tensile test results are also graphically shown in Figure 4.

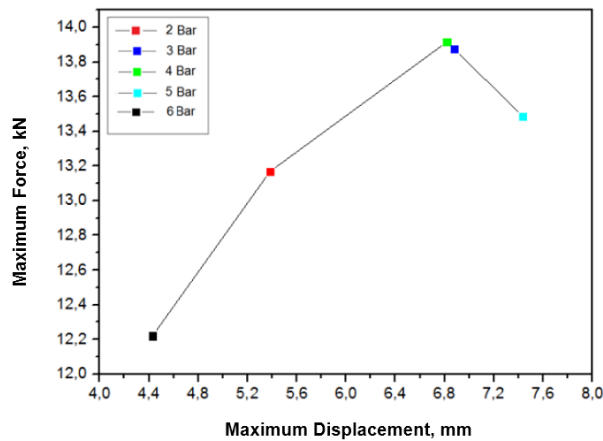


Figure 4. Maximum force-displacement curve of RSW samples at different electrode pressures

Tensile shear strength is related to steel composition or carbon equivalence [11]. The fusion zone mainly consists of martensite phase in relatively high alloy content steels such as DP and TRIP. All advanced high strength steels exhibit a fully martensitic fusion zone microstructure, so that the hardness of the fusion zone is a function of the alloy levels in the steel [46]. A high carbon equivalence is a sign that a fragile structure can form. These values congregate especially at the grain boundaries and increase the boundary energy to cause the solidification cracks. If the CE value is higher than 0.24%, the fracture occurs. [11]. The CE value of the DP600 steel (used in this study) was 0.2828% when calculated using the formula developed by Yurioka et al. (Equation 1) [49]. The fact that the carbon equivalence value is higher than the stated 0.24% is one of the important reasons of fracture.

$$CE_y = C + A(C) \times \left\{ 5B + \frac{Si}{24} + \frac{Mn}{6} + \frac{Cu}{15} + \frac{Ni}{20} + \frac{(Cr + Mo + Nb + V)}{5} \right\} \quad (1)$$

$$A(C) = 0.75 - 0.25 \tanh\{20(C - 0.12)\}$$

Microstructure is also a crucial factor affecting strength properties and fracture modes. DP steels consist of a ferrite matrix containing a hard martensitic second phase in the form of islands [50]. The strength of the DP steel is generally proportional to the martensite volume and as the volume fraction increases, the strength of the DP steel is also increased. [51,52]. As the heat input increases, a higher amount of deformation is induced in the martensite phase and

higher hardness value is obtained. The tensile strength is directly proportional to Brinell hardness. The yield strength is also proportional to the Vickers value. The increase in hardness increases the strength, but as the hardness increases, the brittle zone will form around the fusion zone and the ductility decreases. In this direction, an increase in strength up to 4 bar was observed [11,16,46,48].

Studies on advanced high strength steels show that there is a strong relationship between the nugget size and the tensile test at the RSW [24]. The nugget diameter values of resistance spot welded samples at electrode pressures of 2,3,4,5 and 6 bar and 7 kA constant welding current are shown in Table 4.

Table 4. Nugget diameter values of RSW samples

Electrode pressure, bar	Nugget diameter, mm
2	6.78
3	7.56
4	7.78
5	7.06
6	6.60

Parallel to the literature, the average diameter of the nugget for all samples was measured as approximately 7 mm [4,34,53]. $4\sqrt{t}$ rule can be used for DP600 steel (t shows the sheet thickness of the material) [54]. These results also can be explained by the $5\sqrt{t}$ rule. This rule is recommended as the most appropriate rule according to Japanese and German standards [55,56]. The results show that the strength of the DP600 steel increases in proportion to the diameter of the nugget and decreases after the optimum value (Figure 4) [46].

3.2. Fracture Modes

To ensure the reliability of the RSW in automotive applications, interface failures must be prevented by adjusting the welding parameters. According to researchers [34,44,57]; in addition to the interface fracture (fracture of the fusion zone), the pullout type fracture mode (fracture at the fusion zone edge) is observed during the tensile test in the DP-DP joints. These failures are in competition with one another and the transition from interface fracture to pullout type fracture is achieved by adjusting (changing) the process parameters. Pullout type fracture is preferred for optimum structural performance. Material properties and the diameter of the nugget are the main factors determining the strength of the RSW during pullout type fracture [30]. The size of the weld metal has a dominant role in fracture types of the joints [34]. Pouranvari et al. [44], developed equation to calculate the size of the critical welding zone. As the welding current increases, the fracture modes are transformed from the interface failure to the pullout type failure. In the study performed by Zhang et al. [34], the 7 kA critical welding current and the 6.6 mm critical fusion zone dimension are limit values for the transition from interface fracture to pullout type fracture. In this study, all electrode compression force values and the welding current provide these limit values. Pullout type fracture was observed in all samples.

As a general criterion; the diameter of the weld nugget should be equal or greater than $5\sqrt{t}$ (t denotes the thickness of the material). The nugget diameter values obtained from resistance spot welded samples at

electrode pressures of 2, 3, 4, 5 and 6 bar provide this criterion (Table 4). This criterion is better for resistance spot welds of low carbon steels. Because the desired nugget fracture mode in acceptable fusion zone size must have sufficient load carrying capacity and ability to absorb energy when compared to the interface fracture mode. Interfacial fracture causes lower load carrying capacity than pullout type fracture [24,48]. The fracture modes obtained by tensile tests of RSW samples carried out at different electrode compression forces are shown in Figure 5.

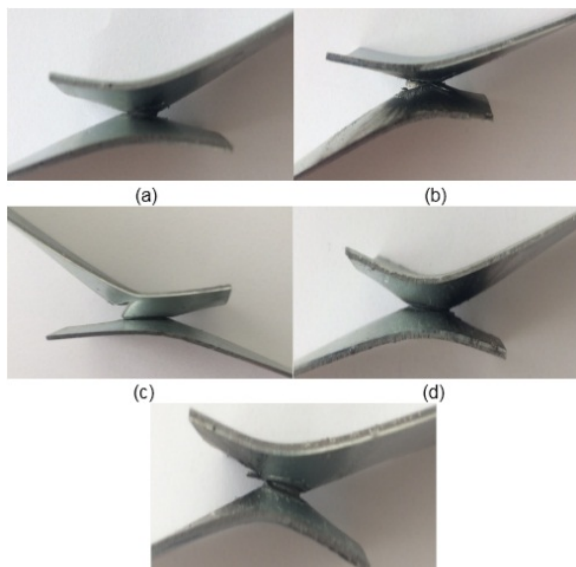


Figure 5. Fracture modes a)2 bar b)3 bar c)4 bar d)5 bar e)6 bar

Resistance spot welded specimens were observed to have a pullout type fracture during the tensile tests. The boundary of the weld nugget near the faying surfaces is weakly bonded and brittle. Cracks initiate from the sharp notch and propagate across the fusion zone. This is the typical type of pullout fracture (Figure 5). The driving force of pullout type failure is the tensile stress at the fusion zone surrounding [34].

Normally, cracks are observed on the edge of nugget or ITAB region. Because the theoretical stress analysis shows that the maximum stress locations are these regions. The high hardness and brittle microstructure of the fusion zone also causes this case [11,32]. When Figure 5 is examined, the fracture occurred in the fusion zone at 2, 3, 5, and 6 bar electrode pressures while ITAB region at 4 bar. Because, there are softening regions in the subcritical HAZ near base metals due to the martensite tempering at 4 bar. The presence of these softening zones affects the fracture locations during the tensile test [34,46].

4. Conclusions

In this study, RSW processes are applied to commercial automotive DP600 sheet steel under constant welding parameters with different electrode pressures. Tensile test was applied to the original material and Resistance spot welded samples at different electrode pressures (2,3,4,5,6 bar). The effect of the electrode compression forces on the tensile

strength and fracture modes of DP600 steel has been investigated. In general, the following results were obtained;

- 1) As the welding current increases, maximum load carrying capacity also increases at RSW. In this direction, an increase in maximum load carrying capacity up to 4 bar was observed. At electrode pressures of 5 and 6 bar, cracks occur because the sheets are over-heated due to the indentation by the electrodes. As a result, reduction in weld strength happened
- 2) Welding parameters, micro voids, steel chemical composition, microstructure, nugget diameter are crucial factors determining material strength and crack formation.
- 3) As the electrode pressure increased up to 4 bar, the welding current increased. Therefore, the high heat input occurred, peak load and size of the fusion zone increased.
- 4) The tensile strength of the DP600 steel increased up to 4 bar. Because it was seen that the tensile strength was directly proportional to the nugget diameter. But at higher values, the strength of the material was reduced. Also, it was seen that original material's strength decreases after RSW.
- 5) The preferred pullout type fracture mode was observed in all samples. In addition to this, it was seen that, pullout type fracture mode occurred in the fusion zone at 2, 3, 5, and 6 bar electrode pressures while ITAB region at 4 bar.

Acknowledgements

We would like to thank the Karabuk University Rectorate and BAP Project Coordinator for supporting this work.

References

- [1] Kelkar, A; Roth, R; Carl, J. Can aluminum be an economical alternative to steel. *JOM*, 53(8), 28–32, 2001.
- [2] Personal communication with Inland Ispat co.
- [3] Lindgren, C; Sperle, J.O; Jonsson, M. Fatigue strength of spot welded beams in high strength steels. *Weld World*, 37(1), 90–104, 1996.
- [4] Long, X; Khanna, S.K. Fatigue properties and failure characterization of spot welded high strength steel sheet, *International Journal of Fatigue*, 29, 879-886, 2007.
- [5] Ghanheri, A; Shafyei, A; Honarmand, M. Effects of inter-critical temperatures on martensite morphology, volume fraction and mechanical properties of dualphase steels obtained from direct and continuous annealing cycles, *Mater Des*, 62:305–19, 2014.
- [6] Onn, I.H; Ahmad, N; Tamin, M.N; Fatigue characteristics of dual-phase steel sheets, *Journal of Mechanical Science and Technology* 29 (1), 51-57, 2015.
- [7] Farabi, N; Chen, D; Zhou, Y. Fatigue properties of laser welded dual-phase steel joints. *Proced Eng*, 2:835–43, 2010.
- [8] Committee on Automotive Applications. Advanced high strength steel (AHSS) Application Guidelines. Brussels: International Iron and Steel Institute; 2005.
- [9] Sarwar, M; Priestner, R. Influence of ferrite–martensite microstructural morphology on tensile properties of dual phase steel, *J Mater Sci*, 31:2091–5, 1996.
- [10] Lee, J.H; Park, S.H; Kwon, H.S; Kim, G.S; Lee, C.S. Laser, tungsten inert gas and metal active gas welding of DP780 steel: Comprasion of hardness, tensile properties and fatigue resistance, *Materials and Design*, 64, 559-565, 2014.

- [11] Ma, C; Chen, D. L; Bhole, S.D; Boudreau, G; Lee, A; Biro, E. Microstructure and fracture characteristics of spot-welded DP600 steel, *Materials Science and Engineering A*, 485, 334-346, 2008.
- [12] Xu, J; Zhang, Y. S; Lai Xinmin; Chen, G. L. Experimental investigation of fatigue performance of spot welded dual phase sheet steels, *Science and Technology of Welding and Joining*; 13:8, 726-731, 2008.
- [13] I-CAR (2003) Porsche cayenne rocker panel sectioning change-A collision repair perspective. Technical information for the collision industry.
- [14] AISI Steel technology roadmap automotive. AISI, Southfield, pp 1-95, 2002.
- [15] Corus Research, Development & Technology Automotive Applications, Driving materials excellence: Material assessment for crash. Corus RD&T, IJmuiden, 2008.
- [16] Uzun, F; Bilge, A.N. The effect of carbon content and submerged arc welding process on hardness of carbon steels, *Journal for Foundations and Applications of Physics*, 4(1), 1-7, 2017.
- [17] Hayat, F. The effects of the welding current on heat input, nugget geometry, and themechanical and fractural properties of resistance spot welding on Mg/Al dissimilar materials. *Mater Des* 32:2476-2484, 2011.
- [18] Kulekci, M.K; Mendi, F; Sevim, I; Basturk, O. Fracture toughness of friction stir welded joints of AlCu4SiMg aluminium alloy. *Metallurgija* 44:209-213, 2005.
- [19] Shariati, M; Maghrebi, M.J. Experimental study of crack growth behavior and fatigue life of spot weld tensile-shear specimens, *J Appl Sci*, 9:438-448, 2009.
- [20] Williams, N.T. Resistance spot welding, in: D.L. Olson et al. (eds.), *ASM Handbook*, Vol. 6, ASM International, Materials Park, 226- 229, Ohio, USA, 1993.
- [21] Bentachfine, S; Pluvinage, G; Gilgert, J; Azari, Z; Bouami, D. Notch effect in low cycle fatigue. *Int J Fatigue*, 21:421-30, 1999.
- [22] Riesner, M; Sun, X; Wu, S; Hwang, H.Y; Low, E. Modeling and optimizing of structural joints in automotive applications, *Proc. of the Int. Crashworthiness Conf.*, pp. 2096, 2000, London.
- [23] Sun, X; Dong, P. Analysis of aluminium resistance spot welding processes using coupled finite element procedures, *Weld. J.*, 79(8), 215-221, 2000.
- [24] Radakovic D.J., Tumuluru, M., factors influencing fracture mode in resistance spot weld shear-tension testing of advanced high strength steels, Paper Presented at FABTECH International & AWS welding Show, 2006, Atlanta, GA.
- [25] Marya, M; Gayden, X. Q. *Welding Journal*, 85(11), 172-182, 2005.
- [26] Tong, W; Tao, H; Jiang, X; Zhang, N; Marya, M. P; Hector, L. G; Gayden, X. *Metall. Mater. Trans. A* 36, 2651-2669, 2006.
- [27] Peterson, W; Accorsi, I; Coon, T. Sheet Metal Welding Conference XII, (Paper 1-3), 2006, Detroit.
- [28] Joaquin, A; Elliott, A; Jiang, C. Sheet Metal Welding Conference XII, (Paper 1-2), 2006, Detroit.
- [29] Milititsky, M; Pakalnins, E; Jiang, C; Thompson, A. K. SAE Report 01-0520, Detroit, 2003.
- [30] Khan, M. I; Kuntz, M. L; Su, P; Gerlich, A; North, T; Zhou, Y. *Science and Technology of Welding and Joining*, 12, 175-182, 2007.
- [31] Khan, M. I; Kuntz, M. L; Zhou, Y. *Science and Technology of Welding and Joining* 13, 49-59, 2008.
- [32] Choi, H.S; Park, G.H; Lim, W.S; Kim, B.M. Evaluation of weldability for resistance spot welded single-lap joint between GA780DP and hot-stamped 22MnB5 steel sheets, *J Mech Sci Technol*, 25:1543-50, 2011.
- [33] Marashi, S.P.H; Pournavari, M; Salehi, M; Abedi, A; Kaviani, S. Overload failure behaviour of dissimilar thickness resistance spot welds during tensile shear test, *Mater Sci Tech-Lond*, 26:1220-5, 2010.
- [34] Zhang, H; Wei, A; Qiu, X; Chen, J. Microstructure and mechanical properties of resistance spot welded dissimilar thickness DP780/DP600 dual-phase steel joints, *Materials and Design* 54, 443-449, 2014.
- [35] Tong, W; Tao, H; Jiang, X; Zhang, N; Marya, M; Hector Jr, L. G; Gayden, X. Q. *Metall. Mater. Trans. A*, 36A, 2651-2669, 2005.
- [36] Wilson, B; Fine, T.E. SAE technical paper series, paper no. 810354, p 1, 1981.
- [37] Pan, N; Sheppard, S.D. Stress intensity factors in spot weld, *Eng Fract Mech* 70:671-684, 2003.
- [38] Darwish, S.M; Soliman, M.S; Al-Faheed, A.M. Manufacturing and characteristics of brass damping sheets, *J Mater Process Technol*, 79:66-71, 1998.
- [39] Chandel, R.S; Garber, S. Mechanical and metallurgical aspects of spot-welded joints, *Met Technol* 1:418-424, 1974.
- [40] Zuniga, S.M; Sheppard, S.D. Determining the constitutive properties of the heat-affected zone in a resistance spot weld, *Modeling Simul Mater Sci Eng A* 3:391-416, 1995.
- [41] Marya, M; Gayden, X.Q. Development of requirements for resistance spot welding dual-phase (DP600) steels part 1- the causes of interfacial fracture. *Weld Res* 11:172-182, 2005.
- [42] Baltazar Hernandez, V.H; Kuntz, M.L; Khan, M.I; Zhou, Y. Influence of microstructure and weld size on the mechanical behaviour of dissimilar AHSS resistance spot welds. *Sci Technol Weld Join* 13:769-776, 2008.
- [43] Chao, Y. J. *Sci. Technol. Weld. Join.*, 8, (2), 133-137, 2003.
- [44] Pournavari, M; Asgari, H. R; *Sci. Technol. Weld. Join.*, 12, (3), 217-225, 2007.
- [45] Hayat, F; Sevim, I. The effect of welding parameters on fracture toughness of resistance spot-welded galvanized DP600 automotive steel sheets, *Int J Adv Manuf Technol*, 58:1043-1050, 2012.
- [46] Khan, M. I; Kuntz, M. L; Biro, E; Zhou, Y. Microstructure and mechanical properties of resistance spot welded advanced high strength steels, *Materials Transactions*, 49(7), 1629-1637, 2008.
- [47] Kalpakjian, S., Schmid, S. R. *Manufacturing Processes for Engineering Materials* (Fourth Edition). New Jersey: Pearson Education, Inc. 2003.
- [48] Pal, T.K; Bhowmick, K. Resistance spot welding characteristics and high cycle fatigue behavior of DP 780 steel sheet, *ASM International*, 21, 280-285, 2012.
- [49] Yurioka, N; Suzuki, H; Ohshita, S; Saito, S. *Welding Journal*, 62(6), 147-153, 1983.
- [50] WorldAutoSteel. Advanced high strength steel (AHSS) application guidelines. 4th ed.; 2009. Available from: < www.worldautosteel.org > [cited 2013 Jun 30].
- [51] Davies, R. G; *Metall. Mater. Trans. A*, 9A, 671-679, 1978.
- [52] Davies, R; Influence of martensite composition and content on the properties of dual phase steels, *Metall Trans A*; 9A:671-9, 1978.
- [53] Daneshpour, S; Koçak, M; Riekehr, S; Gerritsen, C.H.J. Mechanical characterization and fatigue performance of laser and resistance spot welds, *Welding in the World*, 53, 221-228, 2009.
- [54] Marya, M; Gayden, X.Q. Development of Requirements for Resistance Spot Welding Dual Phase (DP 600) Steel Part 2: Statistical Analysis and Process Map, *Weld. J.*, 84(12), 197-204, 2005.
- [55] Japanese Industrial Standard Method of inspection for spot welds, JIS Z3140, 1989.
- [56] German Standard, Resistance Spot Welding, DVS 2923.
- [57] Chao, Y.J. Failure mode of spot welds: interfacial versus pullout, *Science and Technology of Welding & Joining*, 8(2), 133-137, 2003.

THE EFFECTS OF THE ELECTRODE TYPE ON MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF THE RSW OF DP600 STEEL

Huseyin KARAKUS^a, Bilge DEMIR^b, Muhammed ELITAS^{a*}

^a Karabuk University, Department of Manufacturing Engineering, Karabuk, Turkey,
E-mail: melitas@karabuk.edu.tr

^b Karabuk University, Department of Mechanical Engineering, Karabuk, Turkey

Abstract

In this paper, the effects of the electrode type on microstructure and hardness of the resistance spot welded junctions of DP steel were studied. Commercial galvanized DP sheet steel was used. Resistance spot welding (RSW), with changing electrode type according to geometry, has been carried out with constant weld time, weld current and weld pressure. Microstructure and hardness are depending on materials properties and weld parameter particularly heat input. Heat input is resulted from welding condition and parameters. Electrode tip type effects welding contact and heat transfer during RSW. Results showed that particularly spherical type electrode showed low heat input thus limited microstructure changing at heat affected zone. This have on positive effect on properties of the junctions. Depending on chemical composition of DP 600 harder phases generally formed at weld zone.

Keywords: DP, RSW, microstructure, hardness

1. Introduction

Demanding of gasoline yielding in automobile is leading to find thinking and find new structural materials. New materials are thought and researched for particularly their higher, good strength and ductility relationship by this way for reducing vehicle weight called body in white. To reduce vehicle weight top target of all vehicle producer particularly automobile producer. Because of that, aluminum alloys and advanced strength steel have been replaced to low carbon steels and HSLA. However, aluminum has lower density three time from steels using of aluminum in automobile construction is have been limited. Because of cost of the aluminum formability of the aluminum and weldability of the aluminum and so forth manufacturing processes their using in automobile construction is limited [1].

Advanced steels are defined and classified according to their metallurgical properties such as phases in microstructure, strength level, and manufacturing processes. Very common classes of advanced steel are Dual phase (DP), transformation induced plasticity steel (TRIP), ferritic-bainitic steel, complex phase steel, TWIP steel and so forth [2]. When compare to classic high strength steels advanced steels have higher yield and tensile strength yield ratio (yield strength ratio to tensile strength) higher uniform and total ductility and toughness and good formability, higher work hardening rate etc [3]. In this regard, advanced steels have unique properties in meaning of as automobile sheet steels and good obeying to manufacturing process [4]. Advanced steel has been produced generally made

using inter critical annealing and fast cooling or moderate cooling and austenizing and then moderate cooling. Depending on using different alloying elements and heat treatment's parameters and condition, advanced steels would be having proper phases in their microstructure [3,5,6].

Dual phase steel which is most famous sort of advanced steel has furthest using in automotive industry [7,8]. Common carbon content of the dual phase steel is between 0.05-0.2% and Mangan content is higher than 1.5% [9]. Dual phase steels; have been used for made of automotive parts' chassis, wheel, bumper etc. which is need to higher strength and ductility relationship. Because of the higher strength ductility is come from specific heat treatment of advanced steel and their specific phases contamination which are ferrite and martensite [10-12]. Transformation of the austenite phase to martensite during cooling from intercritical annealing leads to volume expanding and this is also lead to higher formation of the higher mobile dislocation density at ferrite phases near and around the martensite. Due to this higher mobile dislocation density and so early yielding and continues deformation behavior of dual phase steel have been explained by this higher dislocation density [13-15]. The same time this dislocation density is the reason of the good formability of dual phase steel [16].

Advanced steels would be joined by using lots of vary welding method such as resistance welding, arc welding and so forth but for sheet and car body resistance spot welding method is available due to not needed to extra material and adding material and thus this is the most used welding method in vehicle and car body. A car body may comprise higher than 3000 spot welding point [2], [5]. At resistance spot welding, due to Joule effect with local heating two or three bounded sheet upper each other can be welded [17]. Through to welded zone microstructural changings are occurred, this changing has a big effect on mechanical junctions and hardness increasing in advanced steel sheet [18-20]. Thus, for successfully using of advanced steel in industry particularly automotive resistance spot welding phenome of the advanced steel must be understood and characterized. Structural performance of the vehicle is depending on structural satisfying of the welded junctions [21,22].

Dual phase steels microstructure has BCC ferrite and BCT martensite [9,16,23-29]. However, after spot welding at nugget due to higher hardenability of the sheet material martensite phases dominant and general structure and martensite particle size is increases. Micro contamination, ferrite and martensite retained at HAZ to be different fusion zone. Previous researchers,

have been explained this situation as a results of uncompleted austenite transformation. When austenite grains are forming, grain growing that is limited by grain growing, martensite formation and thermal cycle [29-33]. There are lots of grain boundaries at HAZ so to growing of martensite is embedded [4,9].

Generally, at resistance spot welding if sheet thickness larger than 2 mm solidification time of fusion zone is lower than 3-4 weld cycle [34]. Cooling rate is changing between; for 2 mm sheet thickness is 2000 °C/s and for 0.5 mm sheet thickness is 105 °C/s [35]. This cooling rate for samples of RSW junction, it means that this cooling rate very much higher than cooling rate of martensite formation which is dependent on essentially chemical compositions. We can say that for general commercial DP steels cooling rate nearly 40-120 °C/s thus, at this samples fusion zone and partially HAZ zone are formed from martensite [33]. This meaning is there are strength but partially weakness structure at martensite zone depending on chemical compositions [32]. In addition, according to researcher, that higher strength dual phase sheet steels than DP600 sheet steel, has higher hardness. Dual phase steel with higher strength has higher carbon and Mangan concept. When optically investigated to microstructure of welding zone of the DP600 resistance spot welded samples, at HAZ region, structure have been partially refined martensite particles and at welding fusion zone have been coarse martensite structure. As reported by researcher [4] that, due to higher cooling rate after welding and so coarse martensite structure in welding zones, there was nearly two-time higher hardness than base metal (420 HV) [4].

Hardness is a strength criterion and reflects to loading on materials. Lots of material's properties such as plasticity, elasticity and their all related properties are strongly related with hardness. These are changeably by using vary heat treatment methods. Different heat treatment processes have strong effect on material's properties depending on their characteristic. Full annealing, improve ductility and decrease hardness. However, it causes to lower strength and it is appropriate to manufacturing process. Generally, it is used for low carbon and middle carbon steel. Normalization heat treated steel materials have higher strength and hardness than full annealed materials. Quenching is a strengthened method and its application is consisting of full austenizing at normalizing temperature and then quenching by using enough cooling rate. Its application is done after manufacturing process but cooling rapidly during manufacturing process containing heat input lead to also quenching effect. All this condition about heat treatment condition is appropriate to also resistance spot welding process. This process proves higher hardness in dual phase and general advanced steel [36]. It is clear that hardness has big effect on general mechanical properties so investigation on hardness for all processes gives useful knowledge.

Many researchers [36-46] have studied on hardness changing after manufacturing processes particularly viewing of the welding as a process has heat and cooling cycle. At fallows, some of them are given as example. Valesaco [37], reported that stainless steel

used in concrete building, welding process has a big effect on hardness and local changing of hardness would be important [37]. Some materials would be hardened before selling such as hardox sheet. Frydman [38] studied on hardox because of their quenched and tempered structures, He reported that welding cause to decrease to hardness so must be taken into account during design and service condition. Zieman at his study [39], emphasized that the same mentions with him. A study, with using ASTM-A529 steel containing Carbon, Mangan and has ultra-refined grain size used for short gun barrel. They welded this material with friction stir welding method and reported that hardness changing very effective [39,40]. Gural et al. [41] used different way to observe that they produced dual phase steel structure after welding and thus they aimed that decrease to welding processes on hardness and microstructure using ASTM 1010 steel grade and controlled atmosphere condition [41]. Acarer and Demir [42] welded dual phase steel to Al alloy sheet by using explosive welding. They reported that also in explosive welding at weld zone hardness is increasing [42]. Abdullah and Siddiqui [43] investigated the effect of the laser welding parameters on hardness with using low alloy steel and pre-annealing-last annealing. Klobcar [44], Li [45] also studied on hardness of welded materials. Hayat et. al. [46,47], researched resistance spot welded of IF and dual phase steels. They reported that RSW samples showed significant differences in hardness distributions between fusion zone, heat affected zone and the base metal. And so forth there are lots of study on hardness of welded samples.

Hardness has strongly effect on mechanical properties and there isn't enough study on RSW electrode tip type effect on welding, that way this study was carried out. With this study, four different electrode tip types were used and investigated hardness and microstructure of RSW samples. Selected electrode was made of industrial electrode materials, Cu materials. Their using may content some specific condition but the same time also all of them useable in the same processes in literature.

2. Experimental Studies

2.1. Material

In this study, commercial galvanized DP600 steel sheet having 1,2 mm thicknesses was used. Chemical composition of this steel sheet has been showed at Table 1. And microstructure have been giving at Fig. 1. DP 600 steel has two micro phases as ferrite and martensite and nearly 600 MPa tensile strength.



Figure 1. Microstructure of DP600 steel

Table 1. Chemical composition of DP600 steel (%) [5]

Steel	C	Mn	P	S	Si	Cu	Ni	Cr	Mo	Al	V	Cb
DP600	0.081	1.760	0.017	0.006	0.013	0.040	0.02	0.19	0.180	0.048	0.002	0.004

2.2. Spot Welding Conditions and Test Specimen

Resistance spot welding samples is prepared as 30x30x1,2 dimensions seen at Fig. 2. At this Fig. also seen that welding positions. Resistance welding electrodes have been made of commercial Cu and seen its chemical composition at Table 2.

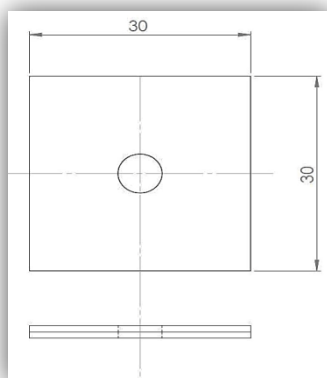


Figure 2. Schematic appearance of the welding samples and weld position

Table 2. Chemical composition of electrode (%)

Cu	Zn	P	Fe	S	Mn	Al	Ni
99.4	0.0115	0.0144	0.0207	0.150	0.0062	0.0054	0.0050

Resistance welding electrode have been carried out in four different tip forms. Electrode tip types have been given at Fig. 3. Resistance spot welding machine was semi-automatic which its facilities are controllable weld current, weld time, weld pressure, and water cooling system and so forth. For each group and parameters, samples were prepared as min. three number. Before welding sample's surfaces were cleaned by chemical against any cleaning failure that are may oil, dirtiness etc. welding process have been applied using constant 5kA weld current, 20 cycle weld time and 6 bar electrode pressure. Welding process diagram used in this study is given at Table 3 and Figure 4. as schematically.

Table 3. Parameters of welding process

Electrode tip type	Welding current, kA	Welding time, cycle	Electrode Pressure, bar
Flat R6	5	20	6
Conical R3	5	20	6
Conical round	5	20	6
Flat conical	5	20	6

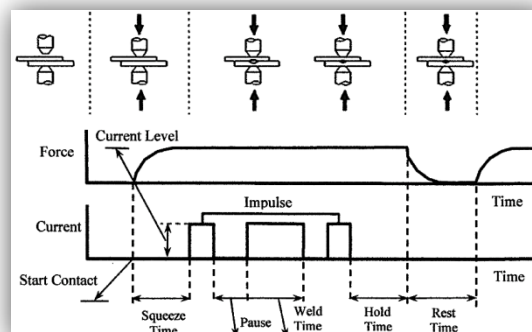


Figure 4. The schematic diagram of Welding process used in this study [46].

During all welding process for keeping constant to samples against to any acting due to pressure and sliding of electrode and keep to splashing in mould. This was specifically designed for spot weld samples as wood mould. This wood mould has fixed to samples and covered all side of its. It has two holes at plain side of it's for enough electrode contact.

2.3. Metallographic Study and Microhardness Testing

Samples were observed against to any failure in macro and investigated microstructurally. Transfer section of welded samples were prepared in transfers section by follow standards metallographic method. Polished samples surface was etched by using %2 nital etchant (2%nitric aside + %98 methanol). Optic study and weld nugget measuring were carried out by utilizing Nikon Epiphote 200 microscope. Welded samples' plain appearance was like at Fig. 5. This samples also was used for hardness measuring. At this Figure, also hardness's test points have been come out. Microhardness machine, Qness Q10A+ was used for hardness measuring with that it uses micro vickers test method and load was HV 1.

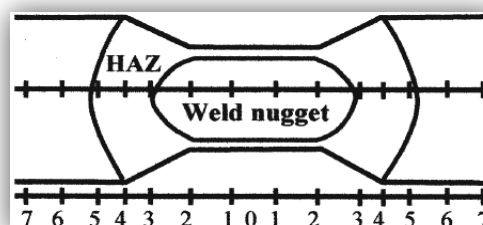


Figure 5. Welded samples' plain appearance with hardness test points [46]

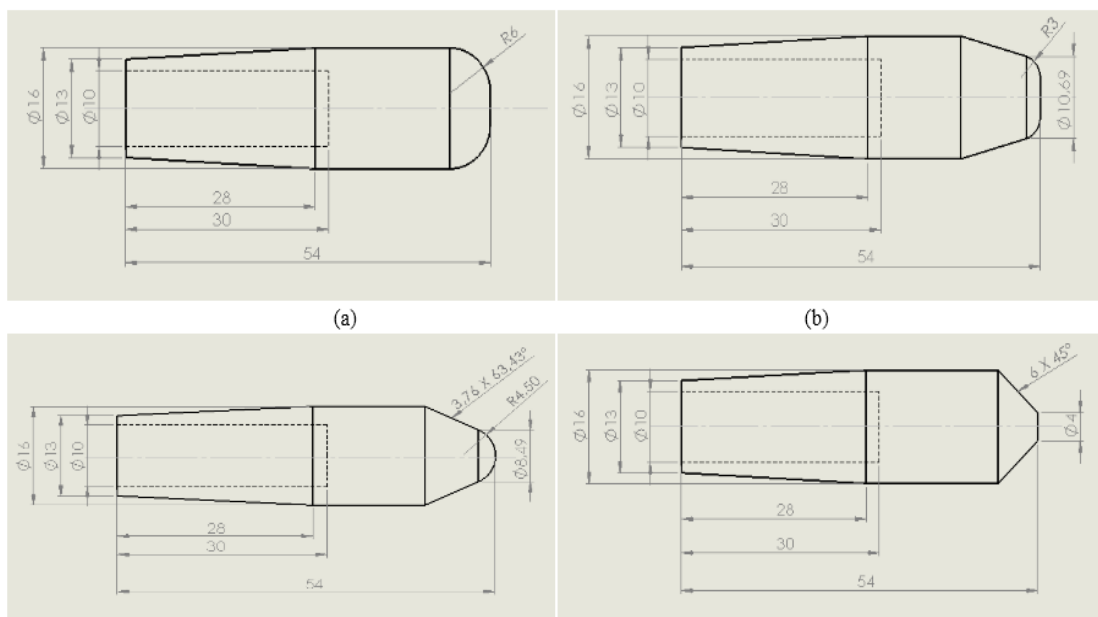


Figure 3. Technical drawings of electrode tip types a) Flat R6 b) Conical R3 c) Conical round d) Flat conical
 The same time, as seen Figures 6-7 electrode type directly affect to growing of weld nugget and geometry.

3. Experimental Results and Discussion

3.1. Microstructure

For understanding weld microstructure after welding and the effect of the weld microstructure on weld properties and performance require to understand base materials properties and welding effect on it particularly heat input. The crucial point in that, may local results and changing. Thus, microstructural analyses come to prominent position [2]. As mentioned and known in literature, the most difference characteristic of advanced steels is their microstructures [2].

This study commercial dual phase steel has ferrite and martensite contamination in their microstructures and with high hardenability due to high Mn alloying content. Consequently, there are main two keys factor in meaning of dual phase steel sheet materials. For explaining to changing in microstructure as keys factor in meaning of the weld procedure are heat input and reached temperature on the other words temperatures from which cooled. For whole define to these, simulation software and programme were excellent choice. Others may be use thermocouple or infrared temperatures measure apparatus. Yes, with these methods we may understand and measure all.

However, in this study, these methods remained another article and this another viewing. In this study with free from defining of temperature, we have just struggled to understand resulted microstructures and hardness in weld zone.

The microstructures of welded samples by using 5kA weld current, 6 bar electrode pressure and four different types electrode tip have been shown Fig. 8. As seen this Figure, particularly in fusion zone microstructures are formed by dominantly martensite and may little bainite however which any effort was done for separate to bainite from martensite, but any ferrite was observed. Their areas are changing with changing electrode type.

That haven't been mentioned in literature and any effort have been found gotten before. Another important thing may particles size of the martensite but also it has been remained. However, appearance of its microstructures, and if materials properties and weld parameters consider, lots of appropriate explaining and understanding could be done.



Figure 6. Macrostructures obtained at different electrode tip types and 5 kA welding current a) flat conical b) conical R3 c) conical round d) flat R6

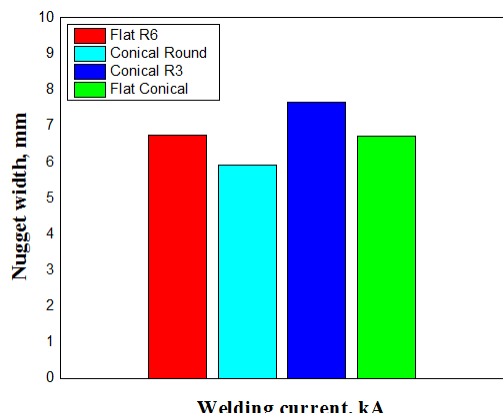


Figure 7. Nugget width obtained at different electrode tip types and at 5 kA welding current

Here we could say that as mentioned before, all microstructural changings are dependent on material properties of DP steel properly hardenability of this steel material, because of the high Mangan content and enough Carbon content and with weld zones heat input which leads to melting during welding processes. Cooling after melting has austenite formation at austenite region and austenite and ferrite at intercritical annealing regain but this is too short due to fast cooling. This is short because during cooling for ferrite formation from austenite needs to sometime [7,9,16,23-29]. However, due to fast cooling depending on water cooling of electrode and high heat transfer of copper electrode during holding stage and time after melting cooling of welded samples is very fast. During this period, due to not enough time to carbon impoverishment in austenite so escape from. In other words, critic cooling rate require for austenite transformation to martensite in this material due to alloying elements is not high and air cooling and water cooling of electrode enough for this [9,30,31,33]. Double effect of these lead to hardening in weld zone.

Heat effected zone of the samples also have showed martensite but this amount is decreasing from weld zone to base metal. Near to weld zone fully martensite and near to base metal dual phase steel like base metal or almost base metals. All this microstructure results of the thermal gradient which is occurred from fusion zone to base metal.

3.2. Microhardness Results

Because of the microstructure and alloy content of the materials, hardness of the materials has shown varies. For dual phase steel, the hardest phases are martensite and bainite. Hardening mechanism of the steels comprises to these two phases. Thus, we could say, if any steel has got martensite and bainite is quite harder. In addition to that alloying elements particularly Mn lead to good hardenability and so high hardness. Materials used in this study comprise all this both of before welding and after welding. Base metal has high hardness than to be required depending on alloying content and dual phase process. Then weld zones have also got higher hardness after welding too. In other words, Martensite is good barrier to resist against to dislocation slip actions and movements. Thus, it is very hard. During welding processes, very fast

heating and cooling cycle lead to austenite to martensite transformation. In welding, fusion zone cools from austenite phases, even some HAZ zone also cool from austenite and thus these zones have higher hardness. Some zone at HAZ cool from inter-critical area of the temperatures so these are having two phases, ferrite and martensite [9,48]. Base metal that near to weld zone is exposed to tempering due to low temperature. This is also very important for all properties. However, in literature, there aren't enough study on that but several studies shortly mentioned [2].

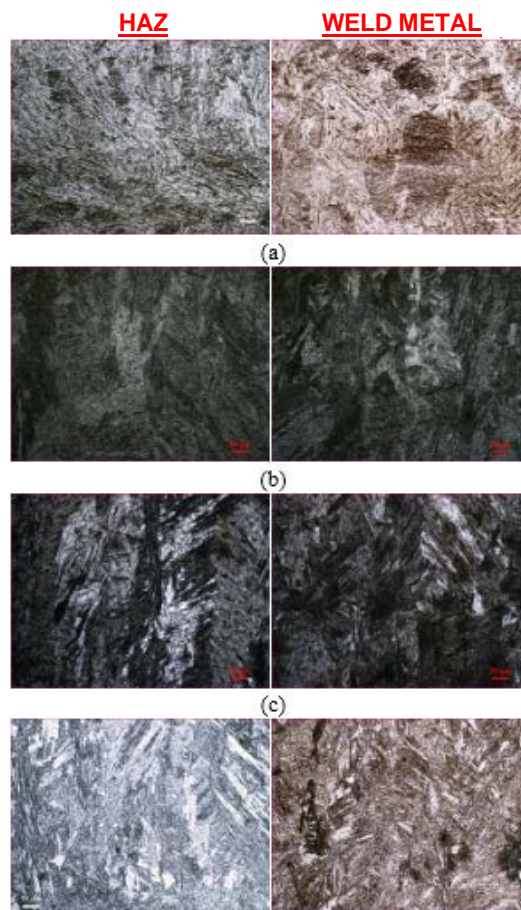


Figure 8. Microstructure images obtained at different electrode tip types a) conical round b) flat conical c) flat R6 d) conical R3

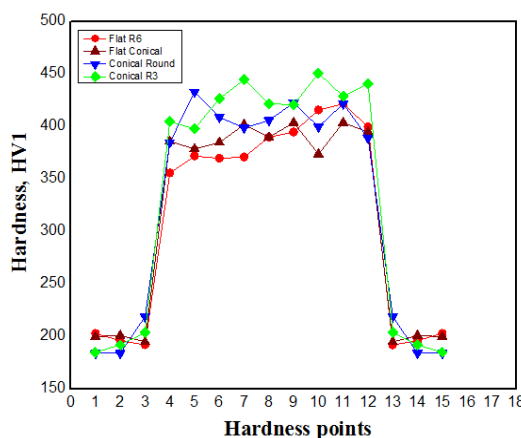


Figure 9. Hardness values obtained 5 kA welding current and different electrode tip types

Thus, hardness values of the samples, according to literature they are in usable gap for all tip type. To explain hardness depending martensite and bainite are true way [2,4,7,33]. Pal et. Al [9], reported that, Increasing of Heat input increases also generation of the higher amount of martensite deformation induction cause to higher hardness [9]. According to Callister [49], Hardness of martensite, in case exceeding 0,05% mass of Carbon content, is expected to be more than 350 HV. In this study, carbon contents of the used steel sheet materials were appropriate to this rule. And so, experimentally measured hardness of samples has affirmed to that. That, all weld metal hardness of the samples of different electrode tip types have shown bigger hardness value than 350 HV as seen Fig. 9. Higher hardness values have been observed at weld metal of the Conical R3 electrode tip type sample. Secondly, highest hardness values have been observed at weld metal of the Conical Round electrode tip type. These are probable due to their high-pressure effect depending on conical and rounded shape of them and so may grain refinement effect of them, in literature there aren't any knowledge about them particularly advanced steels for different electrode type.

4. Conclusions

In this study, in condition of constant weld current and using four different electrode tip types, resistance spot welding of the commercial DP600 steel have been studied in meaning of the hardness and microstructure because of their big effect on mechanical properties. The same approach for welding also is using by researcher. Conclusion's at follow have been made;

- ✓ Generally, for all samples it could be said that hardness of weld metal has more hardness value than base metal and heat affected zone. However, some difference is observed due to local which could be interpreted local hardness due to harder phase localization.
- ✓ All weld metals have showed martensite little bainite phases at their weld metal and showed changing phase structures from martensite to dual phase beginning weld metal through base metal but little area is dual phase when compared to in meaning their areas.
- ✓ Hardness of metals, has been measured highest hardness value at Flat R6 sample. Lower hardness value has been measured at conical R3 sample. HAZ harnesses of that have the same trend and value when compared.

Acknowledgements

We would like to thank the Karabuk University Rectorate and BAP Project Coordinator for supporting this work.

References

[1] Kelkar, A; Roth, R; Clarl, J. Can aluminum be an economical alternative to steel. JOM;53(8):28-32, 2001.
 [2] Khan, M. I.; Kuntz, M. L.; Biro, E.; Zhou, Y. Microstructure and mechanical properties of resistance spot welded

advanced high strength steels, Materials Transactions, 49(7);1629-1637,2008.
 [3] Long, X.; Khanna, S. K. Fatigue properties and failure characterization of spot welded high strength steel sheet, International Journal of Fatigue, 29: 879-886, 2007.
 [4] Ma, C.; Chen, D. L.; Bhole, S. D.; Boudreau, G.; Lee, A.; Biro, E. Microstructure and fracture characteristics of spot-welded DP600 steel, Materials Science and Engineering A; 485: 334-346, 2008.
 [5] Personal communication with Inland Ispat co.
 [6] Lindgren, C; Sperle, J.O; Jonsson M. Fatigue strength of spot welded beams in high strength steels. Weld World;37(1):90-104, 1996.
 [7] Holovenko, O.; Lenco, M. G.; Pastore, E.; Pinasco, M. R.; Matteis, P.; Scavino, G.; Firrao, D.; Microstructural and mechanical characterization of welded joints on innovative high-strength steels, La Metallurgia Italiana, 3; 3-12, 2013.
 [8] Harvath, C.D. The future revolution in automotive high strength steel usage, proc. Great Design in Steel Conf., American Iron and Steel Institute, South-field, 2004, Michigan.
 [9] Pal, T. K; Bhowmick, K. Resistance spot welding characteristics and high cycle fatigue behavior of DP780 steel sheet, ASM International; 21; 280-285, 2012.
 [10] G.R. Speich, "Dual-phase steels", in: J.R. Davis et al. (eds.), ASM Handbook, Vol. 1, ASM International, Materials Park, Ohio, USA, , 424- 429, 1990.
 [11] CEN prEN 10338, "Cold rolled flat products of multiphase steels for cold forming - technical delivery conditions", CEN, Bruxelles, 2010.
 [12] Ghanheri, A; Shafyei, A; Honarmand, M. Effects of inter-critical temperatures on martensite morphology, volume fraction and mechanical properties of dual phase steels obtained from direct and continuous annealing cycles. Mater Des; 62:305-19, 2014.
 [13] Farabi N, Chen D, Zhou Y. Fatigue properties of laser welded dual-phase steel joints. Proced Eng; 2:835-43, 2010.
 [14] Committee on Automotive Applications. Advanced high strength steel (AHSS) Application Guidelines. Brussels: International Iron and Steel Institute; 2005.
 [15] Sarwar, M; Priestner, R. Influence of ferrite-martensite microstructural morphology on tensile properties of dual-phase steel. J Mater Sci; 31:2091-5, 1996.
 [16] Technical Transfer Dispatch #6-Body Structure Materials, ULSAB-AVC Consortium, 2001.
 [17] N.T. Williams, "Resistance spot welding", in: D.L. Olson et al. (eds.), ASM Handbook, Vol. 6, ASM International, Materials Park, Ohio, USA, 1993, 226 - 229.
 [18] Khan, M.I.; Kuntz, M.L.; Su P.; Gerlich, A.; North T.; Zhou, Y.; Resistance and friction stir spot welding of DP600: a comparative study, Science and Technology of Welding and Joining, , 12,2, 175-182, 2007.
 [19] Shi, G.; Westgate; S.A, Optimising welding conditions for TRIP steels, TWI bulletin, May/June,16-7, 2006.
 [20] Ghosh, P.K.; Gupta, P.C; Avtar, R; Jha B.K. Weldability of intercritical annealed dual-phase steel with the resistance spot welding process, Welding Journal, 70,1,7-14,1991.
 [21] Riesner, M.; Sun, X.; Wu, S.; Hwang, H.Y; Low, E. Modeling and optimizing of structural joints in automotive applications, Proc. of the Int. Crashworthiness Conf., paper no. 2096, 2000, London.
 [22] Sun, X; Dong; P. Analysis of aluminium resistance spot welding processes using coupled finite element procedures, Weld. J.,79(8), 215-221, 2000.
 [23] Williams, N.T; Parker, J.D; Int. Mater. Rev. 2 45-75,2004.
 [24] Chien, C.S; E. Kannatey-Asibu Jr., Weld. J. 81 195-199, 2002.
 [25] Senkara, J; Zhang, H; Hu, S.J; Weld. J. 83, 123-132,2004.
 [26] Zhang, H; Weld. Res. Suppl. 11, 373-380,1999.
 [27] RWMA, Resistance Welding Manual, fourth ed., RWMA, Philadelphia, pp. 1-27, Chapter 24, 1989.
 [28] Wang, G; Barkey, M.E; Weld. J. 85, 84-90, 2006.
 [29] Marya, M; Gayden, X.Q; Weld. J. 84, 172-182, 2005.

- [30] El-Sayed, M.E; Stawiarski, T; Frutiger, R; Fatigue analysis of spot welded joints under variable amplitude load history, *Eng. Fract. Mech.*, 55(3), p 363–369,1996.
- [31] Gould, J.E; Khurana, S.P; Li, T; Prediction of microstructures when welding automotive advanced high-strength steels, *Weld. J.*, 85, 111-116, 2006.
- [32] Easterling, K. Introduction to the physical metallurgy of welding, second ed., Butterworth Heinemann, pp. 76–89, 191–209,1992.
- [33] Gould, J.E; Khurana, S.P; Li, T; *Weld. J.* 85,111–116, 2006.
- [34] Tumuluru, M.D; Great Designs in Steel Conference, MI, (Paper T4-8),2006.
- [35] Adams, C. M. *Welding Journal* 37, No. 5, 210–215, 1958.
- [36] Li Z; Duan, Y; Zhang, M; Shi, M; Zhu, F; Zhang, S. Effects of quenching process on mechanical properties and microstructure of high strength steel, *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, 27(6), 1024-1028, 2012.
- [37] Velasco, F; Blanco, G; Bautista, A; Martínez, M; Effect of welding on local mechanical properties of stainless steels for concrete structures using universal hardness tests, *Construction and Building Materials*, 23(5), 1883-1891, 2009.
- [38] Frydman, S; Konat, Ł; Pękalski, G. Structure and hardness changes in welded joints of Hardox steels, *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 8(4), 15-27, 2008.
- [39] Ziemian, C.W; Sharma, M.M; Whaley, D.E. Effects of flashing and upset sequences on microstructure, hardness, and tensile properties of welded structural steel joints, *Materials & Design*, 33, 175-184, 2012.
- [40] Ueji, R; Fujii, H; Cui, L; Nishioka, A; Kunishige, K; Nogi, K. Friction stir welding of ultrafine grained plain low-carbon steel formed by the martensite process, *Materials Science and Engineering A*, 423(1), 324-330, 2006.
- [41] Güral, A; Bostan, B; Özdemir, A. Heat treatment in two phase region and its effect on microstructure and mechanical strength after welding of a low carbon steel, *Materials & Design*, 28(3), 897-903, 2007.
- [42] Acarer, M; Demir, B, An investigation of mechanical and metallurgical properties of explosive welded aluminum–dual phase steel, *Materials Letters*, 62(25), 4158-4160, 2008.
- [43] Abdullah, H.A; Siddiqui, R.A; Concurrent laser welding and annealing exploiting robotically manipulated optical fibers, *Optics and lasers in engineering*, 38(6), 473-484,2002.
- [44] Klobčar, D; Tušek, J; Taljat, B; Kosec L; Pleterski, M; Aging of maraging steel welds during aluminium alloy die casting, *Computational Materials Science*, 44(2), 515-522,2008.
- [45] Li, C; Wang, Y; Zhang, Z; Han, B; Han, T. Influence of overlapping ratio on hardness and residual stress distributions in multi-track laser surface melting roller steel, *Optics and Lasers in Engineering*, 48(12), 1224-1230, 2010.
- [46] Hayat, F; Demir, B; Acarer, M; Aslanlar, S. Effect of weld time and weld current on the mechanical properties of resistance spot welded IF (DIN EN 10130-1999) steel, *Kovove Materialy*, 47, 11-17,2009.
- [47] Hayat, F; Demir, B; Acarer M. “Tensile shear and microstructural properties of resistance spot welded low carbon Mn-Ni dual-phase steels”, *Metal Science and Heat Treatment*, 49, 9-10, 484-489,2007.
- [48] Uzun, F; Bilge, A. N. The effect of carbon content and submerged arc welding process on hardness of carbon steels, *Journal for Foundations and Applications of Physics* 4(1); 1-7,2017.
- [49] Callister, W. D. *Fundamentals of Materials Science and Engineering*, (John Wiley and Sons Ltd, 2004).

EVALUATION OF THE MACHINABILITY OF PLASTIC MOLD STEELS AISI 1148 STEEL

PLASTİK KALIP ÇELİKLERİNDEN AISI 1148 ÇELİĞİNİN İŞLENEBİLİRLİĞİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Mahir AKGÜN^a, Barış ÖZLÜ^a Halil DEMİR^b

^a Aksaray Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Aksaray
mahirakgun@aksaray.edu.tr – barisozlu@aksaray.edu.tr

^b Karabük Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, İmalat Mühendisliği, Karabük
hdemir@karabuk.edu.tr^b

Özet

Plastik enjeksiyon kalıplama yöntemi ile plastik malzemeler günlük hayatta kullanılan birçok ürüne dönüştürülmektedir. Plastik enjeksiyon kalıplarının yüksek hassasiyetle imal edilebilmesi için kullanılan malzemenin işlenebilirlik özelliğinin bilinmesi gerekmektedir. Bu çalışmada, AISI 1148 çeliği CNC dik işleme merkezinde kuru kesme şartlarında işlemeye tabi tutulmuştur. Kesme parametrelerinin yüzey pürüzlülüğü üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Düşük kesme hızlarında ve ilerleme hızlarında iyi bir bitirme yüzeyinin elde edilebileceği belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: AISI 1148 Çeliği, Kalıp İşlenebilirlik

Abstract

Plastic materials by using plastic injection molding method are transformed into many products which used in daily life. The machinability properties of the materials used in plastic injection molds in high precision manufacture need to be known. In this study, AISI 1148 steel was subjected to machining processing in CNC vertical machining center under the dry cutting conditions. The effects of cutting parameters on surface roughness have been investigated. It has been determined that a good finishing surface can be obtained low cutting speeds and feed speeds.

Keywords: AISI 1148 Steel, Mold, Machinability

1. Giriş

Mühendislik malzemelerinden olan plastiklerin gün geçtikçe kullanım alanı genişlemektedir. Bu malzemelerin şekillendirilmesinden önemli yeri olan kalıplama sektörü tüm dünya ülkelerinin teknolojik ve ekonomik tabanını oluşturmaktadır. Karmaşık ve girift şekillere sahip plastik ürünlerin büyük bir kısmı plastik enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilmektedir. Plastik enjeksiyon kalıplarının genellikle kalıp maliyeti çok yüksektir. Ancak, tek bir kalıpla yüksek hassasiyetli, özdeş birçok parça üretilebilir ve parça sayısı çok fazla olduğu için parça başına maliyet düşüktür.

Bir kalıp imalatında, kalıplama koşulları ve işleme parametreleri önemlidir. Kalıplama işleminin verimliliği, kalıp ve ürün malzemesi, parça tasarımı ve kullanılan kalıp elemanları gibi faktörlerden etkilenmektedir ve bu faktörler plastik ürünlerin kalitesini belirlenmesi

konusunda etkin bir rol oynamaktadır. Kalıp imalatında kullanılan malzemenin işlenebilirliğinin belirlenmesi ürünün maliyeti ve yüzey kalitesinin geliştirilmesinde önem arz etmektedir. Literatürde plastik kalıp çelikleri üzerine yapılan birçok çalışma vardır [1-6]. Karaağaç ve arkadaşları plastik enjeksiyon kalıplarında maliyet tahmini üzerine bir çalışma gerçekleştirmişlerdir [7]. Döndüren ve Karacasulu plastik enjeksiyon kalıplarında PVC (Polivinil Klorür) ve PC (Polikarbonat) için en uygun kalıp çeliği seçimini araştırmışlardır. PVC (Polivinil Klorür) ve PC (Polikarbonat) polimerleri; AISI 420F paslanmaz plastik kalıp takım çeliği, AISI P20 plastik kalıp takım çeliği, AISI H11 sıcak iş takım çeliği ve AISI Ç1040 karbon çeliğinden yapılmış plastik enjeksiyon kalıplarına enjekte etmişler. Elde edilen ürünlerde sertlik, yoğunluk, çekme dayanımı ve anorganik dolgu yüzdesi (kül) deneyleri yaparak elde edilen sonuçlar karşılaştırılarak en uygun kalıp çeliğine karar vermişlerdir. Sonuçlar her plastik için farklı çeliklerin kullanılması gerektiğini göstermiştir [8].

Plastik enjeksiyon kalıplama yöntemi ile bir çok plastik malzeme günlük hayatta kullandığımız bir çok ürüne dönüşmektedir. Plastik enjeksiyon kalıplarının yüksek hassasiyetle imal edilebilmesi için kullanılan malzemenin işlenebilirlik özelliğinin bilinmesi gerekmektedir. Ayrıca kalıp çekirdeğinin yüzey kalitesi elde edilecek ürünün yüzey kalitesi ile doğru orantılıdır. Kalıp çekirdeğinin yüzey kalitesinin geliştirilmesi ürününde yüzey kalitesinin artmasına neden olacaktır. Bu nedenle bu çalışmada plastik kalıp çeliği olan AISI 1148 (UHB 11) çeliğinin işlenebilirlik özelliği kesme parametrelerine bağlı olarak yüzey pürüzlülüğü üzerinden ortaya koyulmaya çalışılmıştır.

2. Materyal Metot

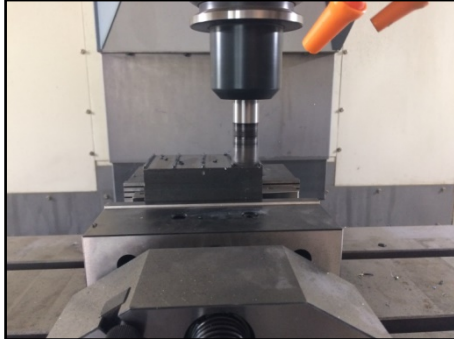
İşleme deneyleri, AISI 1148 çeliği (100x100x40 mm) üzerinde Hannsa YTH 10700 marka CNC dik işleme merkezinde gerçekleştirilmiştir. Kullanılan CNC dik işleme merkezi, maksimum 6000 devir ve 10 kW gücü sahiptir. AISI 1148 çeliğinin kimyasal bileşimi Tablo I'de verilmiştir. İşleme deneylerinde soğutma sıvısı kullanılmamıştır. İşleme parametreleri, ISO 3685 standardına uygun olarak belirlenmiştir [9]. Tablo II'de işleme parametreleri ve Şekil 1'de deney düzeneğine ait görüntü verilmiştir.

Tablo I. AISI 1148 çeliğinin kimyasal bileşimi

C	Si	Mn	P	S
0,46	0,2	0,46	0,03	0,03

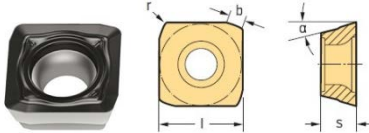
Tablo II. Deneylerde kullanılan işleme parametreleri ve seviyeleri

Kontrol faktörleri	Seviye I	Seviye II	Seviye III	Seviye IV
Kesme hızı (m/dk)	200	210	220	230
İlerleme hızı (mm/diş)	0,1	0,2	-	-
Talaş derinliği (mm)	2	-	-	-



Şekil 1. Deney düzeneğinin görüntüsü

Deneylerde kullanılan kesici takımlar Walter firması tarafından SDMT06T204-F57 formunda imal edilmiştir ve kesici takım kalitesi üretici firma tarafından WKP35S olarak kodlanmıştır. Şekil 2 de kullanılan kesici ucun görüntüsü ve ürün bilgileri verilmiştir.



Kesici uç bilgileri (mm)				
s	l	α	b	r
2,78	6,35	15°	1,2	0,4

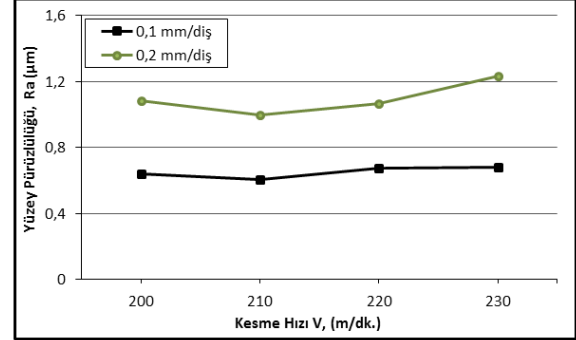
Şekil 2. Kesici ucun görüntüsü ve ürün bilgileri

Mitutoyo SurfTest SJ-210 model yüzey pürüzlülük cihazı ile işlenmiş yüzeyler üzerinde yüzey pürüzlülüğü ölçümleri işleme yönüne paralel olarak üç farklı noktada yapılmıştır.

3. Deney Sonuçları ve Tartışma

Plastik enjeksiyon kalıplarının yüksek hassasiyetle imal edilebilmesi için kullanılan malzemenin işlenebilirlik özelliğinin bilinmesi gerekmektedir. Ayrıca kalıp çekirdeğinin yüzey kalitesi elde edilecek ürünün yüzey kalitesi ile doğru orantılıdır. AISI 1148 kalıp çeliği dört farklı (200, 210, 220 ve 230 m/dak) kesme hızında, iki farklı ilerleme hızında (0,1 ve 0,2 mm/diş) ve sabit talaş derinliğinde (2 mm) işleme deneylerine tabi tutulmuştur. Şekil 3'de verilen yüzey pürüzlülüğü değerleri yapılan deneylerde ölçülen üç yüzey pürüzlülük değerlerinin aritmetik ortalaması alınmıştır. Şekil 3'de sabit talaş derinliğinde kesme hızının ve ilerleme hızının yüzey

pürüzlülüğü değerleri üzerindeki etkilerini göstermektedir.



Şekil 3. AISI 1148 çeliğinin işlenmesi sonucunda elde edilen yüzey pürüzlülüğünün kesme hızı ve ilerleme hızına göre değişimi

200 m/dak kesme hızında yapılan deneylerde, en düşük yüzey pürüzlülük değerleri (0,7 μ m) 0,1 mm/diş ilerleme miktarında oluşmuştur. Ancak ilerleme miktarı (0,2 mm/diş) artırılarak yapılan deneylerde ilerleme miktarı ile doğru orantılı olarak yüzey pürüzlülük değeri yaklaşık olarak %100 artmıştır. Kesme hızı artırılarak (200 m/dak) yapılan deneylerde yapılan deneylerde yüzey pürüzlülük değerleri yaklaşık %10-15 oranında düşük oluşmuştur. Kesme hızının artmasıyla yüzey pürüzlülük değerlerinin azalması yığıntı talaş oluşma (BUE) eğiliminin azalmasıyla açıklanabilir. Çünkü artan kesme hızıyla sıcaklık artar ve sıcaklığın artmasıyla kesici uçta yığıntı talaş sertliğini ve dayanımını kaybeder. Devam eden kesme sürecinde üzerine gelen gerilmelere dayanamayıp kesici uçtan uzaklaştırılır. Dolayısı ile yüksek kesme hızlarında iş parçalarının işlenmesi, işleme zamanının azaltılmasının yanında, yığıntı talaş oluşumunu azaltmak ve yüzey pürüzlülük değerlerinin düşmesi sağlanmaktadır. 220 m/dak kesme hızında ve 230 m/dak kesme hızlarında yapılan deneylerde en yüksek yüzey pürüzlülük değerleri oluşmuştur. Yüzey pürüzlülük değerinin yüksek çıkmasının nedeni yapılan deneylerde talaş derinliğinin fazla olması talaş kesitinin artırarak kesme kuvvetlerini artırmaktadır. Yüksek kesme hızı ve yüksek kesme kuvvetleri kesici takımın titreşmesine ve yüksek kesme hızlarında aşınmasına neden olmaktadır. Bu nedenle yüzey pürüzlülük değerlerinin de yüksek değerlerde oluşmasının nedeni olarak düşünülmektedir. En yüksek yüzey pürüzlülük değeri 0,2 mm/diş ilerleme hızında 230 m/dak kesme hızında yapılan deneylerde (1,23 μ m) ölçülmüştür. En düşük yüzey pürüzlülük değeri 0,1 mm/diş ilerleme hızında 210 m/dak kesme hızında deneylerde (0,605 μ m) ölçülmüştür.

Kalıp imalatında kullanılan AISI 1148 çeliği ile yapılan 0,1 mm/diş ilerleme hızında deneylerde, yüzey pürüzlülük değerleri makine parçalarının taşlanmasıyla elde edilen yüzey pürüzlülük değerlerine yakın değerlerde olduğu görülmüştür. Bu sonuç AISI 1148 çeliğinin düşük ilerleme miktarlarında işlenmesi ile ikinci bir işleme gerek kalmadan bitirme işlemi olarak nitelendirilebilecek özelliktedir.

AISI 1148 çeliği, 200, 210, 220, 230 m/dak kesme hızlarında, 0,1 ve 0,2 mm/diş ilerleme miktarlarında yapılan denelerin hepsinde ilerleme miktarları yüzey pürüzlülük değerlerini yaklaşık % 100 artırmıştır.

4. Sonuçlar

AISI 1148 kalıp çeliğinin frezeleme yöntemi ile yapılan işlenebilirlik deneylerinden elde edilen sonuçlar aşağıda belirtilmiştir:

- ✓ En düşük yüzey pürüzlülük değeri 0,1 mm/diş ilerleme hızında 210 m/dk kesme hızında yapılan deneylerde (0,605 µm) belirlenmiştir.
- ✓ En yüksek yüzey pürüzlülük değeri 0,2 mm/diş ilerleme hızında 230 m/dk kesme hızında yapılan deneylerde (1,23 µm) ölçülmüştür.
- ✓ AISI 1148 çeliği, 200, 210, 220, 230 m/dak kesme hızlarında, 0,1 ve 0,2 mm/diş ilerleme miktarlarında yapılan denelerin hepsinde ilerleme miktarları yüzey pürüzlülük değerlerini yaklaşık % 100 artırmıştır.
- ✓ Kalıp imalatında kullanılan AISI 1148 çeliği ile yapılan 0,1 mm/diş ilerleme hızında deneylerde, yüzey pürüzlülük değerleri makine parçalarının taşlanmasıyla elde edilen yüzey pürüzlülük değerlerine yakın değerlerde olduğu görülmüştür.
- ✓ Bu sonuç AISI 1148 çeliğinin düşük ilerleme miktarlarında işlenmesi ile ikinci bir işleme gerek kalmadan bitirme işlemi olarak nitelendirilebilecek özelliğindedir.

Kaynaklar

- [1] Rech, J., Le Calvez, C., & Dessoly, M. (2004). A new approach for the characterization of machinability—application to steels for plastic injection molds. *Journal of Materials Processing Technology*, 152(1), 66-70.
- [2] Park, H. S., & Dang, X. P. (2017). Development of a smart plastic injection mold with conformal cooling channels. *Procedia Manufacturing*, 10, 48-59.
- [3] Gopalsamy, B. M., Mondal, B., & Ghosh, S. (2009). Taguchi method and ANOVA: An approach for process parameters optimization of hard machining while machining hardened steel.
- [4] Kumar, A. S., Durai, A. R., & Sornakumar, T. (2003). Machinability of hardened steel using alumina based ceramic cutting tools. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 21(3), 109-117.
- [5] Kiyak, M., & Cakır, O. (2007). Examination of machining parameters on surface roughness in EDM of tool steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 191(1), 141-144.
- [6] Ekmekci, B., Elkoca, O., & Erden, A. (2005). A comparative study on the surface integrity of plastic mold steel due to electric discharge machining. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 36(1), 117-124.
- [7] Karaağaç, İ., Uluer, O., Gürün, H., & Mert, F. Plastik Enjeksiyon Kalıplarında Maliyet Tahmini. 1st International Symposium on Plastic and Rubber

Technologies and Exhibition 29 - 31 May 2013, Ankara, Turkey

[8] Döndüren, H. V., Karacasulu, S. S. (2015). Plastik Enjeksiyon Kalıplarında PVC (Polivinil Klorür) ve PC (Polikarbonat) İçin En Uygun Kalıp Çeliği Seçimi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 19(2).

[9] ISO 3685, "Tool-Life Testing With Single-Point Turning Tools", (1993).

EVALUATION OF THE MACHINABILITY OF AISI D2 STEEL USED IN THE INDUSTRY DIE/MOLD

KALIP VE KALIP ELEMANLARI ENDÜSTRİSİNDE KULLANILAN AISI D2 ÇELİĞİNİN İŞLENEBİLİRLİĞİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Mahir AKGÜN^a, Barış ÖZLÜ^a, Hasan BALLIKAYA^b, Hasan Basri ULAŞ^c

^a Aksaray Üniversitesi, Teknik Bilimler MYO, Aksaray/TÜRKİYE, mahirakgun@aksaray.edu.tr barisozlu@aksaray.edu.tr

^b Aksaray Üniversitesi, ASÜBTAM, Aksaray/TÜRKİYE

^c Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi, bulas@gazi.edu.tr

Özet

Bu çalışmada kalıp endüstrisinde oldukça yaygın olarak kullanılan AISI D2 (DIN 1.2379) soğuk iş takım çeliğinin deneysel olarak işlenebilirliği araştırılmıştır. AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin işlenebilirliğinin belirlenmesi, kesme parametrelerine bağlı olarak yüzey pürüzlülüğü üzerinden yapılmıştır. İşleme deneyleri, CNC dik işleme tezgahında kanal frezeleme işlemine göre kuru kesme şartlarında yapılmıştır. Kesme parametresi olarak, dört farklı kesme hızı, iki farklı ilerleme miktarı ve sabit talaş derinliği belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: AISI D2 Steel, İşlenebilirlik

Abstract

In this study, in mold industry has become widely used AISI D2 (DIN 1.2379) cold-work tool steel is investigated as experimentally of the machinability. Determining of the machinability of AISI D2 cold work tool steel, the surface roughness was carried out depending on the cutting parameters. Machining experiments were carried out under dry cutting conditions according to the channel milling process in CNC vertical machining center. The cutting parameters was determined four different cutting speeds, two different feed rates and fixed depth of cut.

Keywords: AISI D2 Steel, Machinability

1. Giriş

Kalıp imalat endüstrisinde, kalıp çekirdeklerinin kısa sürede ve en iyi yüzey kalitesinde üretilmesi büyük önem arz etmektedir. İşlenen kalıp çekirdeklerinin yüzey pürüzlülük değerleri, kalıp parlatma süresini ve kalıp maliyetini artırmaktadır.[1] Bu nedenle kalıpcılık sektöründe kullanılan malzemelerin işlenebilirliğinin tespit edilmesinde yüzey pürüzlülüğünü etkileyen işleme parametrelerinin kontrol altına alınması gerekmektedir. Yüzey pürüzlülüğü temel olarak talaşlı imalat operasyonlarında kesme parametrelerinden, takım geometrisinden ve işleme şartlarından etkilenir. Bir ürünün yüzey kalitesinin artırılması ve en etkin kesme parametrelerinin belirlenebilmesi için yüzey pürüzlülüğünün ölçülmesi ve karakterize edilmesi gerekmektedir.

Literatürde AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin işlenebilirliğinin belirlenmesi üzerine yapılan birçok çalışma vardır. [2-5] Gaitonde ve arkadaşları AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin işlenebilirliğini araştırmışlardır. Elde edilen sonuçlara göre kesme kuvvetini en aza indirebilmek için düşük kesme hızı, ilerleme hızı ve talaş derinliğinin temel parametreler olduğunu tespit etmişlerdir. Buna ek olarak iyi bir bitirme yüzeyinin ise ortalama kesme hızlarında, düşük talaş derinliği ve ilerleme hızında elde edilebileceğini belirlemişlerdir. [6] Çiçek ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin delinmesinde, M35 HSS matkaplara uygulanan derin kriyojenik işlemin takım ömrü, takım aşınması, mikro yapı ve mikro sertlik üzerine etkileri araştırmışlardır. Kriyojenik işlem uygulanan takımlar takım aşınması ve takım ömrü bakımından konvansiyonel işlem uygulanan takımlara göre daha iyi sonuç elde etmişlerdir.[7] Karabatak ve Kara AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin sert tornalanmasında yüzey pürüzlülüğünün deneysel optimizasyonu üzerine bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Anova analizine göre yüzey pürüzlülüğü üzerindeki en etkili parametrenin ilerleme hızı daha sonra sırasıyla kesme hızı ve kesme derinliği olduğunu tespit etmişlerdir.[8] Şirin ve arkadaşları Taguchi metodu kullanarak AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin frezelenmesinde yüzey pürüzlülüğünün optimizasyonu üzerine bir çalışma yapmışlardır. Anova analizi ve deney sonuçlarına göre en etkin parametrelerin sırasıyla kesme hızı, ilerleme hızı ve malzeme sertliği olduğunu tespit etmişlerdir.[9]

Bu çalışmada kalıp endüstrisinde oldukça yaygın olarak kullanılan AISI D2 (DIN 1.2379) soğuk iş takım çeliğinin frezeleme yöntemiyle işlenmesi sonucu oluşan yüzey pürüzlülüğü değerleri üzerine kesme hızı, ilerleme hızı ve talaş derinliğinin etkilerinin deneysel olarak araştırılması amaçlanmıştır.

2. Materyal Metot

Deney malzemesi olarak, endüstride yaygın olarak kullanılan AISI D2 soğuk iş takım çeliği (100x100x40 mm) kullanılmıştır. AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin kimyasal bileşimi Tablo I'de verilmiştir. İşleme deneyleri, Hannsa YTH 10700 marka CNC dik işleme merkezinde gerçekleştirilmiştir. Kullanılan CNC dik işleme merkezi, maksimum 6000 devir ve 10 kW gücü sahiptir. İşleme parametreleri, ISO 3685 standardına uygun olarak belirlenmiştir[10]. Tablo II'de işleme

parametreleri ve Şekil 1'de deney düzeneğine ait görüntü verilmiştir. Deneyler esnasında soğutma sıvısı kullanılmamıştır.

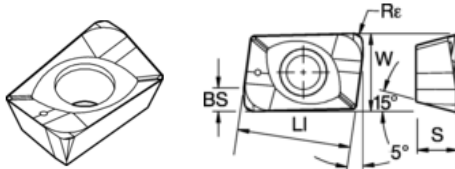
Tablo I. AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin kimyasal bileşimi.

C	Si	Mn	Cr	Mo	V
1.56	0.344	0.46	11.24	0.82	0.718

Tablo II. Deneylerde kullanılan işleme parametreleri ve seviyeleri

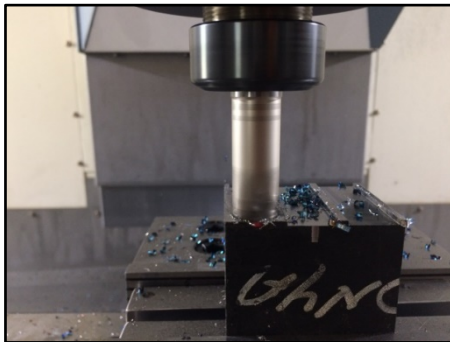
Kontrol faktörleri	Seviye I	Seviye II	Seviye III	Seviye IV
Kesme hızı (m/dk)	250	350	450	550
İlerleme hızı (mm/diş)	0,1	0,2	-	-
Talaş derinliği (mm)	2	-	-	-

Deneylerde kullanılan kesici takımlar Kennametal firması tarafından ADPT1035PDERGC formunda imal edilmiştir. Kesici takım kalitesi üretici firma tarafından KC522M olarak kodlanmıştır. Şekil 2'de kullanılan kesici ucun görüntüsü ve ürün bilgileri verilmiştir. Mitutoyo SurfTest SJ-210 model yüzey pürüzlülük cihazı ile işlenmiş yüzeyler üzerinde yüzey pürüzlülüğü ölçümleri işleme yönüne paralel olarak üç farklı noktada yapılmıştır.



Kesici uç bilgileri (mm)				
LI	W	S	BS	Re
10	6,7	3,5	2	0,76

Şekil 2. Kesici ucun görüntüsü ve ürün bilgileri



(a)

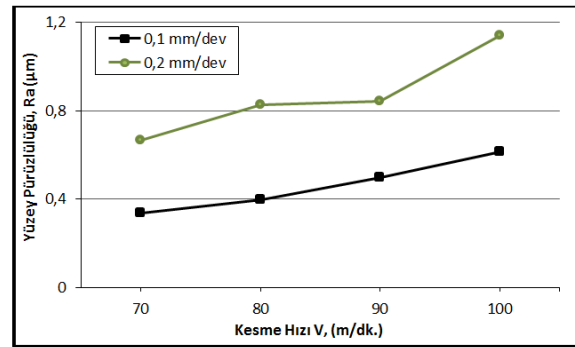


(b)

Şekil 1 Deney düzeneği ve yüzey pürüzlülüğü ölçümü görüntüsü

3. Deney Sonuçları ve Tartışma

AISI D2 malzemesi dört farklı kesme hızında, iki farklı ilerleme hızında ve sabit talaş derinliğinde işleme deneylerine tabi tutulmuştur. İşleme deneyleri sonrası elde edilen yüzey pürüzlülüğünün üç farklı noktadan ölçülmesiyle yüzey pürüzlülüğü grafiği oluşturulmuştur. Şekil 3'de sabit talaş derinliğinde kesme hızının ve ilerleme hızının yüzey pürüzlülüğü üzerindeki etkilerini göstermektedir.



Şekil 3. AISI D2 çeliğinin işlenmesi sonucunda elde edilen yüzey pürüzlülüğünün kesme hızı ve ilerleme hızına göre değişimi

Artan ilerleme hızına bağlı olarak her dört kesme hızında yüzey pürüzlülük değerlerinin arttığı görülmektedir. 70 m/dak kesme hızında yapılan deneylerde, en düşük yüzey pürüzlülük değeri (0,339 µm) 0,1 mm/diş ilerleme miktarında oluşmuştur. Ancak ilerleme miktarı (0,2 mm/diş) artırılarak yapılan deneylerde ilerleme miktarı ile doğru orantılı olarak yüzey pürüzlülük değeri yaklaşık olarak %100 artmıştır. Kesme hızının artmasıyla yüzey pürüzlülük değerlerinin artması artan kesme hızıyla sıcaklığın artması ve devam eden kesme sürecinde kesici takımın üzerine gelen gerilmeler takımın aşınmaya neden olması ile açıklanabilir. En düşük yüzey pürüzlülük değeri 70 m/dk kesme hızında 0,1 mm/diş ilerleme hızında 0,339 µm olarak ölçülmüştür. En yüksek yüzey pürüzlülük değeri 0,2 mm/diş ilerleme hızında 100 m/dk kesme hızında yapılan deneylerde 1,92 µm ölçülmüştür.

Elde edilen yüzey pürüzlülük değerinin kalite değeri taşlama gibi hassas talaş kaldırmaya karşılık gelmektedir. Bu sonuç hassas kalıp çekirdeği imalatında iyi bir bitirme yüzeyi elde edilebileceğinin bir

göstergesidir. İlerleme hızının yüzey pürüzlülüğü değerleri üzerinde büyük bir etkisinin olduğu görülmüştür.

4. Sonuçlar

AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin frezeleme yöntemi ile yapılan işlenebilirlik deneylerinden elde edilen sonuçlar aşağıda belirtilmiştir:

- ✓ En düşük yüzey pürüzlülük değeri 70 m/dk kesme hızında 0,1 mm/diş ilerleme hızında (0,339 μm) olarak ölçülmüştür.
- ✓ En yüksek yüzey pürüzlülük değeri 0,2 mm/diş ilerleme hızında 100 m/dk kesme hızında yapılan deneylerde (1,192 μm) ölçülmüştür.
- ✓ (70, 80, 90, 100 m/dak) kesme hızlarında, 0,1 ve 0,2 mm/diş ilerleme miktarlarında yapılan deneylerde, ilerleme hızı yüzey pürüzlülüğü değerlerini önemli derecede etkilemiştir. artan ilerleme hızı ile yüzey pürüzlülük değerlerinin yaklaşık %90 arttığı tespit edilmiştir.
- ✓ AISI D2 çeliğinin düşük ilerleme miktarlarında işlendiğinde ikinci bir işleme gerek kalmadan hassas kalıp çekirdeği imalatında iyi bir bitirme yüzeyi elde edilebileceğinin bir göstergesidir.

Kaynaklar

- [1]. Mert, F., Uluer, O., Gültaş, A., Özdemir, A. (2008). Diş ve Erkek Kalıp Çeliklerinin İşlenmesinde Bilgisayar Destekli Takım Yolu Oluşturma Yöntemlerinin İşleme Süresine ve Yüzey Pürüzlülüğüne Etkileri. Politeknik Dergisi, 11(3).
- [2]. Hosseini, A., Hussein, H. M., & Kishawy, H. A. (2016). On the machinability of die/mold D2 steel material. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 85(1-4), 735-740.
- [3]. Dosbaeva, G. K., El Hakim, M. A., Shalaby, M. A., Krzanowski, J. E., & Veldhuis, S. C. (2015). Cutting temperature effect on PCBN and CVD coated carbide tools in hard turning of D2 tool steel. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 50, 1-8
- [4]. Gaitonde, V. N., Karnik, S. R., Figueira, L., & Davim, J. P. (2009). Machinability investigations in hard turning of AISI D2 cold work tool steel with conventional and wiper ceramic inserts. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 27(4), 754-763.
- [5]. Lajis, M. A., Nurul Amin, A. K. M., Karim, A. N., & Ginta, T. L. (2011). Performance evaluation of PCBN in end milling of AISI D2 hardened steel under room and preheated machining conditions. In Advanced Materials Research (Vol. 264, pp. 901-906). Trans Tech Publications.
- [6]. Gaitonde, V. N., Karnik, S. R., Maciel, C. H. A., Rubio, J. C. C., and Abrão, A. M. (2016). Machinability Evaluation in Hard Milling of AISI D2 Steel. Materials Research, 19(2), 360-369.
- [7]. Çiçek, A., Ekici, E., Uygur, İ., Akıncioğlu, S., & Kivak, T. (2012). AISI D2 Soğuk İş Takım Çeliğinin Delinmesinde Derin Kriyojenik İşlemin Takım Ömrü Üzerindeki Etkilerinin Araştırılması. SDU International Journal of Technological Science, 4(1).

[8]. Karabatak, M., Kara, F. (2016). AISI D2 Soğuk İş Takım Çeliğinin Sert Tormalanmasında Yüzey Pürüzlülüğünün Deneysel Optimizasyonu, sayfa: 349-355. Politeknik Dergisi, 19(3).

[9]. Şirin, E., Şirin, Ş., Turgut, Y., Korkut, İ. (2015). AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin frezelemesinde yüzey pürüzlülüğünün Taguchi metodu ile optimizasyonu. Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi, 3(1).

[10]. ISO 3685, "Tool-Life Testing With Single-Point Turning Tools", (1993).

INVESTIGATION OF CORROSION BEHAVIOR OF BORIDED AISI 304L, AISI 4320 AND AISI 4140 STEELS IN NITRIC ACID SOLUTION

BORLANMIŞ AISI 304L, AISI 4320 VE AISI 4140 ÇELİKLERİNİN NİTRİK ASİT ÇÖZELTİSİ İÇERİSİNDEKİ KOROZYON DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

Ali GÜNEN

Iskenderun Teknik Üniversitesi, Müh. ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Metalurji ve Malz. Müh. Blm, Hatay, Türkiye

Corresponding author: ali.gunen@iste.edu.tr

Özet

Bu çalışmada AISI 304L, AISI 4320 ve AISI 4140 çeliklerine borlama ısıl işleminin korozyon davranışlarına etkisi incelenmiştir. Korozyon deneyleri ASTM-G31-72 standardına göre %30 HNO₃ asit çözeltisi içerisine numunelerin statik daldırma yöntemi ile daldırılması, sonucu ağırlık kayıplarının 12 saat süre ile ölçülmesi yoluyla yapılmıştır. Korozyon testi sonrası numunelerin yüzeyi SEM ile incelenmiş ve korozyon uğrayan yüzeylerden EDS analizleri alınmıştır. Korozyon testi sonucunda borlama ısıl işlemi AISI 4320 ve AISI4140 çeliklerinin korozyon dirençlerinde iyileşme sağlarken AISI 304L çeliğinde ise bir miktar azalmaya neden olmuştur. Öte yandan borlama ısıl işlemi ile AISI 304L, AISI 4320 ve AISI 4140 çeliklerinin korozyon oluşum mekanizmalarını değişimi üzerinde etkili olduğu saptanmıştır.

Anahtar kelimeler: Çelik, Borlama, Korozyon, Nitrik Asit

Abstract

In this study, the effects of boron heat treatment on the corrosion behavior of AISI 304L, AISI 4320 and AISI 4140 steels were investigated. Corrosion tests were carried out by immersing the samples in a 30% HNO₃ acid solution using the static immersion method in accordance with the ASTM-G31-72 standard, and the resulting weight losses were recorded for 12 h. After corrosion testing, the surfaces of the samples were examined by SEM, and EDS spectra were obtained from various locations on the surfaces subjected to the corrosion test. The corrosion test results showed an improvement in corrosion resistance of AISI 4320 and AISI 4140, but a slight decrease in AISI 304L. On the other hand, it was determined that boron heat treatment affects the change of corrosion mechanisms of AISI 304L, AISI 4320 and AISI 4140 steels.

Keywords: Steel, Boriding, Corrosion, Nitric acid

1. Giriş

Korozyon metal ve alaşımlarında tahrip gücü yüksek bir olgudur. Metal ve alaşımları enerji üretimi, yeraltı yapıları, kimyasal ve petrol iş sahaları, kağıt sanayi vb. endüstriyel tesis inşaatlarının %90'ını oluşturur [1, 2]. Bu durum metallerin doğada bol bulunması, düşük

maliyetleri, kolay üretilebilirlikleri ve yüksek mukavemete sahip olmaları avantajlarından ileri gelmektedir [3-4]. Ancak, metaller doğada oksitler, sülfürler vb. çok kararlı değişik bileşikler halinde bulduklarından dolayı kendi doğal haline dönme eğilimi gösterdiğinden korozyon kaçınılmaz bir döngüdür. Korozyon sebebiyle metaller beklenenden daha kısa sürede işletme dışı kalmakta bu durum ise endüstriyel üretim ve yatırım maliyetlerini artırarak büyük ekonomik kayıplara neden olmaktadır [5]. Bundan dolayı metallerin ilk buluşundan günümüze kadar korozyonun yavaşlatılması üzerine çalışmalar süregelmektedir.

Metal ve alaşımlarının çevreyle etkileşimleri malzeme yüzeyi ile gerçekleştiğinden malzemelerin yüzey modifikasyonlarının gerçekleştirilmesi korozyona daha dirençli malzemeler üretmek yerine soruna daha ekonomik ve pratik bir yaklaşım getirecektir. Bundan dolayı malzemelerin yüzey modifikasyonunun gerçekleştirildiği teknikler her geçen gün gelişmektedir. Yüzey modifikasyon tekniklerinin başında kaplama işlemleri gelmektedir. Günümüzde kaplamalar korozyona ve aşınmaya bağlı olarak mekanik, optik, kimyasal, kuyumculuk vb. diğer endüstri kollarında yaygın bir şekilde kullanım alanı bulmuştur. Bu amaçla, fiziksel buhar biriktirme (PVD), kimyasal buhar biriktirme (CVD), termal sprey ve difüzyon esaslı kaplama teknikleri (nitürleme, borlama, titanyumlama, vb.) korozyon ve oksidasyona karşı dirençli kaplama tabakaları elde edilir [6]. Termo-kimyasal prosesler uygun kurulum maliyetleri, kaplamaların ekonomikliği ve en önemlisi elde edilen kaplama tabakalarının mekanik bağın yanında kimyasal bağa sahip olmalarından dolayı diğer metotlara göre bir adım öne çıkmaktadır [7,8]. Termokimyasal işlemlerin başında borlama ısıl işlemi gelir.

Borlama termo-kimyasal bir yüzey modifikasyon metodudur. Uygun bir bor kaynağı kullanılarak yüksek sıcaklıklarda bor atomlarının malzemenin içine yayındırılması yoluyla matris ile kimyasal bir bağa sahip borür fazlarının oluşumu sağlandığı yaygın esaslı bir yüzey sertleştirme işlemidir [11-12]. Borlama ısıl işleminde yüzey modifikasyonu genellikle 700-1050 °C sıcaklık ve 30 dk. ile 12 saat sürelerde uygulanır [9]. Borlama ısıl işleminde farklı çeşitlikte yöntemler uygulansa da katı (kutu borlama), sıvı (borür tuzları içerisinde) ve gaz ortamı en yaygın kullanılan borlama yöntemleridir. Bu yöntemlerin uygulanacak iş parçasına

göre avantaj ve dezavantajları vardır. Ancak, kutu semantasyona benzeyen kutu borlama tekniği diğer borlama yöntemlerine göre daha basit ve ekonomikliği ile diğer yöntemlere göre bir adım öne çıkmaktadır [10-11].

Borlama ısıtılma işlemi ilk olarak 1895 Moissan tarafından demir esaslı malzemelere uygulanmıştır [12] Sonraki yıllarda ise çeliklere (düşük C'lu çelikler, C'lu çelikler, takım çelikleri, paslanmaz çelikler vs.) uygulanmış olsa da son dönemlerde demir dışı metallerden (nikel, kobalt, molibden, titanyum vs.) sermetlere hatta süperalaşımına kadar birçok malzeme gurubuna uygulanmıştır [8].

Borlama sonucu oluşan borür fazları çeliklerde genellikle Fe₂B (tek fazlı) veya FeB+Fe₂B (çift fazlı) olsa da borlanan malzemenin kimyasal bileşimi, borlama şartları ve borlama maddesine göre Ni-B, Cr-B, Mn-B, V-B gibi fazların da oluştuğu birçok çalışmada rapor edilmiştir [13-15]. Oluşan fazlar farklı sertlik, ergime derecesi ve termal genişleme katsayısı gibi farklı karakteristiklere sahip olduğundan [15] hangi fazın ne ölçüde oluştuğu malzemenin aşınma ve korozyon dirençleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olacaktır.

Literatürde borlanmış çeliklerin seyreltik asitlere ve sıvı metallere karşı dirençlerinin incelendiği birçok çalışma bulunmaktadır. Matuschka (1980) borlanmış çeliklerin Özellikle HCl, H₂SO₄ ve H₃PO₄ gibi asitlerle alüminyum, kurşun ve çinko gibi metallerin sıvı banyolarına karşı korozyon direnci çok yüksek olduğunu belirtmiştir [16]. Ülkemizde de borlanmış çeliklerin korozyon dirençlerinin incelendiği birçok çalışma yapılmıştır. Bindal (1991), 1000 °C'de 3 saat süre ile borlanan 3 demir esaslı malzemenin (Fe0.3C0,002p, Fe0.3C0,02P0,5Mn ve Fe0.3C0.02P1Mn) 56 °C'de %10 H₂SO₄ çözeltisi içerisinde 4 saat süre ile korozyon deneyine sonucu ağırlık kayıplarının 2-3 kat aralığında azaldığını belirtmiştir. Benzer bir çalışma Uzun (2002) tarafından Ç1040 çeliğine uygulanmış ve bu borlama işleminin bu çeliğin korozyon direnci 8 kat'a kadar geliştirdiği ifade edilmiştir. Yapar (2003) C10E, C60, C35E ve 41Cr4 borlanmış çelikleri %10 H₂SO₄, %HCl ve %30 H₃PO₄ farklı sürede borlanmış ve 12 saatlik kütle kayıplarını incelemiştir. Korozyon testleri sonucunda % 10 H₂SO₄ ortamında C10E malzemesinin korozyon direnci 3 kat, C35E'in 13,3 kat, C60'ın 73 kat 41Cr4'ün 46 kat arttırıldığını belirtmişlerdir. Borlama işlemi % 15 HCl ortamında ise C10E, C35E, C60E, 41Cr4'ün çeliklerinin korozyon direnci sırasıyla 2, 14, 3,7 ve 13,5 kat arttırılmıştır. %30 H₃PO₄ ortamındaki deneylerde ise sırasıyla korozyon direnci 3, 14,2, 40 ve 23 kat arttırılmıştır. Yapar ayrıca daha az dişli borür tabakalarının korozyona daha dirençli olduklarını ileri sürmüştür. Taştan (2010), AISI 1020-1040-4140 ve H13 çeliklerinin %10'luk H₂SO₄ çözeltisi ve deniz suyundaki kütle kayıplarını araştırmıştır. Taştan deniz suyu çözeltisindeki kütle kayıplarının asidik çözeltilerle kıyaslanmayacak kadar az olduğunu ve borlama işleminin farklılıklar arz etse de çeliklerin korozyon dirençleri üzerinde olumlu bir etkiye sahip olduklarını göstermiştir. Gunen (2014a ve 2014 b) Borlama işleminin asidik çözeltilerde korozyon dirençlerini artırırken, tuz püskürtme testi ASTM-B17 sonucunda ağırlık kayıpları bakımından olumlu bir etkiye sahip olsa

da oksitlenme dirençleri üzerinde ise %40'lık azalma meydana getirdiğini belirtmişlerdir.

Borlanmış çeliklerin korozyon dirençleri ile ilgili genel kanı şudur: Borlama genellikle çeliklerin korozyon dirençlerini artırmaktadır. Ancak borür tabakası yüzeyinde çatlaklar vb. asidik çözeltilerin nüfuz yerleri olması durumunda asit çözeltisinin çatlaklardan borür tabakasının altına nüfuz ederek tabakayı korozyona yol açmakta ve kaplama tabakasının dökülmesine yol açabileceğinden kütle kayıplarının işlemsiz numuneye göre daha fazla olabilir [15,16, 23, 24].

Ancak borlanmış çeliklerin derişik asit çözeltilerdeki korozyon davranışlarının incelendiği çok fazla çalışma bulunmamaktadır. Bu amaçla endüstride yaygın bir şekilde kullanılan AISI 304L, AISI 4230 ve AISI 4140 çelikleri 1000°C'de 3 saat süre ile borlanmış (çatlak vb. oluşumu engellemek için süre kısa tutularak) ardından da ASTM G31-72 standardına göre korozyon testine tabi tutulmuştur [25].

2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada kimyasal içerikleri (tablo 1) verilen AISI 304L, AISI 4140 ve AISI 4320 (Nikel-krom-molibden) çelikleri kullanılmıştır. Bu çeliklerinin seçilmesinin sebebi endüstride yaygın şekilde kullanılan çeliklerden oluşmasıdır.

Tablo 1. Çalışmada kullanılan alaşımlı çeliklerin yüzde ağırlıkça kimyasal bileşimi.

Element	AISI 304L	AISI 4320	AISI 4140
Fe	68,7	96,3	97,25
C	0,03	0,25	0,4
Ni	10,3	2,0	-----
Cr	18,5	0,6	1,10
Mo	-----	0,35	0,2
Mn	2,0	0,3	0,75
Si	0,4	0,2	0,2
S	0,03	-----	0,04
P	0,04	-----	0,03

Borlama işlemi için ticari Ekabor 2 tozu kullanılmıştır. Borlama işlemi öncesi numunelerin tamamı 600 SiC zımparalama ile zımparalanarak ve 5 dk süresince saf alko ardından saf su ile yıkanarak yüzeydeki oksit, yağ vb. istenmeyen maddeler giderilmiştir. Borlama işleminde numunelerin ve tozlarının dolumu Argon atmosferinde (glove box) gerçekleştirilmiş ve paslanmaz çelik potaların ağız sıkıca kapatılmıştır. Detaylara ilgili makaleden ulaşılabilir [8]. Ardından borlama sıcaklığında hazır bekletilen atmosfer kontrollü fırına yerleştirilerek 1000 °C'de 3 saat süre ile gerçekleştirilmiştir.

Borlama işlemi sonrası numuneler optik ve mikro-sertlik testleri uygulanmıştır. Optik incelemeler ve sertlik kesit görünümünden alınmıştır. Optik incelemeleri Nikon MA 100 mikroskopu ile yapılmıştır. Sertlik incelemeleri ise Future Tech FM-700 mikrosertlik cihazında elmas piramit uç kullanılarak 100 gf ve 10 sn süresince eşdeğer bölgelerden alınan 10 sertlik değerinin ortalaması olarak belirlenmiştir.

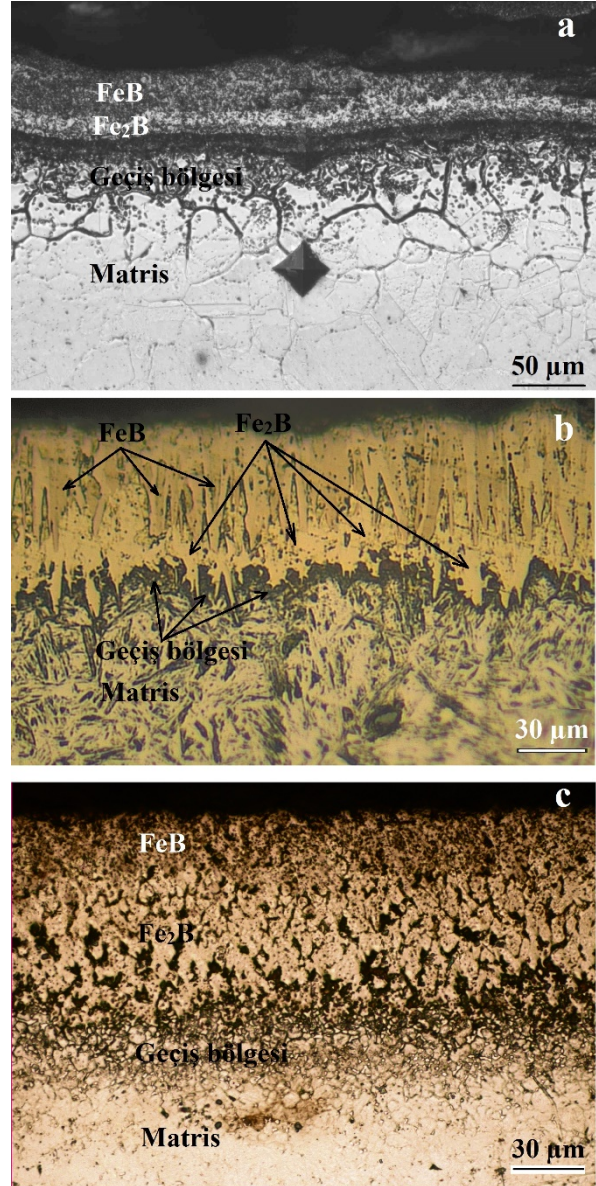
Korozyon deneyi borlanmış AISI 304L, AISI 4320 ve AISI 4140 ve bu çeliklerin herhangi bir işlem uygulanmamış numuneleri %30 HF Asit çözeltisi içerisinde ASTM G31-72 standardına uygun şekilde oda sıcaklığında 12 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Korozyon deneyinde kullanılan çözelti sulu çözelti içerisindeki korozyon ürünlerinin inhibitör etki veya hızlandırıcı etki yapabilecekleri göz önünde bulundurularak her saat başlangıcında çözelti yenilenmiştir. Her saat sonu ağırlık kayıpları kaydedilmiş ve 12 saat sonunda oluşan korozyon hasarları, periyodik ve kümülatif ağırlık kaybı olarak hesaplanmıştır. Korozyon testi sonrası numunelerin yüzeylerinden SEM ve EDS analizleri yapılmış ve korozyon tipleri belirlenmiştir.

3. Çıktılar ve Tartışma

Şekil 1'de borlama işlemi sonucu elde edilen borür tabakalarının optik görünümü görülmektedir.

Şekil 1'de görüldüğü üzere her üç çelikte çift fazlı (FeB+Fe₂B) borür tabakası elde edilmiştir. Daha önceki çelikler üzerine yapılmış olan borlama çalışmalarında da belirtildiği üzere yüzeye yakın bölgeler FeB bu bölgenin altında kalan daha açık bölgeler ise Fe₂B tabakalarından oluşmuştur [11, 26, 27]. Kaplama tabakalarının altında ise geçiş bölgesi oluşmuştur. Geçiş bölgesinde özellikle tane sınırlarında borun difüzyonu açık bir şekilde görülmektedir. Bu durum bor'un iç kısımlara tane sınırları yoluyla difüze olduğunu göstermektedir [9].

Elde edilen kaplamaların morfolojileri alaşım elementlerinin artışı ile düzleşmiştir. AISI 4140 ve AISI 4320 çeliklerinde AISI 304L çeliğine göre daha dişli bir yapı elde edilmiştir. Kaplama tabakaları kalınlığı bakımından incelendiğinde AISI 304L, AISI 4320 ve AISI 4140 çeliklerinde sırasıyla 42, 57 ve 62 µm kalınlığında kaplama tabakaları elde edilmiştir. Elde edilen bu kaplama tabakalarından alınan maksimum sertlik değerleri sırasıyla AISI 304L, AISI 4320 ve AISI 4140 2100 HV0.1, 1895 HV0.1 ve 1650 HV0.1 olarak ölçülmüştür. AISI 4140 çeliğinin sertlik değerinin düşük olması oluşan kaplama tabakasının poroziteli bir yapı içermesine ve FeB fazından ziyade daha çok Fe₂B fazı içermiş olmasına atfedilebilir.



Şekil 1. 1000 °C'de 3 saat süre ile borlama işlemine tabi tutulan a) AISI 304L b) AISI 4320 c) AISI 4140 çeliklerinin optik görünümü

Tablo 2' ve Tablo 3'de %30'luk HNO₃ asit çözeltisi içerisinde korozyon deneyine tabi tutulan numunelerin kümülatif ağırlık ve periyodik ağırlık kayıpları verilmiştir.

Tablo 2. %30 HNO₃ asit çözeltisi içerisinde korozyon deneyine tabi tutulan numunelerin kümülatif ağırlık kaybı (%)

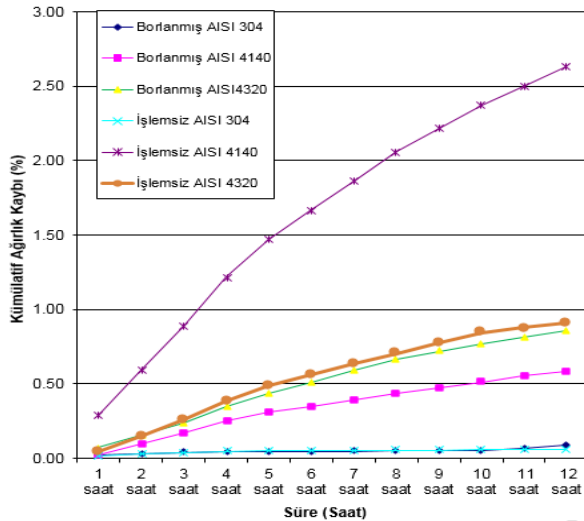
	Kümülatif Ağırlık kaybı (%)											
	1. saat	2. saat	3. saat	4. saat	5. saat	6. saat	7. saat	8. saat	9. saat	10. saat	11. saat	12. saat
Borlanmış AISI 304	0.03	0.03	0.04	0.04	0.04	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.07	0.09
Borlanmış AISI 4140	0.02	0.10	0.17	0.25	0.31	0.35	0.39	0.43	0.47	0.51	0.55	0.58
Borlanmış AISI4320	0.07	0.15	0.23	0.35	0.43	0.51	0.59	0.67	0.72	0.77	0.82	0.86
İşlemsiz AISI 304	0.02	0.03	0.04	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.06	0.06	0.06	0.06
İşlemsiz AISI 4140	0.29	0.59	0.89	1.22	1.47	1.67	1.86	2.06	2.22	2.37	2.50	2.63
İşlemsiz AISI 4320	0.04	0.15	0.26	0.38	0.49	0.56	0.63	0.71	0.78	0.85	0.88	0.91

Tablo 3. %30 HNO₃ asit çözeltisi içerisinde korozyon deneyine tabi tutulan numunelerin periyodik ağırlık kaybı (%)

Peryodik Ağırlık kaybı (%)												
	1 saat	2 saat	3 saat	4 saat	5 saat	6 saat	7 saat	8 saat	9 saat	10 saat	11 saat	12 saat
Borlanmış AISI 304	0.025	0.008	0.008	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.018	0.019
Borlanmış AISI 4140	0.024	0.072	0.073	0.081	0.058	0.042	0.042	0.042	0.041	0.041	0.039	0.031
Borlanmış AISI4320	0.073	0.081	0.081	0.113	0.088	0.077	0.082	0.075	0.052	0.052	0.046	0.040
İşlemsiz AISI 304	0.016	0.012	0.012	0.008	0.002	0.001	0.001	0.002	0.001	0.001	0.002	0.000
İşlemsiz AISI 4140	0.292	0.299	0.300	0.332	0.257	0.199	0.200	0.200	0.160	0.160	0.128	0.136
İşlemsiz AISI 4320	0.042	0.108	0.108	0.127	0.104	0.073	0.074	0.073	0.070	0.072	0.032	0.032

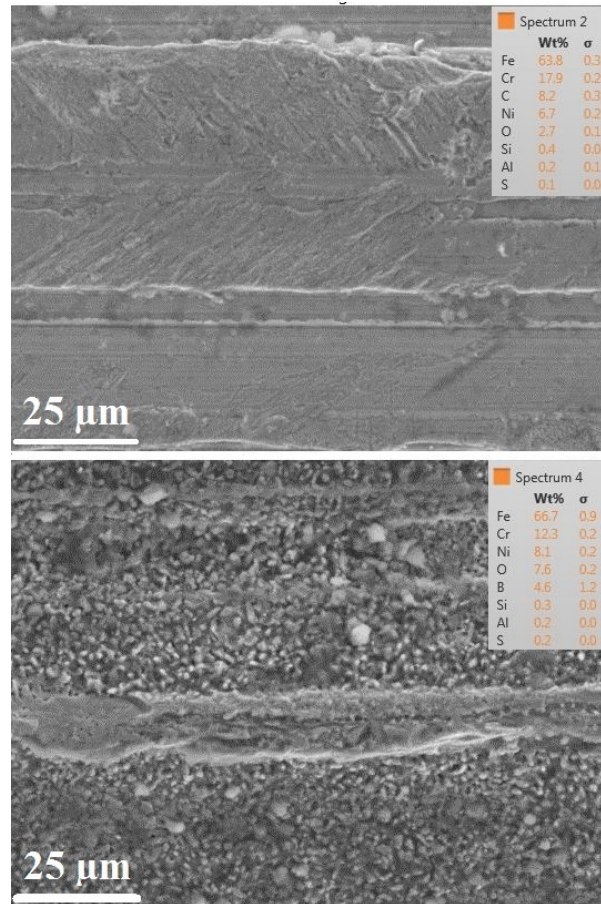
Tablo 2 incelendiğinde incelen her üç çeliğinde korozyon dirençlerinin yüksek olduğu görülmektedir. Çünkü 12. saatin sonunda işlemsiz AISI 4140 çeliği haricindeki tüm numuneler ağırlığının %1'nin altında bir kütle kaybına uğradıkları saptanmıştır. Tablo 3 incelendiğinde ise, borlanmış AISI 4320 ve AISI 4140 numunelerin ilk 1 saatlik süre dışındaki periyodik ağırlık kayıplarının borlanmış numunelere göre her periyotta daha az kütle kaybına uğramışlardır. AISI 304L çeliğinde ise çoğu periyotta borlanmamış numune daha az kütle kaybına uğramış bazı periyotlarda eşit kütle kaybına uğramış ve kümülatif ağırlık tablosunda görüldüğü üzere borlanmış numune borlanmamış numuneye göre daha yüksek ağırlık kaybına uğramıştır (Tablo 2). Tablo 3 incelendiğinde ise numunenin süre ile doğru veya ters orantılı olacak şekilde bir korelasyon olmadığı görülmektedir. Kütle kayıplarının daha iyi değerlendirilebilmesi amacıyla Tablo 3 grafiğe dönüştürülmüş ve Şekil 2'de verilmiştir.

Şekil 2 incelendiğinde en fazla kütle kaybının işlemsiz AISI 4140 çeliğinde olduğu ve borlanmış AISI 4140 çeliğine göre 4,5 kat faz olduğu belirlenmiştir. AISI 4320 çeliğinde borlama işlemi kütle kaybını bir miktar azaltmıştır. Ancak AISI 304L çeliğinde borlanmamış numunenin kütle kaybı borlanmış numuneye göre daha az gerçekleşmiştir.



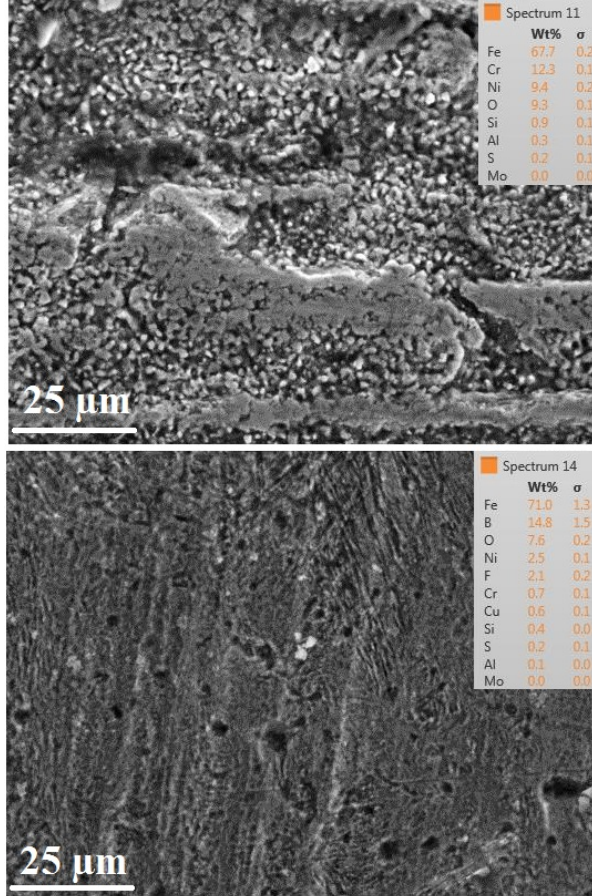
Şekil 2. %30'luk HNO₃ asit çözeltisinde korozyon deneyine tabi tutulan çeliklerin ağırlık kayıplarının zaman göre değişimi

Kaplamaların tribokorozitif dirençlerinin belirlenmesinde önemli hususlardan bir diğeri de korozyon işlemi sonrası numune yüzeylerinde oluşan izlerin karakterize edilmesidir. Bu amaçla asit çözeltisinde 12 saat süre ile korozyon işlemine tabi tutulan numunelerin yüzeyinin SEM görüntüleri alınmış ve EDS analizleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 3- Şekil 5 borlama işlemine tabi tutulan ve tutulmayan numunelerin korozyon deneyi sonrası yüzeylerinin görünümü ve yüzeylerinden alınan EDS analizleri verilmiştir.



Şekil 3. %30'luk HNO₃ asit çözeltisine maruz bırakılan a) işlemsiz AISI 304L b) borlanmış AISI 304L numunelerinin SEM görünümü ve EDS analizleri

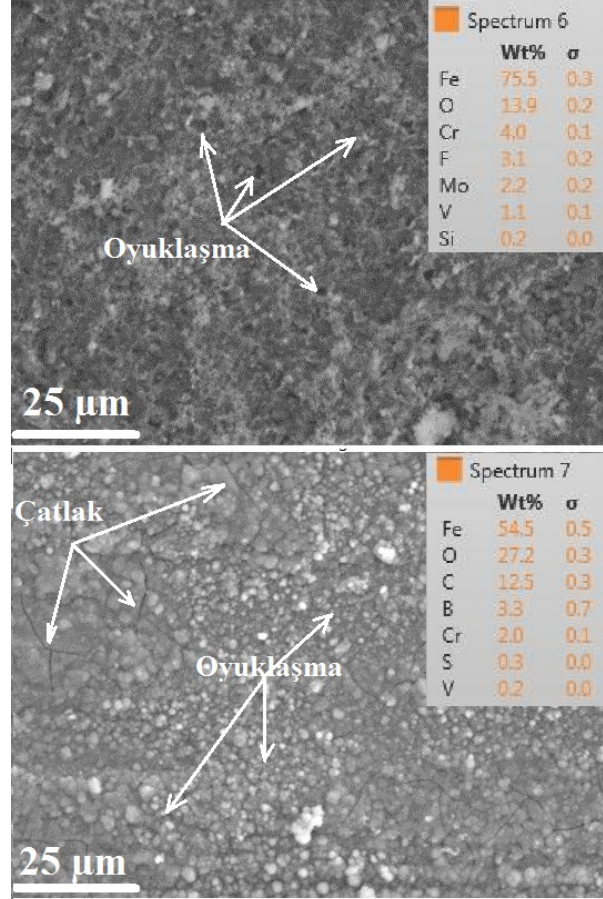
Şekil 3a incelendiğinde işlemsiz AISI 304 çeliğinde homojen korozyon mekanizması hakim iken borlanmış AISI 304L çeliğinde ise oyuklaşma (pitting) mekanizmasının hakim olduğu görülmektedir. EDS analizleri incelendiğinde ise borlanmış numunenin O₂ oranının daha yüksek olduğu görülmektedir. Kütle kayıpları borlanmamış numuneye göre daha fazla olduğu göz önünde bulundurulduğunda oluşturulan borür tabakasının Cr₂O₃ tabakasına göre korozyon dirençlerinin daha düşük olduğu ileri sürülebilir. Bindal (1991) yüksek kromlu çeliklerin borlanmasında her zaman iyi korozyon dirençleri elde edilemeyebileceğini belirtmiş ve bu durumu oluşan tabakanın Cr₂O₃ tabakasına göre daha az korozyon direncine bağlamıştır.



Şekil 4. %30'luk HNO₃ asit çözeltisine maruz bırakılan a) işlemsiz AISI 4320 b) borlanmış AISI 4320 numunelerinin SEM görünümü ve EDS analizleri

Şekil 4a'nın EDS analizleri incelendiğinde Cr ve Ni miktarlarının malzemenin korozyon öncesi elementel analizine göre çok daha yüksek oldukları dikkat çekmektedir. Bu durum bir alaşım içinde bulunan elementlerden birinin korozyona uğrayarak uzaklaşması sonucu oluşan seçimli korozyon mekanizmasının meydana geldiğini göstermektedir. Şekil 4b EDS analizi incelendiğinde ise %14,8 oranında B tespit edilmiştir. Bu durum yüzeyde borür tabakasının varlığını koruduğunu göstermektedir. Şekil 4 AISI 4320 çeliğinin borlama işleminin seçimli korozyon mekanizmasının oyuklaşma korozyonuna döndüğü açık bir şekilde göstermektedir.

Şekil 5'de işlemsiz ve borlanmış AISI 4140 çeliğinin SEM görünümü ve EDS analizleri verilmiştir. Şekil 5a'nın incelendiğinde homojen korozyonun içerisinde oyuklaşma korozyon noktaları görülmektedir. Borlanmış AISI 4140 (Şekil 5b) incelendiğinde ise oyuklaşma mekanizması daha net olmakla beraber çatlak korozyonu görülen bölgelerde mevcuttur.



Şekil 5. %30'luk HNO₃ asit çözeltisine maruz bırakılan a) işlemsiz AISI 4140 b) borlanmış AISI 4140 numunelerinin SEM görünümü ve EDS analizleri

3. Sonuçlar

Bu çalışmada endüstride yaygın bir şekilde kullanılan AISI 304L, AISI 4320 ve AISI 4140 çelikleri 1000 °C'de 3 saat süre ile borlama işlemine tabi tutulmuş ardından da %30 HNO₃ içerisinde korozyon deneyine tabi tutulmuştur. Elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir.

Borlama işlemi sonucu çift fazlı (FeB+Fe₂B) borür tabakası elde edilmiştir. Alaşım elementleri içeriğinin artışı ile daha düz bir morfolojiye sahip tabakanın elde edilmesinin yanında daha yoğun kaplama tabakası elde edilmiştir. Bu durum daha yoğun kaplamaların sertlik değerlerinin daha yüksek çıkmasına olanak sağlamıştır. En yüksek sertlik değeri AISI 304L çeliğinde 2100 HV olarak ölçülmüştür. Borlama ısıl işlemi AISI 304L çeliğinin kütle kayıplarında artışa neden olmuştur. Ancak AISI 4140 ve AISI 4320 çeliklerinin kütle kayıplarında azalma sağlamıştır. En az kütle kaybı borlanmış AISI 304L çeliğinde en yüksek kütle kaybı ise AISI 4140 çeliğinde meydana gelmiştir. Korozyon testi sonrası numunelerin yüzeyinden alınan SEM ve EDS

analizleri borlama işleminin malzemelerin korozyon mekanizmalarını değiştirilmesi üzerinde etkili olduğunu göstermiştir.

Kaynaklar

- [1] ITA B.I., OFFİONG O.E., "Adsorption Studies on the Corrosion Inhibition Properties of 2-acetylpyrole and 2-acetylpyrole-(2-acetylthiosemicarbazone) on Mild Steel in Hydrochloric Acid Medium Global J. Pure and App.Sci. 5(4): 497-501, 1999.
- [2] OSAROLUBE E., OWATE I.O., OFORKA N.C., "The Influence of Acidic Concentrations on Corrosion of Copper and Zinc" J. Corr. Sci. Tech. 1.1 pp. 66-69, 2004.
- [3] UMEZURİKE C., "The Corrosion of some Oil Field Equipment" J. Corr. Sci. (NICA) pp. 73-78, 1998.
- [4] NWOKO V.O., UMORU L.E., "Corrosion of Mild Steel in some Environments" J. Corr. Sci. (NICA) pp. 61-65, 1998.
- [5] ÜNERİ, S., Korozyon ve Önlenmesi. Korozyon Derneği Yayını, Ankara, 413s. 1998.
- [6] DİLEKTAŞI, E., "Bazı Alaşımli Çeliklerin Yüksek Sıcaklık Aşınma Davranışına Borlama İşleminin Etkisi", Yüksek Lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2014.
- [7] ARAİ, T., HARPER, S., "Thermoreactive Deposition/Diffusion Process", ASM Handbook, 4, ASM Int., Materials Park, Ohio, 448-453, 1991.
- [8] GÜNEN A., KANCA E., ÇAKIR H., KARAKAŞ M.S. KÜÇÜK Y., DEMİR M., Effect of borotitanizing on microstructure and wear behavior of Inconel 625, Surface and Coatings Technology, Volume 311, 15 February 2017, Pages 374-382.
- [9] GÜNEN A., KANCA E., DEMİR M., ER Y., G SAĞLAM G., GÖK M.S., Micro-Abrasion Wear Behavior of Fast Borided Steel Tooth Drill Bits, Tribology Transactions., vol. 60, no. 2, 267-275, 2017.
- [10] BAYCA S, ŞAHİN S., "Borlama". Mühendis ve Makine, 532, 51-59, 2004.
- [11] USLU, İ, CÖMERT, H., İPEK, M., ÖZDEMİR, Ö., BİNDAL, C., "Evaluation of borides formed on AISI P20 steel". Materials and Design, 28(1), 55-61, 2007.
- [12] DONG MUA B., YANGA C., SHENA B., JİANGC H., "Oxidation resistance of borided pure cobalt". Journal of Alloys and Compounds, 479 (1-2), 629-633, 2009.
- [13] GARCİA-BUSTOS E., FİGUEROA G., RODRIGUEZ C., GOMEZ V., GALLARDO H., E. A., AND CAMPOS S., I. "The Wear Resistance of Boride Layers Measured by the Four-Ball Test," Surface and Coatings Technology, 215, pp 241-246, 2013.
- [14] MOTALLEBZADEH, A., DİLEKTAŞI, E., BAYDOĞAN, M., ATAR, E., CİMENOĞLU, H., "Evaluation of the Effect of Boride Layer Structure on the High Temperature Wear Behavior of Borided Steels," Wear, 328-329, pp 110-114, 2015.
- [15] SİNHA, K., "Boriding (Boronising)," Journal of Heat Treating, 4, pp 437-447, 1991.
- [16] MATUSCHKA, A., " Boronizing" , Carl Hanser Verlag, München, 1980.
- [17] BİNDAL, C., "Az alaşımli ve karbon çeliklerinde borlama ile yüzeye kaplanan borürlerin bazı özelliklerinin tespiti", Doktora Tezi, İ.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 1991.
- [18] UZUN H.A., "Borlama ile yüzeyleri sertleştirilen çeliklerin aşınma ve korozyona karşı dayanımları", Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bil. Enstitüsü, Isparta, 49-67, 2002.
- [19] YAPAR U., "Düşük ve orta karbonlu çeliklerin termokimyasal borlama ile yüzey özelliklerinin geliştirilmesi" Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2003.
- [20] TAŞTAN F., Farklı bileşimlere sahip çeliklerin borlama işlemi ile yüzey özelliklerinin incelenmesi. Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Manisa, 2010.
- [21] GÜNEN A., KURT B., ORHAN N., KANCA E., The Investigation of Corrosion Behavior of Borided AISI 304 Austenitic Stainless Steel With Nanoboron Powder, Protection of Metals and Physical Chemistry of Surface, Vol. 50, No. 1, pp. 106-112, 2014.
- [22] GÜNEN A., KARAKAŞ M.S., KURT B., ÇALIK A., Corrosion Behavior Of Borided AISI 304 Austenitic Stainless Steel, Anti-Corrosion Methods And Materials, Volume 61 · Number 2, pp. 112-118, 2014.
- [23] CAMPOS, I., PALOMAR-PARDAVE, M., MADOR, A., ET AL.. "Corrosion behavior of boride layers evaluated by the EIS technique", Applied Surface Science, v. 253, pp. 9061-9066, 2007.
- [24] JİANG, J., WANG, Y., ZHONG, Q., ET AL., "Preparation of Fe₂B boride coating on low-carbon steel surfaces and its evaluation of hardness and corrosion resistance", Surface and Coatings Technology, v. 206, pp. 473-478, 2011.
- [25] G31-72, Standard practice for laboratory immersion corrosion testing of metals, ASTM, USA, 1995.
- [26] CİMENOĞLU, H., ATAR, E., AND MOTALLEBZADEH, A., "High Temperature Tribological Behavior of Borided Surfaces Based on the Phase Structure of the Boride Layer," Wear, 309, pp 152-158, 2014.
- (27) AKSHAY, A. J. AND HOSMANİ, S. S. "Pack-Boronizing of AISI 4140 Steel: Boronizing Mechanism and the Role of Container Design," Materials and Manufacturing Processes, 29, pp 1062-1072, 2014.

THE EFFECT OF SINTERING PRESSURE ON THE THERMAL CONDUCTIVITY OF Yb_2O_3 CONTAINING SILICON NITRIDE CERAMICS

Pınar UYAN^a and Servet TURAN^b

^a Bilecik S.E. University Vocational School Metallurgy Program, Bilecik, Turkey, pinar.uyan@bilecik.edu.tr

^b Anadolu University Department of Materials Science and Engineering, Eskişehir, Turkey, sturan@anadolu.edu.tr

Abstract

Si_3N_4 ceramics are used in different technological applications such as electronic devices due to their low density, excellent mechanical properties and high thermal conductivity. Thermal conductivity of Si_3N_4 has been enhanced as a result of the developments in sintering technologies, addition of effective sintering additives, starting powders properties [1-3].

The aim of the study is to design a Si_3N_4 material which can be an alternative material for the electrical substrates made of Al_2O_3 and AlN . Si_3N_4 has both high strength and high thermal conductivity. The selected powders were mixed and ball milled in alcohol at planetary mill. The slurries were dried. The dried powders were uniaxially pressed. The compacts were sintered at different sintering pressures in N_2 atmosphere. The thermal diffusivities of samples were measured by using laser-flash method. The microstructures of the samples were investigated by using SEM. The effect of sintering pressure on thermal properties and microstructure was investigated. The best diffusivity was obtained at 22 bar.

Keywords: Sintering Pressure, Thermal Conductivity, Yb_2O_3 , Si_3N_4

1. Introduction

It is possible to improve the thermal conductivity of the materials by controlling the parameters such as additives, microstructure and grain boundary phase. Sintered Si_3N_4 structures composed of enhanced rod-like grains have high fracture toughness and strength and it is estimated that the theoretical thermal conductivity of $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ crystals can be up to 200 W/m.K or higher [1-3].

The development of materials suitable for the industrial applications through controlling the parameters such as sintering pressure affecting the thermal conductivity of Si_3N_4 ceramics is very important. In this study, the effect of sintering pressure on the thermal conductivity behaviour of Si_3N_4 with Yb_2O_3 addition was investigated for this purpose, sintering additives were mixed with Silzot Si_3N_4 powders and after mixing and shaping they were sintered at different sintering pressures.

The aim of this study is to design a Si_3N_4 material containing easily volatilized sintering additives and can be an alternative material for the electronic substrates

made of Al_2O_3 and AlN as the Si_3N_4 has a thermal conductivity in between these two important ceramic material and have a higher strength. The cost of these materials are also important for such materials, therefore, to reduce the cost silzot powder was selected instead of more expensive UBE powders used commonly in the production of Si_3N_4 ceramics.

2. Material and Method

The sintering processes at different sintering pressures were performed on samples prepared using oxide additives such as Yb_2O_3 and MgO for the formation of highly dense structure with high thermal conductivity with the use of Silzot Si_3N_4 starting powder.

The selected powders were mixed and milled in alcohol for 1.5 h and 300 rpm in a planetary ball mill. The slurries were dried using a rotary-evaporator. The dried powders were uniaxially pressed firstly at 25 MPa to form a green compact and then cold isostatically pressed at 300 MPa. The sintering processes were performed via the gas-pressured sintering (GPS) method at different pressures for 2 hours. The bulk density measurements of sintered samples were conducted in accordance with the Archimedes principle.

In order to have information on phases contained in the powders and sintered samples, X-ray diffraction (XRD) method was used. The XRD analysis was performed via X-ray diffractometer (Rigaku Rint 2000) with $\text{Cu}_{K\alpha}$ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) radiation. The microstructures of the samples were investigated by using SEM (Zeiss-Supra 50 VP). Backscattered SEM images were taken in VP mode, without the need for coating the sintered samples.

Thermal conductivity is not measured directly, but can be obtained by measuring both the thermal diffusivity and heat capacity. Thermal diffusivity is the measurement of heat flow in a material under unstable conditions [4]. Thermal diffusivity measurements were conducted using the laser-flash device (Netzsch LFA-457), whereas the heat capacity (C_p) value was used as 0.7 J/g.K for all samples in accordance with the previous studies for the calculation of thermal conductivity of Si_3N_4 ceramics [5].

3. Results and Discussions

The density and phase analysis and XRD patterns of the samples with the addition of Yb_2O_3 and MgO sintered for 2 hours under 22 and 50 bar nitrogen gas pressure at $1950^\circ C$ prepared with Silzot powder milled for 6 hours were given in Table 1 and Figure 1, respectively

Table 1: The results of density and phase analyzes

Sintering Pressure (bar)	Density (g/cm^3)	O.P. %	W.L. %	XRD
22	3,46	0,43	6,36	P,M (high)
50	3,45	0,98	5,90	P (high),M

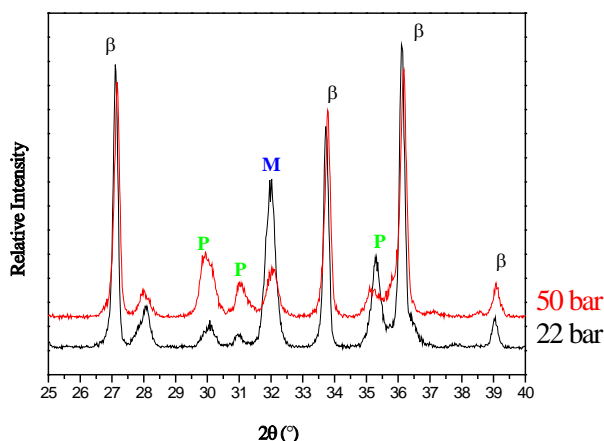


Figure 1. The XRD patterns of samples (P: Pyroxene ($MgYbSi_2O_5N$), M: Melilite ($Yb_2Si_3O_3N_4$))

Within the XRD patterns, the pyroxene and melilite phases were observed in the samples which were sintered under the nitrogen gas pressure of 22 and 50 bar in $1950^\circ C$ for 2 hours. The pyroxene phase intensity in the samples which were sintered under the nitrogen gas pressure of 50 bar in $1950^\circ C$ for 2 hours, are higher than the samples which were sintered under the nitrogen gas pressure of 22 bar. The increase of the nitrogen gas pressure from 22 bar to 50 bar, has raised the pyroxene crystal phase intensity while lowering the melilite crystalline phase intensity. The density of the sample which was sintered under the nitrogen gas pressure of 50 bar, is slightly lower than the samples which were sintered under the nitrogen gas pressure of 22 bar. It is believed that the reason for high weight loss is due to the increase of the sintering kinetics with the decrease of the viscosity of the liquid phase. The weight loss following the sintering at the pressure of 22 bar is higher than the one after the sintering at the pressure of 50 bar.

The temperature dependence of the thermal diffusivity of the samples are given in Figure 2 and the thermal

diffusivity and the calculated thermal conductivity results are in Table 2.

Table 2: The results of thermal diffusivity and thermal conductivity

Sintering Pressure (bar)	Thermal Diffusivity (mm^2/sec)	Thermal Conductivity (W/mK)
22	23,65	57,27
50	23,21	56,06

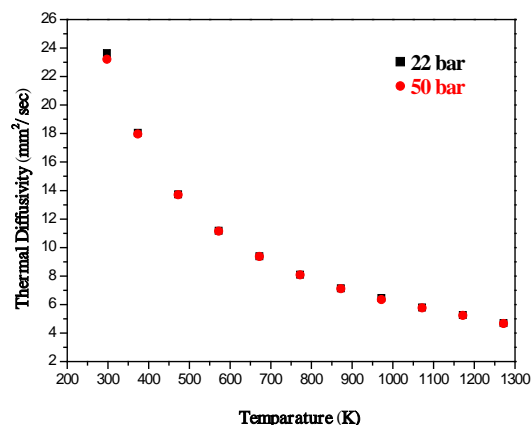


Figure 2. Thermal diffusivity values as a function of temperature

As it can be seen from the thermal diffusivity curves, the thermal diffusivity at room temperature of the samples which were sintered under the nitrogen gas pressure of 50 bar in $1950^\circ C$ for 2 hours, is slightly lower than the samples which were sintered under the nitrogen gas pressure of 22 bar. The thermal diffusivity values are notably closer in high temperatures.

The backscattered images of samples sintered for 2 hours at $1950^\circ C$ under 22 and 50 bar nitrogen gas pressures are shown in Figure 3.

In the back-scattered electron images of the samples which were sintered under the nitrogen gas pressure of 22 and 50 bar in $1950^\circ C$ for 2 hours, within the sample sintered under the nitrogen gas pressure of 22 bar the presence of elongated needle-like $\beta-Si_3N_4$ grains with sizes larger than the ones in the sample which were sintered under the nitrogen gas pressure of 50 bar, has been observed.

In order to understand the effect of the gas pressure, which was applied to the sintered samples, on the thermal conductivity, the following conclusions can be achieved by considering the microstructural examinations, the density measurements, the XRD analysis results and the thermal diffusivity measurements all together:

- i. In higher pressures, less density and finer grains were obtained, and the width/length ratio of the grains weren't able to increase adequately.
- ii. In higher pressures, the intensity of the pyroxene phase has increased while the intensity of the melilite phase was decreasing.
- iii. lower thermal diffusivity was obtained at the higher pressure.

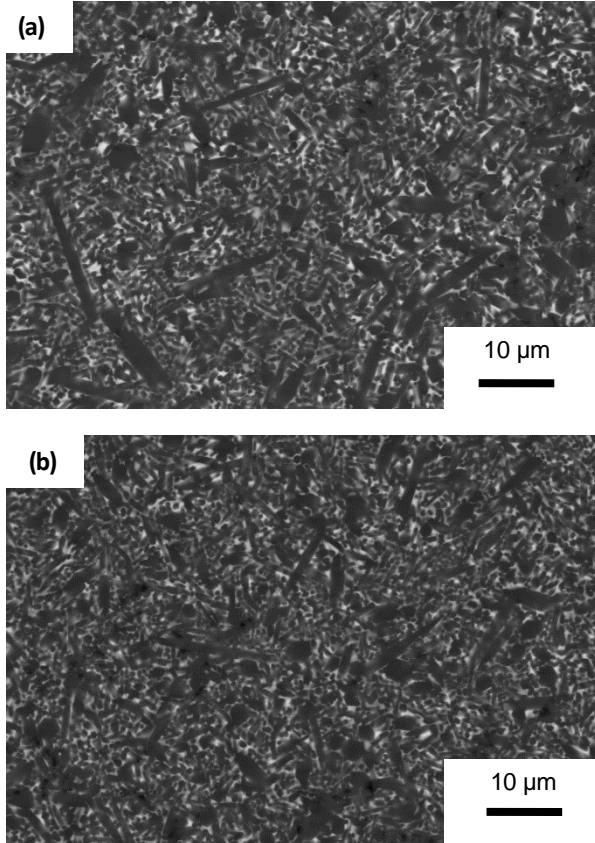


Figure 3. The backscattered SEM images of samples sintered for 2 hours at 1950°C under (a) 22 and (b) 50 bar nitrogen gas pressures

It is considered that with the increase of the nitrogen gas pressure, the density has decreased by the sintering becoming more difficult due to the increase of the viscosity of the liquid phase. A decrease has occurred in the thermal diffusivity. Within the samples which were sintered under the nitrogen gas pressure of 22 bar in 1950°C for 2 hours, the presence of elongated needle-like β - Si_3N_4 grains with larger sizes have been observed. The slightly higher degree of the thermal diffusivity in this sample, can be explained with the said issue. However, since there weren't enough time for the grain growth after the sintering under the nitrogen gas pressure of 50 bar, the width/length ratio weren't able to increase sufficiently and with the increase of the nitrogen gas pressure (50 bar), the thermal diffusivity has also decreased even a little.

From all the above mentioned results, it was found that for obtaining higher thermal conductivity, the increase of the sintering pressure is not suitable. It was also shown that relatively high thermal conductivities can be obtained by using cheaper starting powders to pose a

threat to AlN domination as an high thermal conductivity material.

Acknowledgement

Authors thanks Anadolu University Scientific Research Foundation (BAP Project no: 1004F93) for supporting this research.

References

- [1] Koji Watari, High Thermal Conductivity Non-Oxide Ceramics, Journal of Ceramic Society Japan, 109, p. 7-16, 2001.
- [2] K. Watari, M. E. Brito, M. Toriyama, K. Ishizaki, S. Cao and K. Mori, Thermal conductivity of Y_2O_3 -doped Si_3N_4 ceramic at 4 to 1000 K, Journal of Materials. Science. Letters., 18, 865-867, 1999
- [3] Gao Ling, Haitao Yang, Pressureless sintering of silicon nitride with Magnesia and Ytria Gao Ling, Haitao Yang Materials Chemistry and Physics 90, 31-34, 2005
- [4] A. Y. Çengel, Heat Transfer: A Practical Approach, İzmir, Turkey. 2001
- [5] Watari, K., Seki, Y., ve Ishizaki K., "Temperature Dependence of Thermal Coefficients for HIPped Silicon Nitride", *J. Ceram. Soc. Jpn.*, 97[2], 174-81, 1989.

INVESTIGATION OF A REHEAT FURNACE USED IN IRON AND STEEL INDUSTRY

DEMİR ÇELİK ENDÜSTRİSİNDE KULLANILAN TAV FIRINI ATIK ISISININ İRDELENMESİ

Abdulkadir KURBANOĞLU^a, Cuma KARAKUŞ^{a*}, Hüseyin YAĞLI^a, İsmail ÜSTÜN^a, Ali KOÇ^a

^a İskenderun Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Makina Mühendisliği Bölümü, HATAY
akkurban@gmail.com, cuma.karakus@iste.edu.tr, huseyin.yagli@iste.edu.tr, ismail.ustun@iste.edu.tr,
ali.koc@iste.edu.tr

Özet

Endüstriyel işletmelerde yapılan prosesler sonucu ortaya çıkan ısı bacadan atık gaz olarak atmosfere atılmaktadır. Atılan bu ısılar, başlıca eşanjör, reküperatör, ekonomizer ve organik Rankine çevrimi gibi sistemler ile geri kazanımı söz konusu olmaktadır.

Bu çalışmada, demir çelik fabrikasındaki haddehane tav fırınının bacasından atmosfere atılan egzoz gazı atık ısısının sıcaklık verileri ve buna bağlı olarak atık baca gazının kaynağı olan Tav Fırınındaki bölge sıcaklıkları incelenmiştir.

Yapılan çalışma neticesinde, tav fırınının çalışma sırasındaki ısı performansını etkileyen faktörler tespit edilmiş ve çözüm önerileri belirtilmiştir.

Anahtar kelimeler: Atık ısı kullanımı, Tav fırını atık ısı, Demir çelik sektörü

Abstract

The heat generated as a result of the operations carried out in the industry is discharged to the atmosphere as waste gas. The released waste heat is mainly recovered by the systems such as heat exchanger, recuperator, economizer and organic Rankine cycle.

In this study, the temperature data of exhaust gas waste heat which is released from the chimney of a reheat furnace in an iron and steel factory and consequently zone temperatures of the reheat furnace which is the source of the waste flue gas have been examined.

As a result of the study, the factors affecting the heat performance of the reheat furnace were determined and the solution recommendations were suggested.

Keywords: Waste heat utilization, Waste heat furnace waste heat, Iron and steel industry

1. Giriş

Ülkelerin enerji politikalarında, demir çelik endüstrisinin yeri ve önemi gün geçtikçe artmaktadır. Çelik, inşaat, enerji, taşımacılık ve yassı mamul sanayileri (otomotiv, beyaz eşya, boru vb.) gibi çok çeşitli alanlarda kullanılan ham maddelerden olup çelik endüstrisi ise dünyada enerjiyi en çok ve yoğun kullanan sektörler arasındadır (Si ve ark., 2011). Türkiye’de son yıllarda yaşanan kalkınma ile birlikte nüfus artışı kaynaklı yüksek enerji talep miktarı her yıl % 5-6 oranında

seyretmektedir (Anonim, 2017). Demir-çelik sektörü Türkiye’nin toplam enerji tüketimi içerisinde % 5, sanayideki enerji tüketimi içerisindeki payı ise % 22 paya sahiptir. Demir çelik üretiminde, Tav Fırınları gibi, çok yüksek sıcaklıklara ihtiyaç duyulan tesislerde enerji tüketiminin en aza indirilmesi ve var olan atık ısıların geri dönüşüm sistemleri ile tekrar kullanılması, hem sektörlerin maliyetlerinin düşürülmesi, hem de ülkenin enerji kaynaklarından daha verimli faydalanılmasını sağlaması açısından önemlidir (Anonim, 2013). Bunun yanı sıra demir çelik sanayinde % 25 oranında tasarruf edilebilir bir atık ısı potansiyeli mevcut olduğu [Anonim, 2012] göz önünde bulundurulduğunda sektörlerde yapılabilecek tasarrufun ne kadar önemli olduğu daha net görülmektedir (Anonim, 2014). Bu potansiyelden yararlanmak üzere reküperatör, ekonomizer, ısı eşanjörleri ve organik Rankine çevrimi (ORC) gibi sistemler yaygın olarak kullanılmaktadır.

Kurbanoğlu ve ark., (2013), Yağlı ve ark.,(2013) ve Kaşka, (2014), demir çelik sektöründe kullanılan Tav Fırınında oluşan atık gazdan üretilebilecek elektrik enerjisi potansiyelini hesaplamışlardır.

Utlu, (2015), 1990’dan 2011’e kadar (21 yıllık periyod) olan gerçek veriler üzerinde düşük, orta ve yüksek sıcaklık seviyelerinde atık ısının geri kazanım potansiyelini çalışmıştır. Sektörde bu yıllarda toplam enerji içerisinde elde edilebilir atık ısı potansiyeli % 36 ile % 40 arasında olduğunu belirlemiştir. Teknik potansiyel olarak bu değerlerin % 55 ile % 65 arasında olduğunu hesaplamıştır. Atık ısı geri kazanım uygulamaları ile atık gaz ve duvar ısı geri kazanımları için düşük, orta ve yüksek sıcaklık seviyelerindeki atık ısı geri kazanımları toplam teknik potansiyelini 224 PJ ile 503 PJ arasında olduğunu hesaplamıştır.

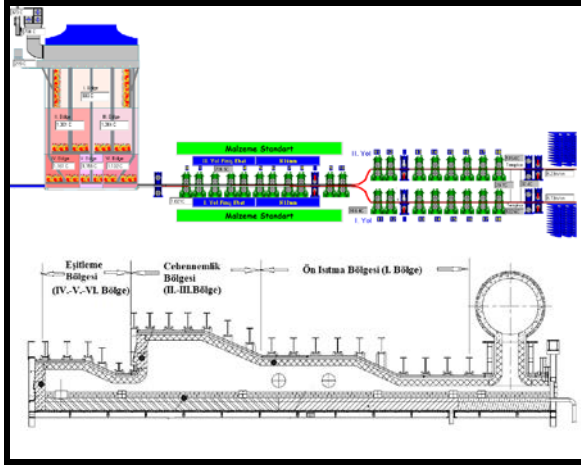
Lemmens ve Lecompte., (2017) yapmış oldukları çalışmada, bir endüstriyel fırından çıkan baca gazı ısı geri kazanımı için kullanılan 375 kW’lık ORC sistemini belirli çalışma koşullarını dikkate alarak mali fizibilite değerlendirmesini yapmışlardır.

Bu çalışmada; demir-çelik fabrikasındaki çelikhane kısmında üretilen kütüklerin, haddeleme işleminden önce ısıtıldığı Tav Fırınları ısı denge açısından ayrıntılı incelenmiştir. Egzoz gazı sıcaklıklarının düzgün rejimli olup olmadığının tespiti yapılmıştır. Tav Fırını baca gazı sıcaklığının bir yıl boyunca değişimi incelenmiş ve açığa çıkan yüksek sıcaklıktaki egzoz gazlarının atık ısı enerji potansiyeli irdelenmiştir.

2. Tav Fırını

Atık ısı kaynağı olan Tav Fırını (TF), atık ısı geri kazanım sistemlerinin analizinde ve tasarımında araştırılması gereken öncelikli konulardandır. Bu kaynağın taşıdığı atık ısı miktarı ve yeterliliği ise tasarım başlangıcında belirlenmesi gereken en önemli parametrelerden biridir.

Tav Fırını ve haddeleme işlemi şematik görünümü Şekil 1'de verilmektedir. Bu çalışma kapsamında yapılacak olan sıcaklık analizi Şekil 1'deki İskenderun'da demir çelik sektöründe çalışmakta olan bir haddehanedeki doğal gaz yakıtlı TF sıcaklık verileri irdelenmiştir.



Şekil 1 Tav Fırını ve haddeleme işlemi şematik görünümü

Demir çelik sektöründe Tav Fırını diğer adıyla Ön Isıtma Fırını genel olarak çelikhanede üretilmiş çelik kütükleri sıcak haddeleme yapılabilmesi için gerekli olan 1000 °C-1100 °C arası sıcaklığa kadar ısıtmaya yarayan sistemdir. Başlıca, itmeli, yürüyen taban ve yürüyen kiriş modelleri demir çelik endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Günümüzde yürüyen kiriş ve yürüyen taban modelleri itmeli tip modeline göre yakıt tüketimi konusunda daha verimlidir. Diğer taraftan, hem yatırım ve işletme maliyeti açısından hem de tufal oluşumu açısından itmeli tip modeli daha avantajlıdır. Sonuç olarak yürüyen tabanlı TF'ları yakıt sarfiyatı itmeli tip TF'larına göre çok düşük olduğu için daha avantajlı olmaktadır. Bu nedenle toplam maliyet hesabı neticesinde bu modeller daha yaygın olarak kullanılmaktadır. Örnek verilecek olunur ise sıcak şarjda yani 700 °C' deki çelik kütüklerde sıcak haddeleme proses sıcaklığına yani 1000 °C-1100 °C arası sıcaklığa çıkartmak için itmeli tip fırınlarda ortalama 18 m³/ton doğalgaz tüketirken bu değer yürüyen kiriş modellerde 13 m³/ton seviyelerine kadar düşmektedir. Bu da yaklaşık olarak yılda 1.000.000 ton kütük haddelendiği düşünülürse ton başına 5 m³ doğal gaz tasarruf edilebileceği hesaplanmaktadır. Bunun neticesinde 5.000.000 m³ doğal gazdan tasarruf edilebileceği ve sonuç olarak 1 m³ doğal gazın 1 TL civarı olduğu kabul edilerek toplamda yaklaşık 5.000.000 TL tasarruf potansiyelinin olduğu hesaplanmaktadır. Bu sonuç ile yürüyen tabanlı sistemlerin itmeli tipe göre yatırım maliyet farkının 20 milyon TL olduğu düşünüldüğünde yürüyen tabanlı sistemlerin yaklaşık 3-4 yılda kendini amorti etmesi anlamına gelmektedir.

TF'larında ısıtılan malzeme, inşaat demiri üretimi için kullanılan 130x130x14000 mm boyutlarında, analiz olarak dünya standartlarına uygun GR460, GR60, GR40 gibi normlara uygun çelik kütük kullanılmaktadır. TF'larında bu kütükler sıcak veya soğuk şarj olarak girmektedir. Sıcak şarj kütükleri ortalama 700 °C civarı, soğuk şarj kütükleri de ortam sıcaklığındadır. Kütüklerin her 100 °C sıcaklığının artması için verilmesi gereken yakıt ton başına yaklaşık 1 m³ olarak hesaplanmıştır. Bu da şarj edilen kütük ne kadar sıcak ise sarf edilen yakıt miktarının da o kadar az olacağından çelikhanede üretilen kütüklerin en kısa ve izolasyonlu yoldan TF'na girmesi önem arz etmektedir.

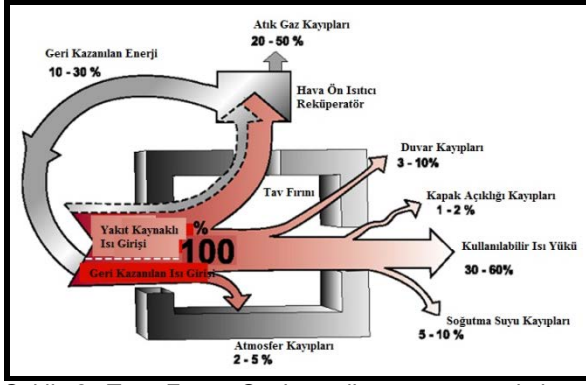
Baca gazı ile dışarı atılan enerji, sistemlere verilen enerjinin kullanılmadan atmosferdeki havaya ya da soğutucu sulara atılan kısmı olarak tanımlanabilmektedir. Endüstri tesislerindeki bacalardan atmosfer havasına atılan egzoz gazının ısı, sistemlerdeki soğutucu akışkanların sistemden uzaklaştırdığı fazla ısı ve jeotermal kaynakların içerdiği ısı miktarları atık ısıya örnek olarak verilebilir. Fırından ilk çıkan baca gazı 800 °C dolaylarında ölçülürken reküperatöre girdikten sonra bacadan atık gaz 400 °C civarı çıkmaktadır. Fırın dış yüzeyleri yaklaşık 100 °C civarı olduğu için ortam sıcaklığına göre bir ısı kaybı olmaktadır.

Tav Fırınında üç farklı özellikte kapaklar bulunmaktadır. Birincisi, fırına kütük şarj edilirken kullanılan kapağın ara açıklığı yaklaşık 20 cm civarındır. Fırın uzunluğunun 14 m olduğu göz önüne alındığında kapak ara açıklığı alanı 2.8 m² olarak hesaplanmaktadır. Sonuç olarak bu aradan içeriye giren soğuk ortam havası baca gazı sıcaklığını azaltmaktadır. İkincisi, fırındaki kütükleri deşarj ederken kullanılan iki tane daha kapak bulunmaktadır. Bu kapaklar deşarj prosesi sırasında açıldığı için buralardan da ısı kaybı olmaktadır. Üçüncüsü, fırının etrafında belirli aralıklarla tabanında oluşan cürufu ve kütüğün üstünden düşen tufalı ara ara temizlemek için kullanılan temizleme kapaklardır. Bu üç farklı özellikteki kapaklardan kaçaklar olduğu için ısı kayıpları meydana gelmektedir.

Tav Fırınlarının genel olarak Şekil 2'deki Sankey diyagramında görüldüğü gibi giren enerji %100 kabul edildiğinde, çıkan enerjilerde yaklaşık olarak (Kunche, 2013);

- Malzemeye aktarılan (kullanılabilir) enerji % 30 - % 60 arası,
- Baca gazı ile dışarı atılan atık gazdan kaybedilen enerji % 20 - % 50 arası,
- Yüzeyden (duvardan) dolayı kaybedilen enerji % 3 - % 10 arası,
- Kapak açıklıklarından kaybedilen enerji % 1 - % 2 arası,
- Soğutucu sudan kaybedilen enerji % 5 - % 10 arası ve,
- Atmosferden kaybedilen enerji % 2 - % 5 arası olduğu kabul edilmektedir.

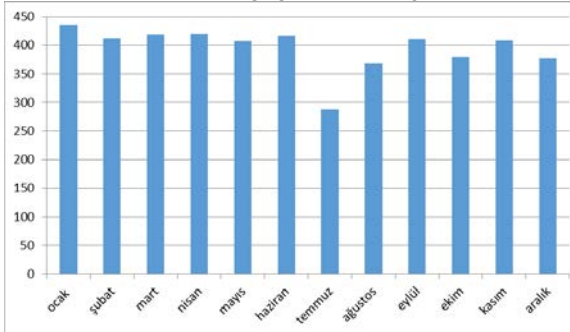
Fırın brülörlerine verilen yakma havası reküperatörler ile % 10 - % 30 arası ön ısıtma yapılmakta fakat bu ön ısıtma ile ısı geri kazanımı sistem sınırları içerisinde gerçekleştirildiğinden genellikle giren enerji olarak alınmamaktadır.



Şekil 2 Tav Fırını Sankey diyagramı genel kayıp oranları (Kunche, 2013)

3. Tav Fırını Atık Isısı

İncelenen endüstriyel tesisteki TF atık baca gazı irdelenirken bacadan atmosfere atılan egzoz gazından düzenli olarak sıcaklık ve debi değerleri on iki ay süreyle, yirmi saniye aralıklarla ölçülmüş ve sıcaklık değerlerinin değişimi incelenmiştir. Tav Fırını atık baca gazı sıcaklığının aylara göre değişimi Şekil 3'de verilmektedir. Şekil incelendiğinde on iki ayın tamamında bacadan atmosfere atılan egzoz gazının aylık ortalama sıcaklıklarının 400 °C civarında olduğu görülmektedir. Temmuz, Ağustos, Ekim ve Aralık aylarında planlı duruşlardan dolayı atık gaz sıcaklığının 400 °C'nin altında kaldığı gözlemlenmiştir.



Şekil 3 Tav Fırını atık baca gazı sıcaklığının aylara göre değişimi

4. DEMİR ÇELİK SEKTÖRÜNDE KULLANILAN TAV FIRININ BACA GAZI ATIK ISISININ İNCELENMESİ

Bu çalışmada Tav Fırını bacasından atmosfere atılan atık gaz sıcaklıklarının analizi yapılmıştır. Tav Fırınındaki atık baca gazı saatlik, günlük, haftalık ve aylık sıcaklık değişimi Şekil 4'de verilmektedir. Bu veriler otomasyon sisteminden yaklaşık 20 saniyede bir alınan gerçek sıcaklık değerleridir. Şekil incelendiğinde bazı zamanlarda sıcaklık değerlerinin düştüğü veya yükseldiği gözlemlenmiştir. Bu değişim irdelendiğinde çok önemli sonuçlara varılmıştır.

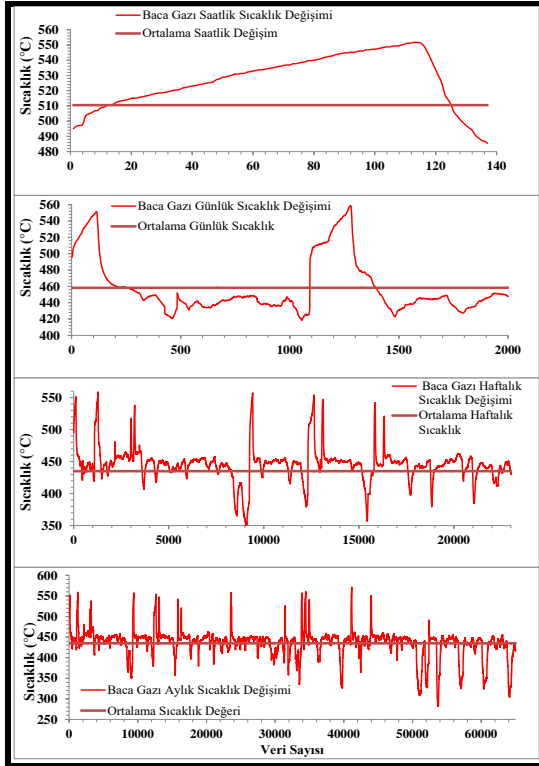
TF Sıcaklık artışları irdelendiğinde bunların birkaç sebebi olduğu saptanmıştır. Sıcaklık artışlarının birinci sebebi, TF'nda anılan zaman aralıklarında haddehane üretim hattında bazı sebeplerden dolayı ani duruşlar olmaktadır. Bu sebepten dolayı Şekil 4'de görüldüğü üzere fırından kütük deşarjı da durmak durumundadır. Bu da kütüklerin aşırı tavlansızdan dolayı eriyip yapışmaması için TF brülörlerini kısma neden

olmaktadır. Kısılmanın etkisiyle reküperatörden geçen yakma hava debisi de azalmaktadır. Fırın baca damperi kapalı pozisyonda olsa bile bacadan hava geçişi devam etmektedir. Bunun sebebi araştırıldığında damper konstrüksiyonunun yanlış dizaynından kaynaklandığı anlaşılmıştır. Baca damperi dizaynı incelendiğinde dikdörtgen şeklinde üç tane kelebek klapenin yan yana duruşundan oluşmaktadır. Bunlar tam kapalı olsa bile her bir dikdörtgen plakanın kenarlarında bırakılan boşluklardan dolayı hava kaçıışı gözlemlenmiştir. Bu klapeler devamlı yüksek sıcaklığa maruz kaldığı için 30 cm kalınlığında ana iskeleti demir malzemesinden yapıldığı, bunun yanı sıra sıcaklığa maruz kalan dış tarafları refrakter malzemedan oluşan ekipmandır. Bu kelebek şeklindeki üç klapenin kendi aralarında dönebilmeleri için boşluk bırakmak zorunda kalmıştır. TF'nin hem deşarj kapaklarındaki hem de cüruf ve tufal temizleme kapaklarındaki açıklıklardan kaynaklı kaçaklardan düşük debili baca hava çekişi devam ettiğinden TF dursa bile içerisi hala yüksek sıcaklıkta kalacağından içeriden reküperatör girişine doğru gelen kaçak hava akımları reküperatör giriş sıcaklığı artışına sebep olduğu tespit edilmiştir. İkinci sebebi ise ortam sıcaklığındaki soğuk kütükler şarj edildiğinde bacaya yakın olan I. Bölge yandığınan dolayı bacadan çıkan reküperatör giriş sıcaklığı artacağı için atık baca gazı sıcaklığını da yükseltmektedir. Daha sonra arkadan ortalama 700 °C civarındaki sıcak kütükler şarj edildiğinde I. Bölge otomasyon sistemi kullanılarak kapatıldığı için sıcaklık normal seviyeye düşürülmektedir. Yukarıda bahsedilen sebepler neticesinde TF atık baca gazı sıcaklığı direkt olarak artmakta olup sıcaklığın Şekil 4'de görüldüğü üzere saatlik, günlük, haftalık ve aylık değerlerin 550 °C'ye kadar çıkmasını sağlamaktadır.

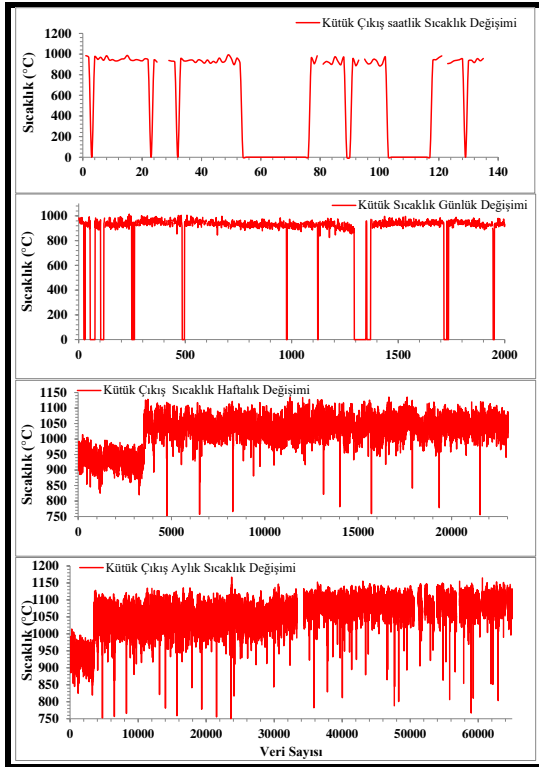
Tav Fırını atık baca gazı sıcaklığında meydana gelen düşüşler araştırıldığında; tekrar çalışmaya başlayan sistem kütükleri tavlama için birden yakma havasına yüklenmesinden ve baca damperinin de açılmasından kaynaklı bir baca gazı sıcaklık düşüşü söz konusu olmaktadır. Buradaki baca damperinin kontrolünü otomasyon sisteminde el ile yapıldığı gözlemlenmiştir. Ama olması gereken yakma havasının miktarına göre otomatik kendini pozisyonlamasıdır. Baca damperinde el ile yapılan açma kapama işlemi anlık hassasiyeti sağlayamadığı için atık baca gazı sıcaklık değerlerinde düşüşler yaşanmakta olup yaklaşık sıcaklığın Şekil 4'de görüldüğü üzere günlükte 418 °C'lere, haftalıkta 350 °C'lere ve aylıkta 280 °C'lere kadar düştüğü görülmektedir. Anılan zaman aralıklarındaki ortalama sıcaklığın saatlikte 510 °C, günlükte 457 °C, haftalık ve aylıkta ise 435 °C olarak gerçekleşmektedir.

Kütük çıkış sıcaklığının saatlik, günlük, haftalık ve aylık değişimi Şekil 5'de görülmektedir. Şekilden de görüldüğü gibi haftalık ve aylık kütük çıkış sıcaklık değişimi analiz edildiğinde çok önemli bir sonuca varılmaktadır. Kütüğün standart tavlama sıcaklığı minimum 1000 °C civarında olmalıdır. Fakat şekilden de görüldüğü gibi ilk bir güne yakın zaman diliminde maksimum 1000 °C civarında kaldığı gözükmektedir. Bir günün ortalaması 950 °C civarındadır. Daha sonraki günlerde minimum sıcaklık 1000 °C'ye kadar çıkmaktadır. Ortalama sıcaklıkta 1050 °C'ye yükselmiştir. Bu durumun birkaç nedeni olduğu tespit edilmiştir. Birincisi, özellikle soğuk şarj kütükleri haddeye verilirken yeteri kadar tav duruşu verilmediği anlaşılmıştır. Hadde seri çalıştığı zaman soğuk

kütüklerin 1050 °C tav sıcaklığına çıkabilmeleri için muhakkak yeteri kadar tav duruşu verilmesi gerektiği tespit edilmiş olup sıcak şarjda tav duruşuna gerek olmadığı anlaşılmıştır.

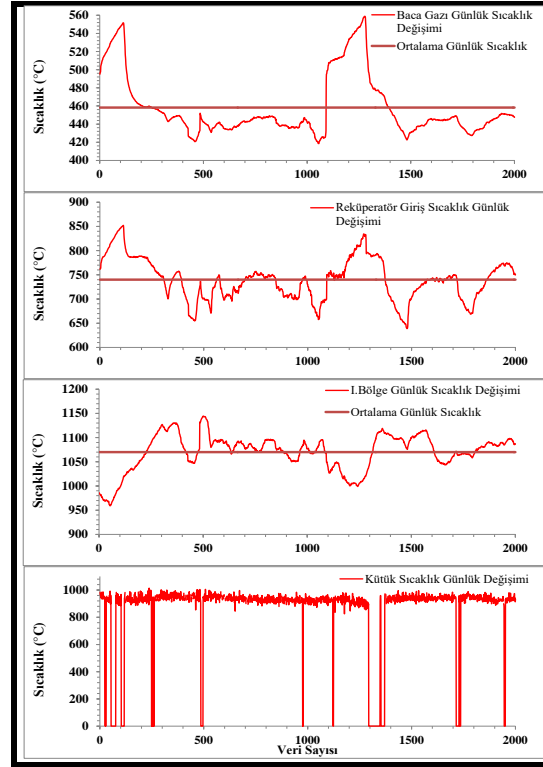


Şekil 4. Tav Fırınındaki baca gazının sıcaklık değişimi



Şekil 5. Tav Fırınındaki kütük çıkış sıcaklık değişimleri

Tav Fırınındaki günlük sıcaklık değişimleri Şekil 6'da görülmektedir. Şekil incelendiğinde anılan baca gazının en son çıktığı yerdeki sıcaklık değişimleri baca gazının bir önceki konumu olan reküperatör giriş sıcaklığıyla benzer eğilimler gösterdiği tespit edilmiştir. Reküperatör giriş sıcaklığındaki değişimler irdelendiğinde baca gazının I.Bölge sıcaklığının benzer eğilimler gösterdiği anlaşılmaktadır. Tav Fırınından kütük çıkışı durduğu zamanlarda daha önceden anlatıldığı şekilde baca gazı sıcaklığında yükselme olduğu görülmektedir.



Şekil 6. Tav Fırınındaki günlük sıcaklık değişimleri

5. Sonuç

Bu çalışmada İskenderun'daki bir demir-çelik tesisinde haddehane Tav Fırınındaki atık baca gazı sıcaklık verileri ile beraber atık gazın kaynağı olan Tav Fırını bölgelerinin de sıcaklık verileri irdelenmiştir. Tav Fırınına ortam sıcaklığındaki soğuk kütükler şarj edildiğinde bacaya yakın olan I. Bölge yandığından dolayı bacadan çıkan reküperatör giriş sıcaklığı artacağı için atık baca gazı sıcaklığını da yükselttiği irdelenmiştir. Daha sonra arkadan ortalama 700 °C civarındaki sıcak kütükler şarj edildiğinde I.Bölge otomasyon sistemi kullanılarak kapatıldığı için sıcaklık normal seviyeye düştüğü görülmüştür. Tav Fırını baca gazı sıcaklık düşüşleri irdelendiğinde ise çalışmaya başlayan sistemin kütükleri tavlama için birden yakma havasına yüklenmesinden ve baca damperinin de açılmasından kaynaklı bir baca gazı sıcaklık düşüşü söz konusu olmaktadır. Tav Fırınındaki atık baca gazı ve buna bağlı olarak bölge sıcaklıkları saatlik, günlük, haftalık ve aylık sıcaklık değişim verileri irdelendiğinde atık ısı geri kazanım sistemleri için enerji kaynağı teşkil eden atık baca gazlarının ortalama sıcaklığının 400 °C' de olduğu saptanmıştır. Düşük ve orta derece 80 °C - 400 °C sıcaklıklardaki atık ısı kaynaklarının kullanılabilirliği mümkün görülmektedir.

Kaynaklar

- [1]. Si, M., Thompson, S., and Calder, K., 2011. Energy efficiency assessment by process heating assessment and survey tool (PHAST) and feasibility analysis of waste heat recovery in the reheat furnace at a steel company. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15 (6), 2904-2908.
- [2]. Anonim, 2017. Cells. Erişim Tarihi:07.04.2017 <http://www.teias.gov.tr/Dosyalar/10Y%C4%B11%C4%B1kTalepTahminleriRaporu2016.pdf>.
- [3]. Anonim, 2013. Cells. Erişim Tarihi 10.10.2013 http://sgm.sanayi.gov.tr/Files/Documents/demir-celik-raporu_2012_04042012114019.pdf.
- [4]. Anonim, 2012. Cells. Erişim tarihi:07.04.2017 <http://www.enerjidergisi.com.tr/haber/2012/12/yuksek-enerji-maliyetleri-demir-celik-sektorunu-yatirim-zorluyor>.
- [5]. Anonim, 2014. Cells. Erişim Tarihi 18.04.2014 <http://www.tuik.gov.tr/PreHaberBultenleri.do?id=16124>.
- [6]. Kurbanoğlu, A., Yağlı, H., Karakuş, C., Koç, A. ve Baltacıoğlu, E., 2013. Demir çelik sektöründe atık ısının organik Rankine çevrimi ile kullanılabilirliği ve ekserjisi. ULIBTK'13 19. Ulusal Isı Bilimi ve Tekniği Kongresi, s: 1081-1086, Samsun, Türkiye
- [7]. Kaşka, Ö., 2014. Energy and exergy analysis of an organic Rankine for power generation from waste heat recovery in steel industry, *Energy Conversion and Management*, 77, 108–117
- [8]. Utlu, Z., 2015. Investigation of the potential for heat recovery at low, medium, and high stages in the Turkish industrial sector (TIS): an application. *Energy*, 81, pp. 394–405
- [9]. Lemmens S.,ve Lecompte., S., 2017, Case study of an organic Rankine cycle applied for excess heat recovery: Technical, economic and policy matters, *Energy Conversion and Management*, Vol.138, 15
- [10]. Yağlı, H., Karakuş, C., Koç, A., Pulyaev, S. ve Akgöz, O., 2013. Atık ısının organik Rankine çevrimi ile kullanılabilirliği ve ekserjisi. UTES'13 IX. Clean Energy Symposium, Konya, Türkiye
- [11]. Kunche, V., 2013. Organic Rankine Cycle (ORC) Power Systems for Waste Heat Recovery Power Generation, 1st-Annual-International-Conference-of-Emerging-Industry-SmartEnergy, 6-7 November, Shenzhen, China

ANALYSIS OF THE AIRFLOW AROUND THE SAVONIUS WIND TURBINE USING COMPUTABLE FLUID DYNAMICS METHOD

SAVONIUS RÜZGAR TÜRBİNİ ÇEVRESİNDEKİ HAVA AKIŞININ HESAPLANABİLİR AKIŞKANLAR DİNAMIĞI YÖNTEMİ İLE ANALİZİ

Faruk KILIÇ^a, Mustafa GÖKTAŞ^b

^a Gazi Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksek Okulu, Ankara, Türkiye, farukkilic@gazi.edu.tr

^b Gazi Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksek Okulu, Ankara, Türkiye, mustafagoktas@gazi.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, savonius tipi dikey rüzgar türbini tasarlanmış ve çevresindeki havanın hız ve basınç dağılımı sayısal olarak incelenmiştir. Türbinin 0°, 45°, 90° ve 135° olmak üzere dört farklı açıda konumlandırılmıştır. Her açısal konum için 6 m/s ve 9 m/s rüzgar hızlarında hız ve basınç dağılımı grafikleri elde edilmiştir. Elde edilen grafikler yorumlanmıştır.

Anahtar kelimeler: Rüzgâr enerjisi, Savonius Rüzgar Türbini, Hesaplamalı Akışkanlar Dinamiği.

Abstract

In this paper, savonius type vertical wind turbine designed. Velocity and pressure distributions of the surrounding air are investigated numerically. The turbine is positioned at four different angles: 0°, 45°, 90° and 135°. For each angular position, velocity and pressure distribution graphs were obtained at wind speeds of 6 m/s and 9 m/s. Obtained graphics are interpreted.

Keywords: Wind energy, Savonius wind turbine, Computational fluid dynamics.

1. Giriş

Son yıllarda, küresel ısınma ve çevre kirliliğine sebep olan yer altı kaynaklarının azalması ve sınırlılığının fark edilmesi ile sürdürülebilir ve yenilenebilir enerji kaynaklarına olan zorunluluk artmıştır. Rüzgar enerjisi gürubunda geniş kullanım oranına sahip olan yatay eksenli rüzgar türbinleri gittikçe yaygınlaşmaktadır. Fakat kurulum için gerekli olan geniş alan, yüksek kurulum maliyeti ve yüksek rüzgar hızının gerekliliğinden dolayı yayılma hızı sınırlı kalmıştır [1]. Ayrıca performans katsayısı (COP) düşük çıkmaktadır [2-4]. Düşük enerji üretim kapasitesine rağmen, Savonius rotorları, düşük başlangıç hızlarında dönmeye başlaması bir avantaj olarak görülmekte ve popülaritesi artmaktadır [4-6]. Savonius rotorunun aerodinamik performansını iyileştirmek için geçmişte çeşitli araştırmacılar tarafından birçok teorik ve deneysel çalışma yapılmıştır [5, 7].

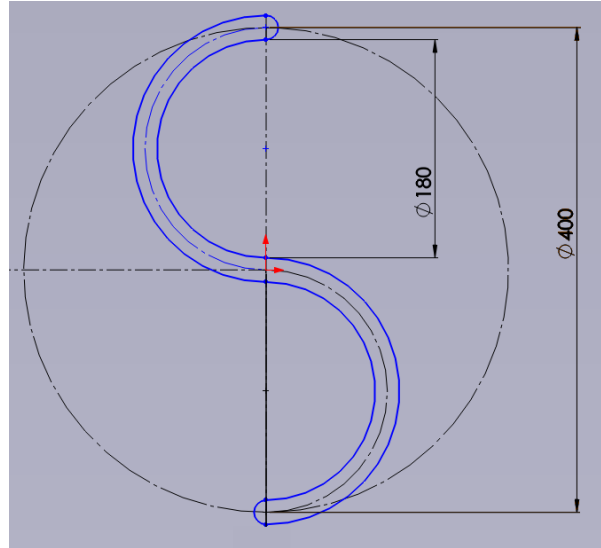
Malzeme ve imalat gibi üretim maliyetlerini azaltmak için Hesaplamalı Akışkanlar Dinamiği (CFD) yöntemi kullanılarak hesaplamalar yapılmıştır.

2. Amaç

Bu çalışmanın amacı, Hava tüneline sabit olarak yerleştirilmiş savonius rüzgar türbini etrafındaki farklı hızlarda ki hava akışkanının fiziksel özelliklerini tespit etmektir.

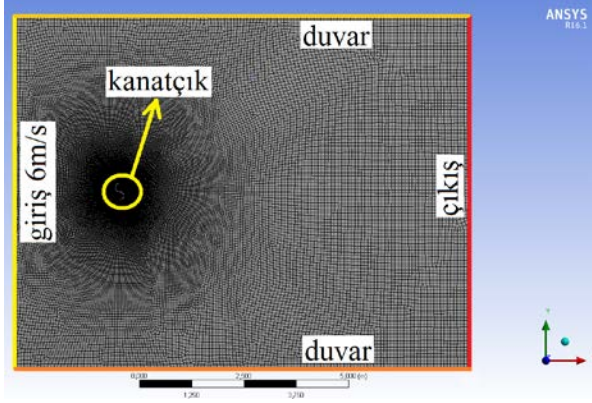
3. Numerik Çalışma

Bu çalışmada, hava tüneline yerleştirilmiş sabit savonius kanadı etrafındaki akış Hesaplamalı Akışkanlar Dinamiği (HAD) yöntemiyle AnSYS Fluent (R16.1) ticari yazılımı ile hesaplanmıştır. Fluent kanat hacminin etrafındaki basınç ve hız değişimlerini farklı geometriler için sonlu hacimler metodu ile çözümleyebilen bir yazılımdır. Savonius kanadının fiziksel tasarımı Solidworks kullanılarak tasarlanmıştır (Şekil. 1).



Şekil 1. Savonius rüzgar türbini kanatçık boyutları.

Hava akış modeli olarak türbülans modeli kullanılmıştır. Sayısal analiz için oluşturulan ağ modeli Şekil 2'de gösterilmiştir.



Şekil 2. Hava tünelineki savonius kanatçığı nümerik modeli.

Sınır şartları, iterasyon sayısı ve yakınsama değeri tanımlandı. Kütle ve momentum denklemleri Fluent programı ile çözülmüştür.

Süreklilik denklemleri;

$$\frac{\partial}{\partial X_j}(\rho u_j) = 0$$

Momentum denklemleri;

$$\frac{\partial}{\partial X_j}(\rho u_j u_i - \tau_{ij}) = \frac{\partial p}{\partial X_j} + S_i$$

Bu iki eşitlikte;

x_j = kartezyen kordinat ($j= 1,2,3$)

u_i = x_i yönündeki mutlak hız bileşenleri

S (piezometrik basınç) = - $\rho_0 g x_m$

P_s = statik basınç

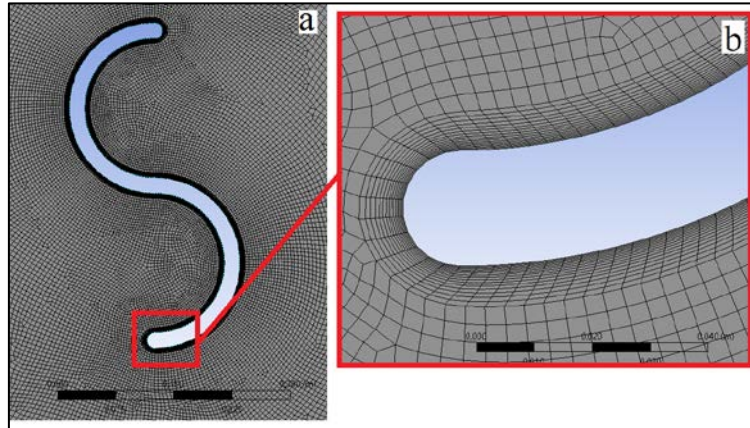
ρ_0 = referans yoğunluk

g = yerçekimi ivmesi

x_m = ρ_0 nun tanımlandığı yerdeki koordinat

τ_{ij} = gerilme tensörünün (stress tensor) bileşenleri

Türbülanslı akış çözümü için standart k-ε türbülans modeli kullanılmıştır. Momentum denklemleri, hızın x ve y bileşenleri, türbülansın kinetik enerjisi (k) ve türbülans dağılım oranı (ε) fluent tarafından çözülmüştür. Çözömlenen senaryoların güvenilirliği ikincil interpolasyon ve iterasyon metodu kullanılarak yüksek tutulmuştur. resim Şekil 3a'da kanatçık çevresindeki, Şekil 3b'de de kanatçık sınır tabakasındaki mesh yapısı görölmektedir.



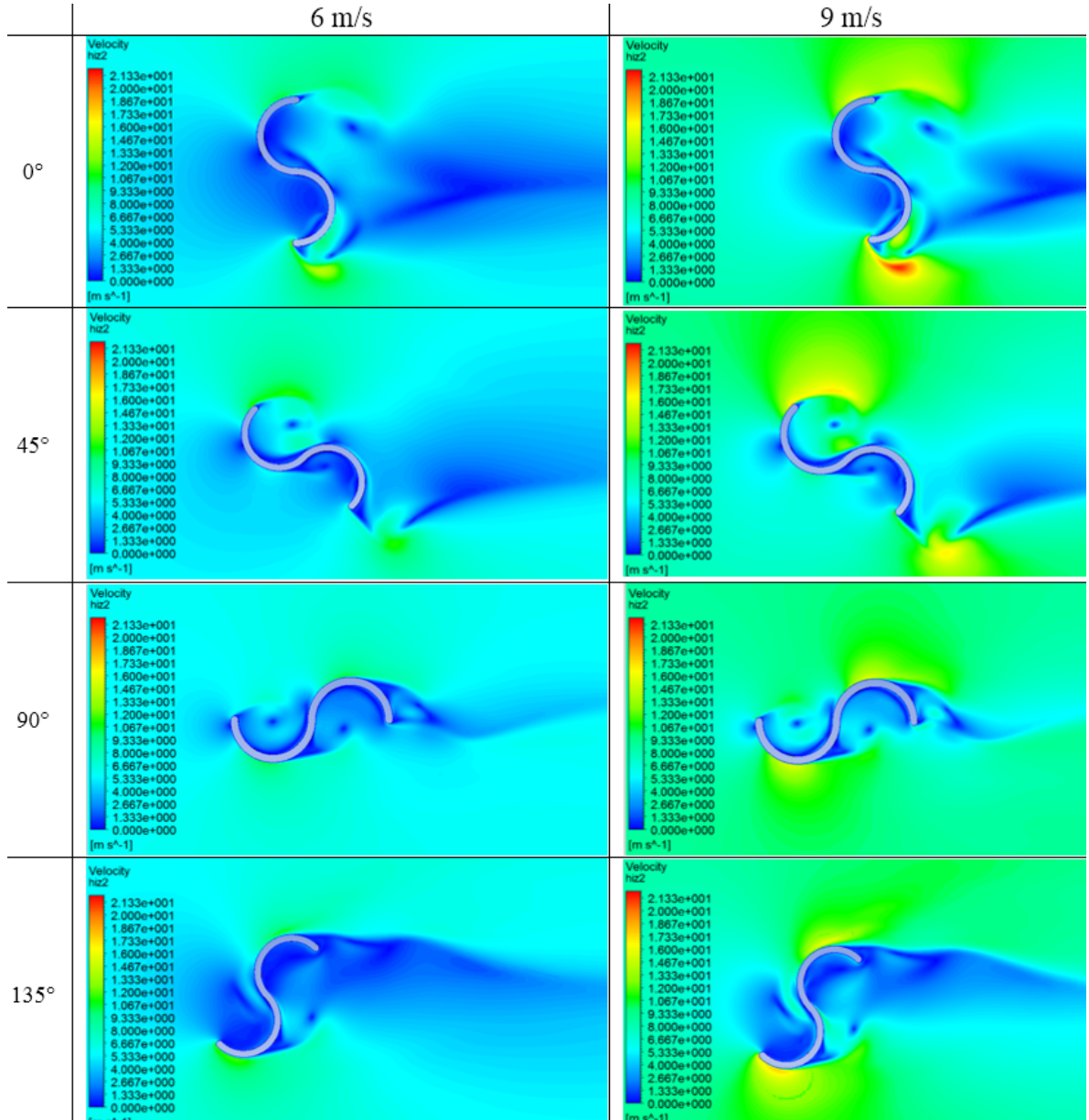
Şekil 3. Sayısal analiz için oluşturulmuş sayısal ağı yapısı.

4. Sonuçlar ve Tartışma

Dikey eksenli savonius rüzgar türbini kanat performansı nümerik olarak incelenmiştir. Tünel girişine iki farklı rüzgar hızı ve dört farklı kanat açısı için senaryolar uygulanmıştır. Geleneksel savonius rüzgar türbininin etrafındaki hız ve basınç dağılımları Şekil 4 ve Şekil 5'te gösterilmiştir. Kanat yüzey alanı hava akış yönüne dik alanı en yüksek olan 0° de kanat arkasında en uzun kuyruk akıntısı oluşmuştur.

Kanat açısının 90° olduğu durum kuyruk akıntısının en kısa olduğu andır. Hava akış yönünü baz aldığımızda dış bükey olan kanat kısmının arka odak noktasının gerisinde vortexler oluştuğu görölmektedir. Aynı kanat

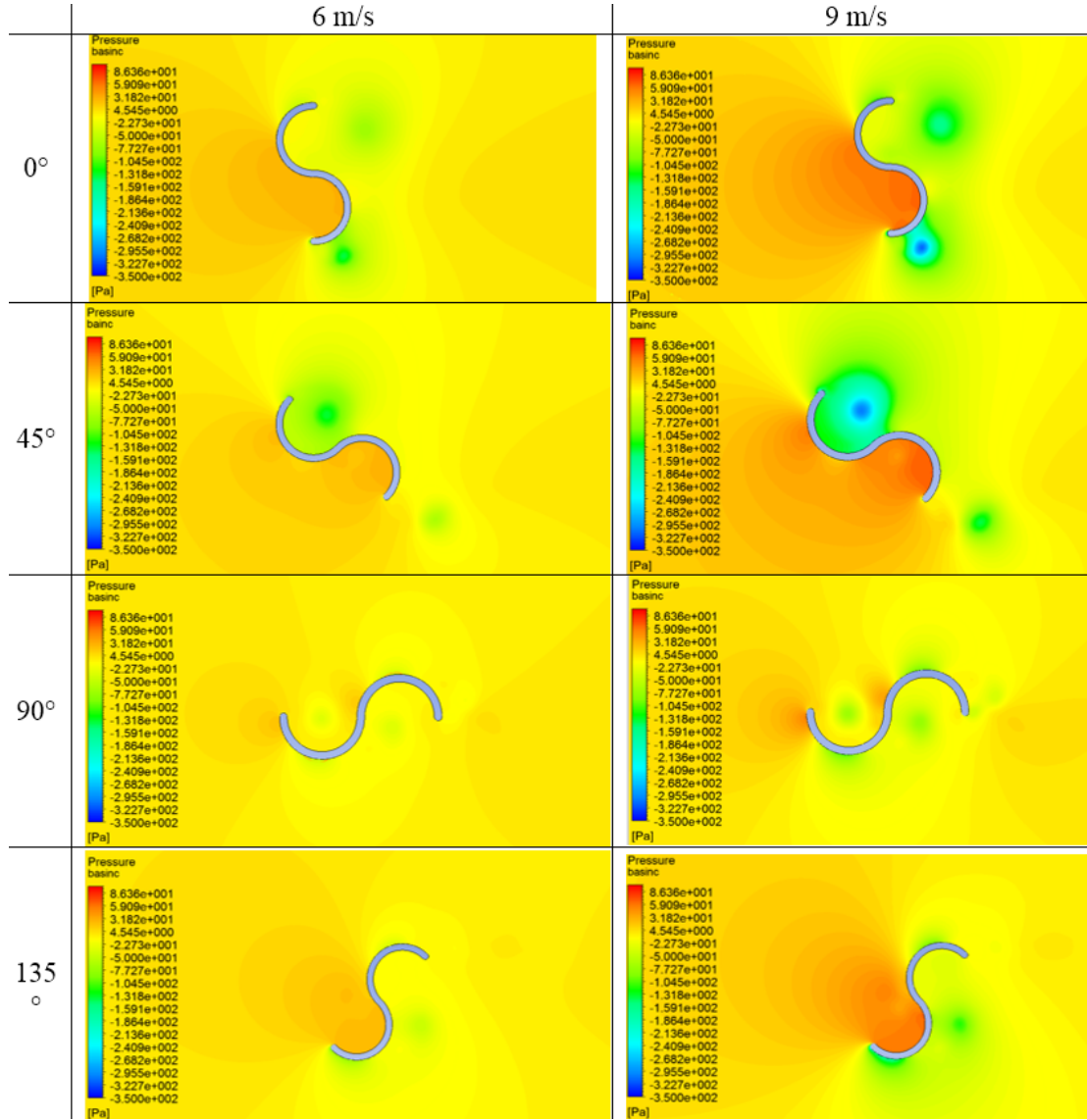
bölgesinin arka yüzeylerinde hava hızının sıfıra yaklaştığı görölmektedir. İç bükey kanat bölgesinin uc kısmında (saat 4 yönünde) lokal olarak $13,8$ m/s rüzgar hızı oluşmuştur. 45° kanat açısında ise 0° deki gibi yüksek hızlı bölge oluşumu vardır ancak 0° kanat açısında tek bölgede oluşan yüksek hızlı bölge görüntüsü iki 45° de iki bölgede oluşmuştur. Üst bölgedeki kanat ucunda hilal şeklinde bir yüksek hız bölgesi oluşmuştur. 45° kanat açısındaki en yüksek rüzgar hızı $11,5$ m/s'dir. Kanat açısı 90° olduğunda ön ve arka kanatçıkların odak noktalarında yakın noktalarda vortex oluşumu gözlenmiştir. Buna ek olarak en yüksek rüzgar hızı 1 m/s seviyesine kadar düşmüştür. Kanat arkasındaki bölgede oluşan kuyruk oluşumu giderek azalmış ve 90° de en az hale gelmiştir.



Şekil 4. Türbin etrafındaki hız dağılımı

Bernoulli denkleminde yükseklikleri sabitlediğimizde basınç ile hız ters hareket etmektedir. Resim 4 ile Resim 5 arasında bağlantı vardır. Kanat yüzey alanı hava akış yönüne dik alanı en yüksek olan 0° de kanat önünde kanat arkasına göre daha yüksek bir basınç

bölgesi oluşumu gözlenmiştir. Resim 5 tüm görüntüleri için akış yönü baz alınarak dış bükey kanatların gerisinde vortexli alçak basınç bölgeleri iç bükey kanatların içinde yüksek basınç bölgeleri gözlenmiştir.



Şekil 5. Türbin etrafındaki basınç dağılımı

Sayısal analizi yapıлып yorumlanan savonius rüzgar türbini farklı tasarımlarla iyileştirilebilir. Optimal aerodinamik kanatçık tasarımı yapıлып tork değerleri elde edilip uygun malzeme ve fiziksel tasarımı sonucunda katma değeri yüksek bir üretim eldesi sağlanması gereklidir.

Kaynaklar

- [1]Tabatabaeikia, S., et al., Computational and experimental optimization of the exhaust air energy recovery wind turbine generator. *Energy Conversion and Management*, 2016. 126: p. 862-874.
- [2]Reupke, P. and S.D. Probert, Slatted-Blade Savonius Wind-Rotors. *Applied Energy*, 1991. 40(1): p. 65-75.
- [3]Kamoji, M.A., S.B. Kedare, and S.V. Prabhu, Experimental investigations on single stage modified Savonius rotor. *Applied Energy*, 2009. 86(7-8): p. 1064-1073.
- [4]Mohamed, M.H., et al., Optimal blade shape of a modified Savonius turbine using an obstacle shielding the returning blade. *Energy Conversion and Management*, 2011. 52(1): p. 236-242.
- [5]Altan, B.D. and M. Atilgan, The use of a curtain design to increase the performance level of a Savonius wind rotors. *Renewable Energy*, 2010. 35(4): p. 821-829.
- [6]Menet, J.L., A double-step Savonius rotor for local production of electricity: a design study. *Renewable Energy*, 2004. 29(11): p. 1843-1862.
- [7]Kılıç, F., Helezonik Savonius Rüzgar Türbini İmalatı ve Denenmesi, in *Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Eğitimi Bölümü*. 2009, Karabük Üniversitesi: Karabük.

NUMERICAL ANALYSIS OF TWO AND THREE BLADES SAVONIUS WIND TURBINES

İKİ VE ÜÇ KANATLI SAVONIUS RÜZGAR TÜRBİNLERİNİN SAYISAL ANALİZİ

Faruk KILIÇ^a, Mustafa GÖKTAŞ^b

^a Gazi Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksek Okulu, Ankara, Türkiye, farukkilic@gazi.edu.tr

^b Gazi Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksek Okulu, Ankara, Türkiye, mustafagoktas@gazi.edu.tr

Özet

Yapılan bu çalışmada, iki ve üç kanatlı dikey tip savonius rüzgâr türbinlerinin çevresindeki hava akışı AnSYS Fluent ticari yazılımı ile sayısal olarak elde edilmiştir. Farklı türbin açılarında (0°,45°,90°) analiz yapılmıştır. Yapılan analiz sonucunda türbin etrafında farklı hız dağılımları incelenmiştir. Elde edilen grafikler karşılaştırmalı olarak yorumlanmıştır.

Anahtar kelimeler: Rüzgâr enerjisi, Savonius Rüzgar Türbini, Hesaplamalı Akışkanlar Dinamiği.

Abstract

In this work, the air flow around the two- and three-wing vertical type Savonius wind turbines was numerically obtained with ANSYS Fluent commercial software. Analyses were made at different turbine angles (0°, 45°, 90°). As a result of the analysis, different velocity distributions around the turbine were investigated. Obtained graphs are interpreted comparatively.

Keywords: Wind energy, Savonius wind turbine, Computational fluent dynamics

1. Giriş

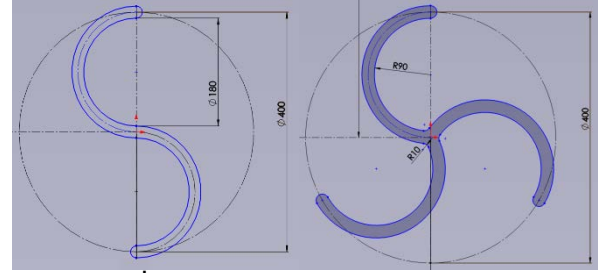
Son zamanlarda, çevre kirliliği ve küresel ısınmaya sebep olan yer altı kaynaklarının azalması ile yenilenebilir enerji kaynaklarına olan ihtiyaç artmıştır. Rüzgar enerjisi ile enerji üreten yatay eksenli rüzgar türbinleri gün geçtikçe yaygınlaşmaktadır. Ancak kurulum için gerekli olan geniş alan, yüksek kurulum maliyeti ve yüksek rüzgar hızının gerekliliğinden dolayı yayılma hızı sınırlı kalmıştır [1]. Bunlara ek olarak performans katsayısı (COP) değeri düşük değerlerdedir [2, 3]. Savonius rotorlarının düşük başlangıç hızlarında dönmeye başlaması önemli bir avantaj görülmektedir [3-5]. Savonius kanatçıkları ve rotor toraklarını iyileştirmek için geçmişte çeşitli araştırmacılar tarafından birçok teorik ve deneysel çalışma yapılmıştır [4, 6, 7].

2. Amaç

Bu çalışmanın amacı, hava tüneline sabit olarak yerleştirilmiş iki ve üç kanatlı savonius rüzgar türbinlerinin etrafındaki farklı hızlarda ki hava akışkanının fiziksel özelliklerini tespit etmektir.

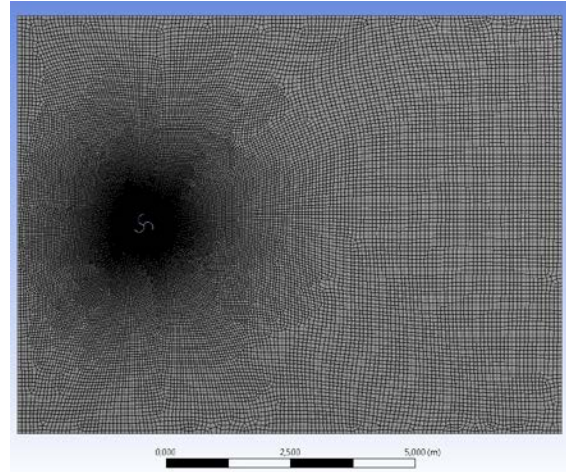
3. Sayısal Analiz (Nümerik) Çalışma

Yapılan bu çalışmada, hava tüneline yerleştirilmiş sabit iki ve üç kanatlı savonius rüzgar türbini etrafındaki akış Hesaplamalı Akışkanlar Dinamiği (HAD) yöntemiyle AnSYS Fluent (R16.1) ticari yazılımı ile hesaplanmıştır. Fluent kanat hacminin etrafındaki basınç ve hız değişimlerini farklı geometriler için sonlu hacimler metodu ile çözümleyebilen bir yazılımdır. Savonios iki ve üç kanatlı fiziksel tasarımı Solidworks kullanılarak tasarlanmıştır (Şekil 1).



Şekil 1. İki ve üç kanatlı savonius rüzgar türbini kanatçıklarının boyutları.

Fluent programında hava akış modeli çözümü için türbülans modeli tercih edilerek çözümleme yapılmıştır (Şekil 2).



Şekil 2. Hava tüneline yerleştirilmiş üç kanatlı savonius türbininin etrafındaki sayısal akış alanı.

Yakınsama değeri, iterasyon sayısı ve sınır şartları tanımlandıktan sonra kütle ve momentum denklemleri Fluent programı kullanılarak elde edildi.

Süreklilik denklemi;

$$\frac{\partial}{\partial X_j}(\rho u_j) = 0$$

Momentum denklemi;

$$\frac{\partial}{\partial X_j}(\rho u_j u_i - \tau_{ij}) = \frac{\partial p}{\partial X_j} + S_i$$

Bu iki eşitlikte;

x_j = kartezyen kordinat (j= 1,2,3)

u_i = x_i yönündeki mutlak hız bileşenleri

S (piezometrik basınç) = - $\rho_0 g x_m$

P_s = statik basınç

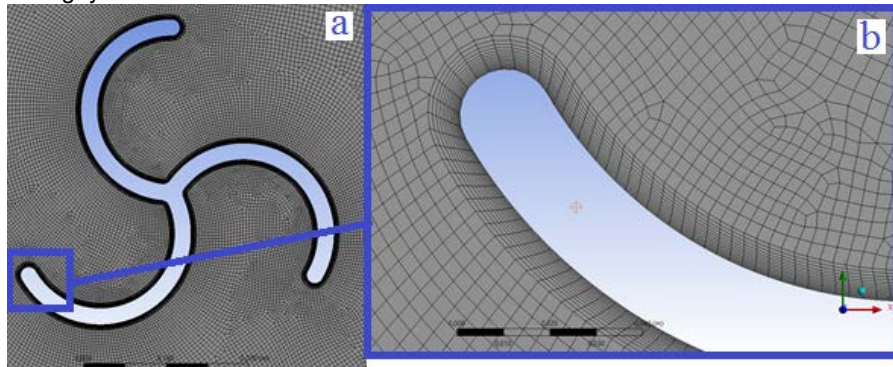
ρ_0 = referans yoğunluk

g = yerçekimi ivmesi

$x_m = \rho_0$ nun tanımlandığı yerdeki koordinat

τ_{ij} =gerilme tensörünün (stress tensor) bileşenleri

Türbülanslı akış çözümü için standart k-ε türbülans modeli model olarak belirlenmiştir. Hızın x ve y bileşenleri, momentum denklemi, türbülans dağılım oranı (ε) ve türbülansın kinetik enerjisi (k) fluent tarafından çözülmüştür. Çözümlenen senaryoların güvenilirliği ikincil interpolasyon ve iterasyon metodu kullanılarak yüksek tutulmuştur. Test bölgesinde türbin (üç kanatlı) kanatlarının mesh (hücresel yapı) atılmış halleri ve kanatçık sınır tabakası Şekil 3'de görülmektedir.

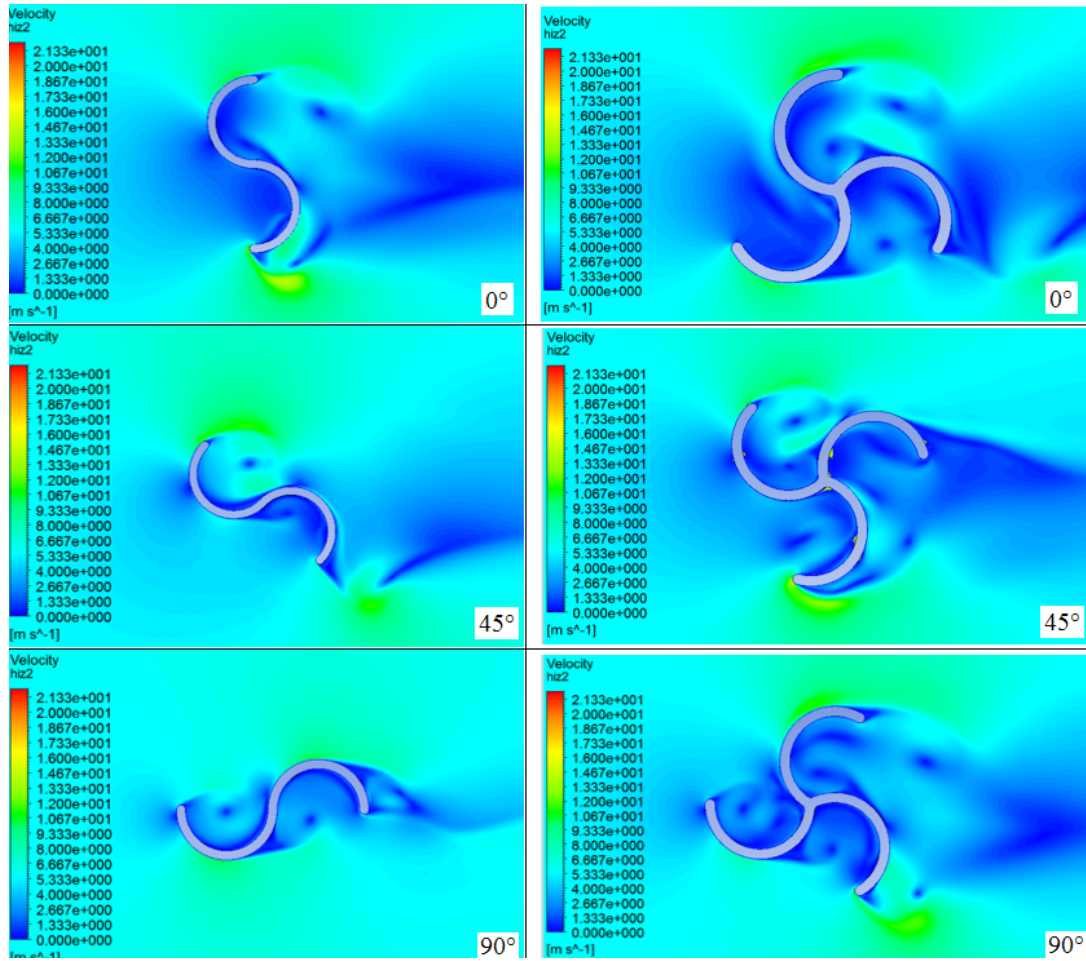


Şekil 3. Sayısal analiz için oluşturulmuş hücre yapısı

4. Deneysel Sonuçları ve Tartışma

İki ve üç kanatlı savonius rüzgar türbini kanat performansı numerik olarak incelenmiştir. Hava akış hızının 6 m/s olduğu durum için üç farklı açıda, türbin çevresindeki hava akışı incelenmiştir. Geleneksel savonius rüzgar türbini etrafındaki hız dağılımı Şekil 4

'de gösterilmiştir. Kanat yüzey alanı (iki kanatçıklı) hava akış yönüne dik alanı en yüksek olan 0° de kanat arkasında en uzun kuyruk akıntısı oluşmuştur. Üç kanatlı da ise kuyruk oluşumu çok fazla bir değişim göstermemektedir. Bu anlamda kanat ivmelenmesinin daha fazla engellendiği görülmektedir.



Şekil 4. Kanatçık etrafındaki hız dağılımı

Bernoulli denklemine göre yükseklikleri sabitlediğimizde basınç ile hız ters hareket etmektedir. Kanat yüzey alanı hava akış yönüne dik alanı en yüksek olan 0° de kanat önünde kanat arkasına göre daha yüksek bir basınç bölgesi oluşumu gözlenmiştir. Şekil 4 tüm görüntüleri için akış yönü baz alınarak dış bükey kanatların gerisinde vorteksli alçak basınç bölgeleri iç bükey kanatların içinde yüksek basınç bölgeleri gözlenmiştir.

Sayısal analizi yapıp yorumlanan savonius rüzgar türbini farklı tasarımlarla iyileştirilebilir. Optimal aerodinamik kanatçık tasarımı yapıp tork değerleri elde edilip uygun malzeme ve fiziksel tasarımı sonucunda katma değeri yüksek bir üretim eldesi sağlanması gereklidir.

Kaynaklar

- [1]Tabatabaeikia, S., et al., Computational and experimental optimization of the exhaust air energy recovery wind turbine generator. *Energy Conversion and Management*, 2016. 126: p. 862-874.
- [2]Reupke, P. and S.D. Probert, Slatted-Blade Savonius Wind-Rotors. *Applied Energy*, 1991. 40(1): p. 65-75.
- [3]Mohamed, M.H., et al., Optimal blade shape of a modified Savonius turbine using an obstacle shielding the returning blade. *Energy Conversion and Management*, 2011. 52(1): p. 236-242.

- [4]Altan, B.D. and M. Atilgan, The use of a curtain design to increase the performance level of a Savonius wind rotors. *Renewable Energy*, 2010. 35(4): p. 821-829.
- [5]Menet, J.L., A double-step Savonius rotor for local production of electricity: a design study. *Renewable Energy*, 2004. 29(11): p. 1843-1862.
- [6]Kılıç, F., Helezonik Savonius Rüzgar Türbini İmalatı ve Denenmesi, in *Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Eğitimi Bölümü*. 2009, Karabük Üniversitesi: Karabük.
- [7]Türk Standardı Ts En Iso 9806_ Isıl Güneş Enerji Sistemleri Ve Bileşenleri – Güneş Enerjisi Kolektörleri – Bölüm 2: Deney Metodları 2014.

FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF Cr-C REINFORCED Cu MATRIX COMPOSITES PRODUCED THROUGH POWDER METALLURGY TECHNIQUE

TOZ METALURJİSİ TEKNİĞİ İLE Cr-C TAKVİYELİ Cu MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Özgür ÖZGÜN^a, Ali ERÇETİN^b

^a Department of Mechanical Engineering, Bingöl University, Bingöl, Turkey, oozgun@bingol.edu.tr

^b Department of Mechanical Engineering, Bingöl University, Bingöl, Turkey, aliercetin@bingol.edu.tr

Özet

Bu çalışmada saf Cu tozu içerisine farklı oranlarda Cr ve C ilavesi yapılarak toz metalurjisi tekniği (T/M) ile Cu matrisli kompozit malzemeler üretilmiştir. Cu tozu içerisine farklı oranlarda Cr ve C ilave edilerek elde edilen toz karışımları 300 MPa basınç uygulanarak şekillendirilmiştir. Optimum sinterleme sıcaklığının tespit edilmesi amacıyla şekillendirilen numuneler farklı sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Sinterleme işlemlerinin başarısı yoğunluk ölçümleri ile değerlendirilmiştir. Üretilen kompozit numunelerin mikroyapı ve mekanik özellikleri karakterize edilmiştir. Mikroyapısal karakterizasyon X-ışınları analizi (XRD), taramalı elektron mikroskopu (SEM) ve enerji dağılım spektrometresi (EDS) incelemeleri ile gerçekleştirilmiştir. Farklı oranlarda Cr ve C ilavesinin mekanik özelliklere etkisi sertlik ölçümleri ile değerlendirilmiştir. Yoğunluk ölçümleri artan Cr ve C oranıyla birlikte ulaşılabilen bağıl yoğunluk değerlerinin arttığını göstermiştir. XRD analizi, Cr'un sinterleme işlemi esnasında mikroyapıda karbür ve nitrür bileşikler oluşturduğunu göstermiştir. Oluşan bu bileşiklere bağlı olarak artan Cr ve C oranıyla birlikte elde edilen sertlik değerleri de artmıştır.

Anahtar kelimeler: Cu, Cr-C, kompozit, mikroyapı, sertlik.

Abstract

In this study, Cu matrix composite materials were produced by powder metallurgy technique (T / M) by adding Cr and C at different ratios to pure Cu powder. Powder mixtures obtained by adding Cr and C at various ratios into the Cu powder were shaped by applying a pressure of 300 Mpa. The specimens were sintered at different temperatures in order to determine the optimum sintering temperature. The success of the sintering process was evaluated by density measurements. The microstructure and mechanical properties of the produced composite specimens are characterized. Microstructural characterization was performed by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectrometry (EDS) analyzes. The effects of Cr and C addition on mechanical properties at different ratios were evaluated by hardness measurements. Density measurements have shown that the relative density values that can be achieved with increased Cr and C ratios are increased. XRD analysis showed that Cr formed carbide and nitrile

compounds in the microstructure during sintering. The hardness values obtained with these Cr and C ratios increased with the increase of these compounds.

Keywords: Cu, Cr-C, composite, microstructure, hardness.

1. Giriş

Mükemmel ısı ve elektriksel iletkenliği sayesinde Cu [1] endüstride en yaygın kullanım alanı bulan metalik malzemelerden biri olmuştur [2]. İyi derecede süneklik ve tokluk [3] ile birlikte yüksek korozyon ve oksidasyon direnci [4] bakırın sahip olduğu diğer üstün özelliklerdir. Bu üstün özelliklerine rağmen bakır ve alaşımlarının kullanımını sınırlayan en önemli eksiklik sergiledikleri düşük mukavemet ve yetersiz aşınma direncidir [5]. Bakır en çok yüksek ısı ve elektriksel iletkenlik gerektiren uygulamalarda tercih edilmektedir [6]. Ancak bazı uygulamalar iyi ısı ve elektriksel iletkenliğin yanında yeterli sertlik ve aşınma direnci de gerektirmektedir [2]. Bu nedenle bakırın mekanik özelliklerini geliştirmeye yönelik yoğun araştırmalar yapılmaktadır. Bakırın mekanik özelliklerini geliştirmek için izlenen yolların başında alaşımlama yapmak gelmektedir [7]. İzlenen bir diğer yol ise oksit, borür, karbür ve nitrür gibi takviye elemanları ile bakır matrisli kompozitler üretmektir [8-10]. Takviye elemanlarının kullanılması sayesinde sertlik, mukavemet, aşınma direnci ve sürünme dayanımı gibi mekanik özellikler önemli ölçüde geliştirilebilmektedir [11].

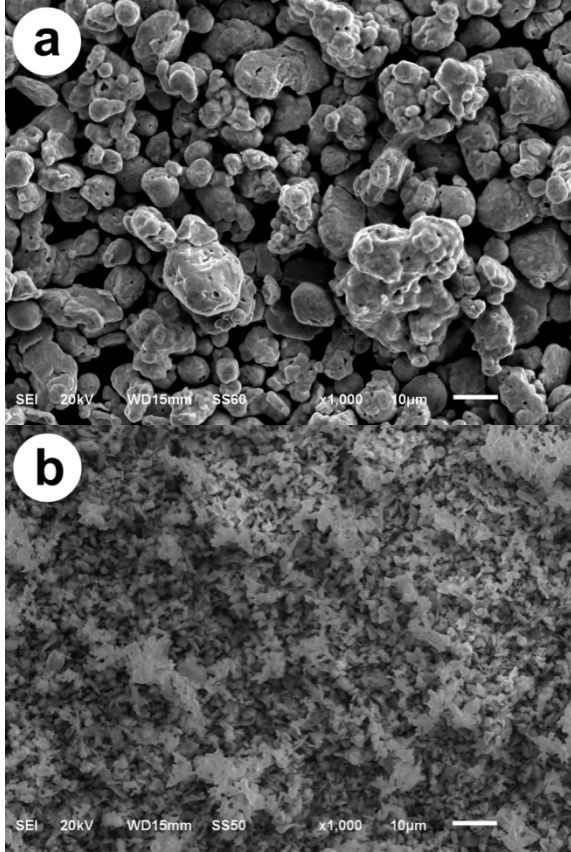
T/M, metalik parçaları mikroyapıları homojen ve ince taneli olacak şekilde üretmeyi sağlayan [12] bir üretim yöntemidir. Herhangi bir parçanın üretiminde mümkün olan diğer tüm üretim tekniklerinden en uygun maliyetli olanı T/M'dir [13]. T/M'nin sağladığı avantajların en önemlilerinden biri, stratejik elementlerin kullanılabilmesini sağlayarak [14], alaşım sisteminin esnekliğini artırmasıdır [12,15]. Bu sayede diğer üretim yöntemleri ile bir araya getirilmesi mümkün olmayan kimyasal bileşimlere sahip alaşım sistemlerinden parça üretimini mümkün kılar [16,17].

Bu çalışmada Cu tozu içerisine farklı oranlarda Cr ve C ilavesi yapılarak T/M yöntemi ile Cu matrisli kompozit parçalar üretilmiştir. Hazırlanan toz karışımları 300 MPa basınç ile şekillendirilmiş ve farklı sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Sinterlenen parçalar yoğunluk ölçümleri, mikroyapı incelemeleri ve mekanik testler ile karakterize edilmiştir. Mikroyapısal karakterizasyonda

XRD, SEM ve SEM/EDS incelemelerinden yararlanılmıştır. Mekanik özelliklerdeki değişim sertlik ölçümleri ile tespit edilmiştir.

2. Malzeme ve Yöntem

Çalışmalarda Sigma-Aldrich firması tarafından üretilmiş saflığı %99 olan Cu tozu kullanılmıştır. Partikül boyutu 14-25 µm aralığında ve partikül şekli küresele yakın olan Cu tozunun SEM görüntüsü Şekil 1a'da verilmiştir. Kompozit üretimi için ilave edilen Cr tozu Atlantic Equipment Engineers firmasından temin edilmiştir. SEM görüntüsü Şekil 1b'de verilmiş olan bu toz %99,8 saflıkta olup, partikül boyutu 1-5 µm aralığındadır. Kullanılan grafit tozunun partikül boyutu 20 µm'nin altındadır.



Şekil 1. Çalışmalarda kullanılan; a) Cu tozunun, b) Cr tozunun SEM görüntüleri.

Tablo 1'de kompozit üretimi için hazırlanan toz karışımlarının kimyasal bileşimleri verilmiştir. Tozlar Tablo 1'de belirtilen oranları sağlayacak şekilde 0,0001 hassasiyetli terazide tartıldıktan sonra fiziksel olarak karıştırılmıştır. Elde edilen karışımlardan 300 MPa basınç uygulanarak 13 mm çapında silindirik numuneler preslenmiştir. Preslenen numuneler 1060-1100 °C aralığında 10 °C'lik farklı sıcaklıklarda yüksek saflıkta azot atmosferi altında sinterlenmiştir. Sinterleme işlemlerinde 10 °C/dk ısıtma ve soğutma hızı kullanılmış ve numuneler sinterleme sıcaklığında 150 dk bekletilmiştir.

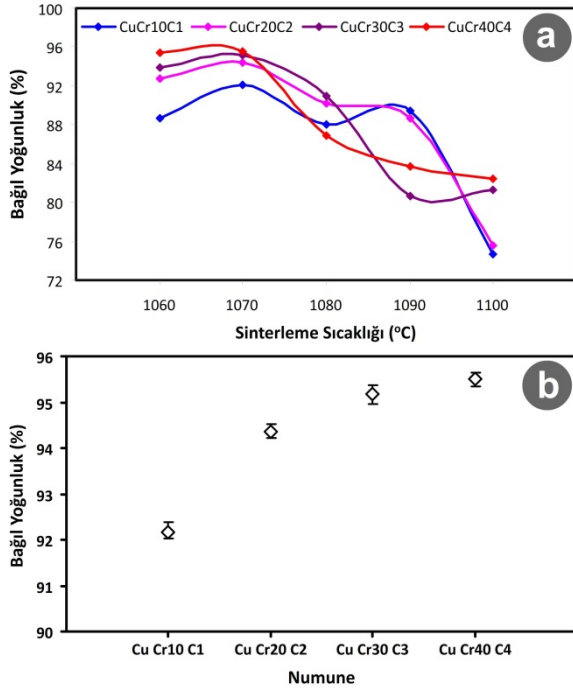
Çizelge 1. Hazırlanan toz karışımlarının ağırlıkça % cinsinden kimyasal bileşimleri

Numune Adı	Ağırlıkça %		
	Cu	Cr	C
CuCr10C1	89	10	1
CuCr20C2	78	20	2
CuCr30C3	67	30	3
CuCr40C4	56	40	4

Üretilen numunelerin yoğunlukları Arşimet prensibine göre belirlenmiştir. XRD analizi Rigaku Ultima IV X-Ray Diffractometer cihazında Cu X-ışını tüpü ($\lambda=1,5405$) kullanılarak 0,02/0,4 derece/saniye tarama hızı ile gerçekleştirilmiştir. Mikroyapı incelemeleri için numuneler metalografik hazırlık aşamalarından geçirildikten sonra %50 saf su + %50 HNO₃ çözeltisinde dağlanmıştır. SEM ve SEM/EDS incelemeleri JEOL JSM 6510 taramalı elektron mikroskobu ve bu cihaza bağlı IXRF 550 marka EDS sistemi ile gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümleri Vickers yöntemi ile Wilson Hardness marka sertlik ölçüm cihazında 25 g yük uygulanarak yapılmıştır.

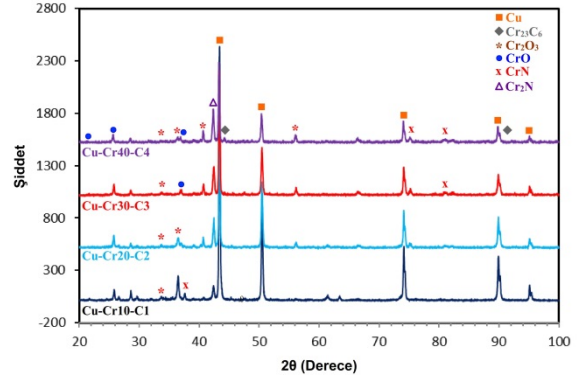
3. Bulgular ve Tartışma

Şekil 2.a'da sinterleme sıcaklığına bağlı olarak üretilen kompozit malzemelerin bağıl yoğunluklarının değişimi verilmiştir. Cu-Cr faz diyagramı [18] incelendiğinde 1070 °C'de ötektik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. Buna uygun olarak tüm bileşimler için farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinden en yüksek yoğunlaşmayı, 1070 °C'de gerçekleştirilen sinterleme işleminin sağladığı görülmektedir. Şekil 2.b'de 1070 °C'de Sinterlenen kompozitlerin bağıl yoğunluk değerleri verilmiştir. Şekilden Cr miktarındaki artışla birlikte elde edilen bağıl yoğunluk değerinin de arttığı görülmektedir. En yüksek bağıl yoğunluk değerine ağırlıkça %40 Cr içeren kompozitte ulaşılmış olup, bu değer ortalama %95,51 olmuştur.



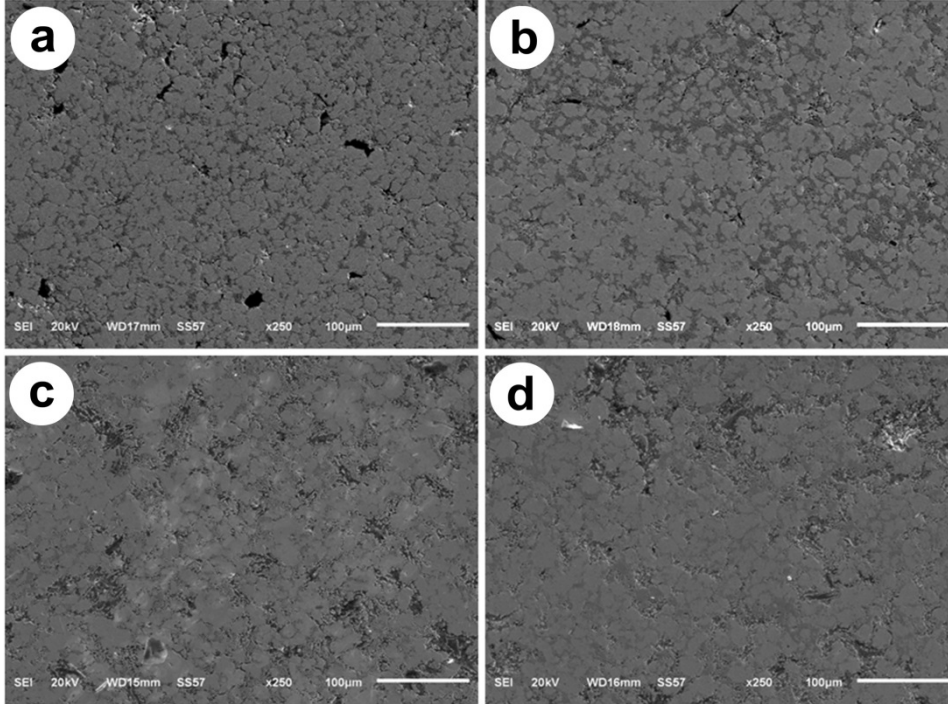
Şekil 2.a) Üretilen kompozitlerde bağıl yoğunluğun sinterleme sıcaklığı ile değişimi, b) 1070 °C'de gerçekleştirilen sinterleme işlemi ile elde edilen bağıl yoğunluk değerleri

Şekil 3'te 1070 °C'de sinterlenen kompozitlerin XRD kırınım desenleri verilmiştir. Şekil incelendiğinde artan Cr oranıyla birlikte Cu'a ait piklerin şiddeti azalmaktadır. Şekilde tüm numunelerin kırınım desenlerinin Cr tarafından oluşturulmuş bileşiklere ait pikler bulunduğunu görülmektedir. Bu bileşiklerden biri sinterleme esnasında Cr'un ilave edilen karbon ile birleşmesi sonucu oluşan $M_{23}C_6$ tipi karbür bileşiğidir. Bu çalışmada Cu içerisinde Cr ile birlikte C ilave edilmekle mikroyapıda karbür bileşikleri oluşturarak sertliği ve dolayısıyla mukavemeti artırmak amaçlanmış olup bu amaca ulaşılmıştır. XRD desenlerinden karbür fazına ek olarak Cr'un sinterleme esnasında sinterleme atmosferi olarak seçilen azot ile reaksiyona girerek nitrür bileşikleri de oluşturduğu görülmektedir. Cr içeren farklı malzeme gruplarının T/M teknikleri ile üretiminde yüksek saflıktaki soy gazlar kullanılarak gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinde Cr'un oksit bileşikleri oluşturduğu bildirilmektedir [19-21]. Bu literatür bilgisiyle uyumlu olarak şimdiki çalışmada da yüksek saflıktaki azot atmosferinde yapılan sinterleme işlemi esnasında Cr oksit bileşikleri oluşturmuştur. Kırınım desenlerinde Cr oranındaki artışla birlikte Cr tarafından oluşturulan bileşiklere ait piklerin şiddeti de artış göstermektedir.



Şekil 3. Üretilen kompozitlerin XRD kırınım desenleri

Şekil 4'te üretilen kompozitlerden alınan SEM görüntüleri verilmiştir. SEM görüntüleri en yüksek bağıl yoğunluğun elde edildiği 1070 °C'de sinterlenmiş numunelerden alınmıştır. Görüntüler incelendiğinde yoğunluk ölçümlerinden elde edilen sonuçlarla uyumlu olarak gözenekliliğin Cr miktarı daha yüksek olan numunelerde daha düşük olduğu görülmektedir. Faz diyagramına göre [18] oda sıcaklığında Cr, Cu içerisinde hiç çözünmemektedir. Bu nedenle ilave edilen tüm Cr'un tane sınırlarında bulunduğu ve artan Cr oranıyla birlikte sürekli bir film haline dönüştüğü görülmektedir. Matriste tane boyutunun 20-30 µm aralığında değiştiği görülmektedir. Çalışmada başlangıç parçacık boyutu 14-25 µm aralığında olan Cu tozu kullanılmış ve sinterleme işlemi 1070 °C'de 150 dk gibi uzunca bir süre ile gerçekleştirilmiş olmasına rağmen tane boyutunda önemli bir irileşme olmamıştır. Bununla birlikte yüksek miktarda Cr içeren kompozitlerin matrisinin daha ince taneli olması dikkat çekmektedir. Literatürde tane sınırlarında bulunan sert fazların tane irileşmesini engelleyici rol oynadıkları bildirilmektedir [22-24]. Şimdiki çalışmada da Cr oranı daha yüksek olan numunelerde tane boyutunun daha düşük olması literatürde yer alan yukarıdaki bilgi ışığında tane sınırlarına yerleşen Cr tarafından oluşturulmuş fazların tane büyümesini engellediğini göstermektedir. T/M teknikleri ile üretilen çoğu metal matrisli kompozit sisteminde matris-takviye elemanı arayüzeylerinde yetersiz bağlanmanın üretilen kompozitlerin özelliklerini olumsuz yönde etkilediği rapor edilmektedir [25-27]. Matris-takviye elemanı arayüzeyindeki yetersiz ıslatma hem üretimde zorluklara yol açmakta hem de servis şartlarında kompozitin bu arayüzeylerden hasara uğramasına da neden olmaktadır [28]. Bu problemin üstesinden gelmek amacıyla çoğu kompozit sisteminde arayüzey bağını geliştirecek tedbirlerin alınması gerekmektedir [29-30]. SEM görüntüleri incelendiğinde şimdiki çalışmada Cu matris ile Cr tarafından oluşturulan fazların arayüzeyinde herhangi özel bir tedbir uygulanmadan iyi bir bağlanmanın meydana gelmiş olduğu görülmektedir. Bu durum mekanik özellikler açısından önemlidir.

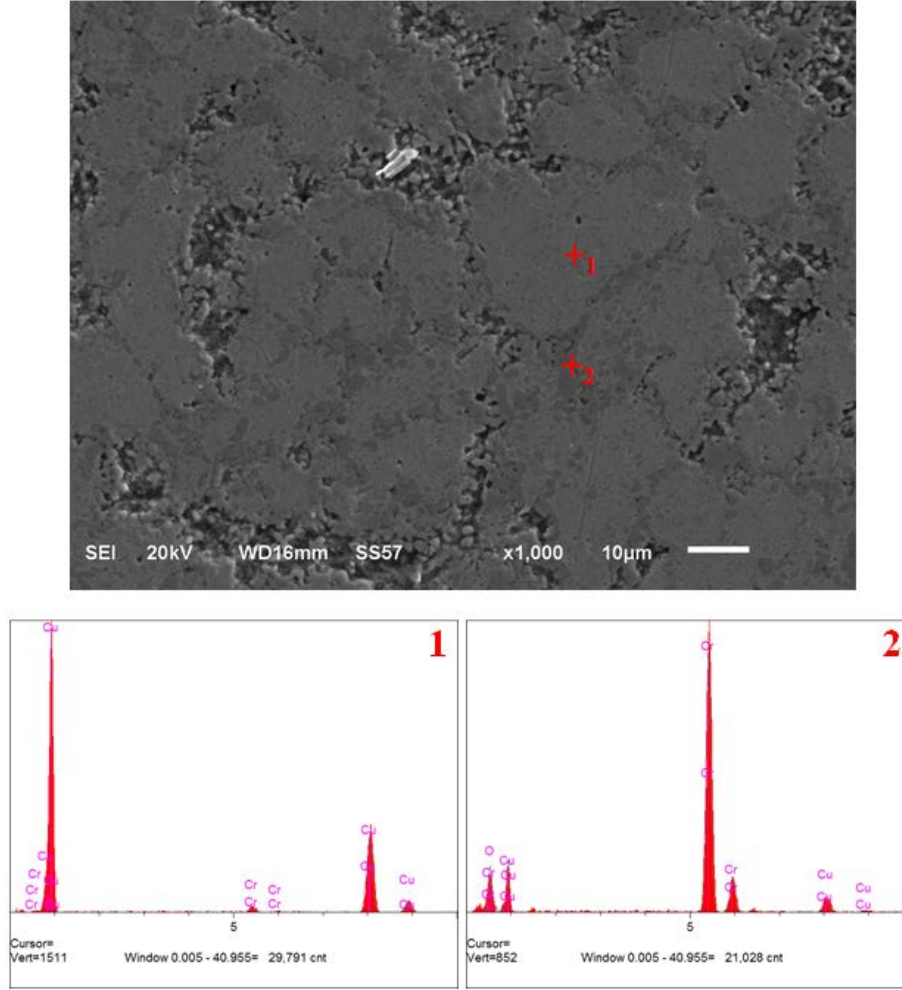


Şekil 4. Numunelerin SEM görüntüleri; a) CuCr10C1, b) CuCr20C2, c) CuCr30C3, d)CuCr40C4

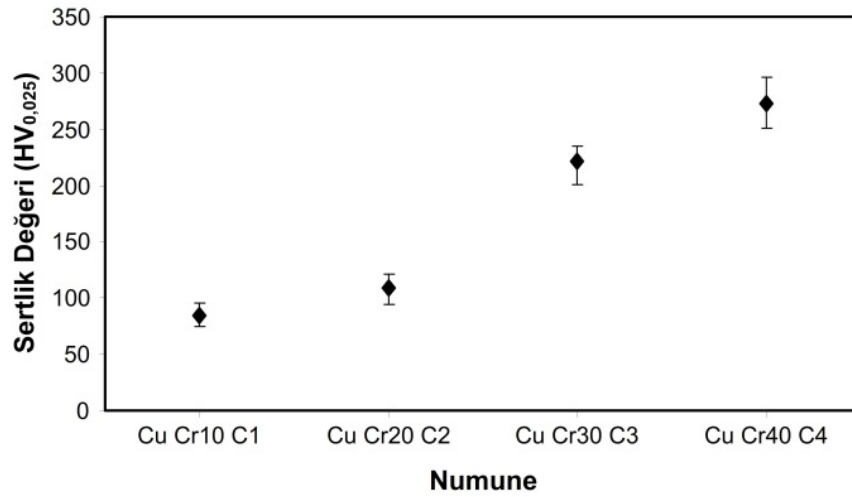
Şekil 5'te CuCr40C4 numunesinden alınmış SEM/EDS analizine ait görüntüler verilmiştir. Cu matriste bulunan 1 numaralı bölgede ağırlıkça %97,2 Cu ve %2,78 Cr bulunmaktadır. Cr'un Cu içerisinde hiç çözünmediği göz önünde bulundurulduğunda bu bölgede bir katı çözüntinin varlığından söz edilemez. Bu bölgede bulunan düşük miktardaki Cr'un matris içerisinde hapsolmuş küçük boyutlu parçacıklar halinde bulunduğu düşünülmektedir. Tane sınırında yer alan 2 numaralı bölgeden alınan EDS analizine göre bu bölgede ağırlıkça %77,7 Cr, %12 Cu ile birlikte düşük miktarda C ve O elementleri bulunmaktadır. Bu durum

bu bölgede Cr tarafından karbür ve oksit bileşikleri oluşturulmuş olduğunu düşündürmektedir.

Şekil 6'da üretilen kompozitlerden ölçülen sertlik değerleri verilmiştir. Artan Cr oranıyla birlikte daha yüksek sertlik değerlerine ulaşılmıştır. Bu durum, mikroyapıda Cr tarafından oluşturulduğu XRD ve SEM/EDS analizleri ile tespit edilen sert fazların varlığına ve miktarındaki artışa bağlanmaktadır. En yüksek sertlik değeri CuCr40C4 numunesinde elde edilmiş olup ortalama 273,13 HV_(0,025)'dir.



Şekil 5. CuCr40C4 numunesinden alınan SEM/EDS analizine ait görüntüler



Şekil 6. Üretilen kompozit numunelerin sertlik değerleri

4. Sonuçlar

Bu çalışmada T/M metodu kullanılarak 4 farklı içeriğe sahip Cu matrisli kompozit malzeme üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelere uygulanan

karakterizasyon işlemlerinden aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- 1) Farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilen sinterleme işlemlerinden en yüksek yoğunlaşmayı, Cu-Cr için ötektik reaksiyon sıcaklığı olan 1070 °C'de gerçekleştirilen sinterleme işlemi olmuştur. İlave

- edilen Cr miktarındaki artışla birlikte elde edilen bağıl yoğunluk değerleri de artmıştır.
- 2) XRD analizi Cr'un sinterleme işlemi esnasında farklı bileşikler oluşturduğunu göstermiştir. Bu bileşiklerden biri ilave edilen grafit ile Cr'un birleşmesi sonucu oluşan karbür bileşiğidir. Ayrıca sinterleme işleminin azot atmosferinde yapılması, Cr'un farklı nitrür bileşiklerini oluşturmasına yol açmıştır.
 - 3) SEM incelemelerinde üretilen kompozitlerde Cu matris ve Cr tarafından oluşturulan fazlar ayırt edilebilmektedir. Cr tarafından oluşturulan fazlar genellikle tane sınırlarında bulunmakla birlikte artan Cr oranıyla birlikte sürekli bir film haline dönüşmüştür. Cu matrisin tane boyutunun 20-30 µm aralığında değiştiği ve bu tanelerin Cr tarafından oluşturulan fazlar tarafından kuşatıldığı görülmüştür. Özellikle %40 Cr içeren numunede Cr tarafından oluşturulan fazın Cu tanelerini kuşatan sürekli bir ağ haline dönüştüğü görülmüştür.
 - 4) Üretilen kompozitlerde Cr ve C oranındaki artışla birlikte mikroyapıda oluşan sert fazların miktarındaki artışa bağlı olarak daha yüksek sertlik değerleri elde edilmiştir.

Teşekkür

Çalışmalar sırasında gösterdikleri ilgi ve harcadıkları emeklerinden dolayı Bingöl Üniversitesi Merkezi Laboratuvarı çalışanlarına teşekkürlerimizi sunarız.

Kaynaklar

- [1] Akramifard HR, Shamanian M, Sabbaghian M, Esmailzadeh M, Microstructure and mechanical properties of Cu/SiC metal matrix composite fabricated via friction stir processing, *Materials and Design*, 54: 838–844, 2014.
- [2] Liang Y, Zhao Q, Zhang Z, Li X, Ren L. Effect of B₄C particle size on the reaction behavior of self-propagation high-temperature synthesis of TiC–TiB₂ ceramic/Cu composites from a Cu–Ti–B₄C system, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 46: 71–79, 2014.
- [3] Barmouz M, Asadi P, Basharati Givi MK, Taherishargh M. Investigation of mechanical properties of Cu/SiC composite fabricated by FSP; Effect of SiC particles size and volume fraction. *Mater Sci Eng A*, 528:1740–9, 2011.
- [4] Barmouz M, Basharati Givi MK, Seyfi J. On the role of processing parameters in producing Cu/SiC metal matrix composites via friction stir processing: Investigating microstructure, microhardness, wear and tensile behavior, *Mater Charact*, 62:108–17, 2011.
- [5] Ziyuan Sh, Deqing W. Surface dispersion hardening Cu matrix alloy. *Appl Surf Sci*, 2000;167:107–12
- [6] Dieter JE. *Mechanical Metallurgy*, New York, McGraw-Hill, 1961.
- [7] Sobhani M, Arabi H, Mirhabibi A, Brydson RMD, Microstructural evolution of copper–titanium alloy during in-situ formation of TiB₂ particles, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 23, 2994–3001, 2013.
- [8] Gu LY, Liang GY, Zheng ZB. Investigation of in situ Cu–TiB₂ composite on the copper using later melting synthesis, *J Mater Eng Perform*, 16(5):54–8, 2007.
- [9] Qiang Xu, Xinghong Zhang, Jiecai Han, Xiaodong He, Kvanin VL. Combustion synthesis and densification of titanium diboride-copper matrix composite, *Mater Lett*, 57: 4439–44, 2003.
- [10] Bozic D, Cvijovic-Alagic I, Dimcic B, Stasic J, Rajkovic V. In-situ processing of TiB₂ nanoparticle-reinforced copper matrix composites, *Sci Sintering*, 41, 143–50, 2009.
- [11] Callister WD. *Materials Science and Engineering*, John Wiley & Sons, 2007.
- [12] Gökçe, A., Fındık, F., Kurt, A.O. Microstructural examination and properties of premixed Al-Cu-Mg powder metallurgy alloy, *Materials Characterization*, 62, 730-735, 2011.
- [13] German, R. M. *Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing*, Metal Powder Industries Federation, 2005.
- [14] Simchi, A. Densification and microstructural evolution during co-sintering of Ni-Base superalloy powders", *Metallurgical and Materials Transactions: A*, 37A, 2549–2557, 2006.
- [15] Stoloff, N. S. *Wrought and powder metallurgy (P/M) superalloys*, ASM Handbook: Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys. 1, 1478-1527, 2005.
- [16] Vervoort, P. J., Vetter, R., Duszczyk, J. Overview of powder injection molding, *Advanced Performance Materials*, 3, 121-151, 1996.
- [17] Rashad, M., Pan, F., Asif, M. Room temperature mechanical properties of Mg–Cu–Al alloys synthesized using powder metallurgy method, *Materials Science & Engineering: A*, 644, 129–136, 2015.
- [18] Chakrabarti D.J., and Laughlin, D.E. Cr-Cu (Chromium - Copper), in *ASM Handbook*, Volume 3, Alloy Phase Diagrams, 1984.
- [19] Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Findik, F., Yılmaz, R. Microstructure and mechanical properties of injection moulded Nimonic-90 superalloy parts, *Powder Metall.* 55, 405–414, 2012.
- [20] Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Yılmaz, R., Findik, F. Injection molding of nickel based 625 superalloy: Sintering, heat treatment, microstructure and mechanical properties, *J. Alloys Comp.* 546, 192–207, 2013.
- [21] Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Yılmaz, R., Fındık, F. Microstructural and Mechanical Characterization of

Injection Molded 718 Superalloy Powders, *J. Alloys Comp.*, 576, 140–153, 2013.

[22] Gülsoy, H.Ö., Özgün Ö. and Bilketay, S. Powder injection molding of Stellite 6 powder: Sintering, microstructural and mechanical properties, *Materials Science and Engineering A*, 651, 914-924, 2016.

[23] Pollock, T.M., Tin, S. Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties. *Journal of Propulsion and Power* March-April 22(2): 361–374, 2006.

[24] Dehmas, M., Lacaze, J., Niang, A., Viguier, B. TEM study of high-temperature precipitation of delta phase in Inconel 718 alloy, *Adv. Mater. Sci. Eng.*, 1–9, 2011.

[25] Uddin, S.M., Mahmud, T., Wolf, C., Glanz, C., Kolaric, I., Volkmer, C., Höller, H., Wienecke, U., Roth, S., Fecht, H-J. Effect of size and shape of metal particles to improve hardness and electrical properties of carbon nanotube reinforced copper and copper alloy composites. *Compos Sci Technol*, 70(16), 2253–2257, 2010.

[26] Efe, G.C., Yener, T., Altinsoy, I., Ipek, M., Zeytin, S., Bindal, C. The effect of sintering temperature on some properties of Cu–SiC composite, *J Alloy Compd*, 509, 6036-6042, 2011.

[27] Prosviryakov, A.S. SiC content effect on the properties of Cu–SiC composites produced by mechanical alloying, *J Alloy Compd*, 632, 707-710, 2015.

[28] Zhan, Y., Zhang, G. The effect of interfacial modifying on the mechanical and wear properties of SiCp/Cu composites, *Mater Lett*, 57(29), 4583–4591, 2003.

[29] Chen, W.X., Tu, J.P., Wang, L.Y., Gan, H.Y., Xu, Z.D., Zhang, X.B. Tribological application of carbon nanotubes in a metal-based composite coating and composites, *Carbon*, 41, 215–222, 2003.

[30] Ning, Y., Patnaik, P.C., Liu, R., Yao, M.X., Wu, X.J. Effects of fabrication process and coating of reinforcements on the microstructure and wear performance of Stellite alloy composites, *Materials Science and Engineering A*, 391, 313–324, 2005.

PERFORMANCE ANALYSIS AND SIMULATION OF SOLAR PV-WIND HYBRID ENERGY SYSTEM WITH STATCOM USING MATLAB/SIMULINK

Bakır,H^a and Kulaksız,A.A^b

^{a,b}Selcuk University, Engineering Faculty, Electrical&Electronics Engineering Department, Konya, Turkey email: ^ahaleb@selcuk.edu.tr , ^bafsin@selcuk.edu.tr

Abstract

As demand for electricity increases, power systems are becoming more complicated as well. The classic methods used to prevent voltage instability and collapses in growing and complicated systems have sometimes failed to meet the needs of the system. Nowadays, due to the flexible power electronics transmission devices (FACTS), the power problems of the complicated and growing systems are solved more quickly and effectively. In addition, when FACTS devices are used appropriately, they increase the stability limits of power systems and ensure that the available resources are used in the best possible way. Among the most well-known FACTS devices are Static VAR Compensator (SVC), Static Synchronous Compensator (STATCOM). This study focuses on the modeling and analysis of Wind-PV Hybrid generation system with STATCOM in MATLAB/SIMULINK. The effect of the STATCOM on hybrid renewable energy system (HRES) was investigated. With STATCOM providing reactive power compensation in transmission systems, the reactive power desired by the system is absorbed or generated.

Key Words: PV model, Wind Model, Hybrid system Model, STATCOM, FACTS.

1. Introduction

In parallel with the world population and industrial developments, the energy requirement is increasing, while the reserves of fossil energy resources are rapidly depleting. Today, despite the use of fossil fuels such as coal, oil, and natural gas in energy production, the rapid depletion of these resources has increased our tendency towards renewable energy sources. In this respect, projects on renewable energy sources have made great strides in recent years to meet the increasing demand for energy. In recent years, energy has come to the center of researchers and policies. In the global energy balance, fossil fuels such as coal, oil and natural gas maintain their weight in primary energy sources used in the world and our country. The fact that these energy sources are becoming less and less, the tendency towards the sustainable energy resources and the work done on these resources are increasing. A significant advantage of renewable energy sources is that they can form a hybrid system with other energy sources. Hybrid energy systems are generally systems in which two or more different energy production systems work together to supply electricity or thermal load. Hybrid systems that use the wind and solar energy together from renewable energy sources are being investigated extensively [1].

As demand for electricity increases, power systems are becoming more complicated as well. The classic methods used to prevent voltage instability and collapses in growing and complicated systems have sometimes failed to meet the needs of the system. Nowadays, due to the flexible power electronics transmission devices (FACTS), the power problems of the complicated and growing systems are solved more quickly and effectively. In addition, when FACTS devices are used appropriately, they increase the stability limits of power systems and ensure that the available resources are used in the best possible way [6]. The most well-known FACTS devices are Static VAR Compensator (SVC) and Static Synchronous Compensator (STATCOM).

1.1. STATCOM

STATCOM is connected in parallel to the conduction line to extract controlled reactive power from the conduction line and regulate the line voltage. This is the main task of STATCOM. It can supply reactive power to the transmission line or can dissipate reactive power from the transmission line to regulate amplitude of the voltage at the output of the transformer .

If the converter output is at the forward phase, it gives active power to the system, while at the reverse phase it draws active power from the system.

Generally, STATCOM supplies reactive power to the system. The structure of STATCOM is shown in Figure 1 [5].

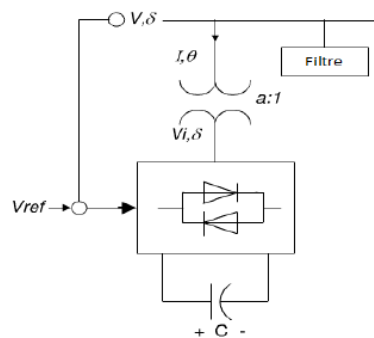


Fig.1. Structure of STATCOM

The main task of this paper is to develop a simulation model of a standalone hybrid generation system including wind and PV subsystems with STATCOM using MATLAB/SIMULINK. Characteristics of modeled wind turbine and PV panel and statcom have been shown for different conditions. This paper includes in detail the equations that form the wind turbine and PV

panel. Accordingly, necessary information is provided to develop wind turbine models and PV panel and statcom that can be used in the simulation for wind/PV generation system and for further study of such systems. The proposed hybrid system model is shown in Figure 2.

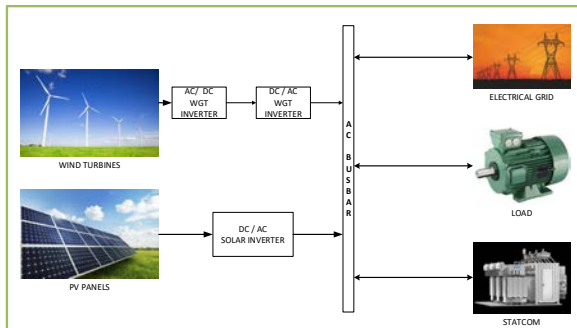


Fig.2.Proposed hybrid system model

2. Modeling of system components

2.1. PV cell modeling

Solar cells consist of p-n semiconductors being combined into a thin layer. The PV cell output I-V characteristic in the dark is very similar to that of a diode. When exposed to light, due to electron movement driven by photons, current is supplied.

PV cell equivalent circuit is shown in Figure 3. The circuit is expressed by a diode connected in parallel to the current source, a shunt resistor R_{sh} , and a resistor R_s connected in series to resulting structure.

The photon generated current shorting together the terminals of the cell will follow out of the cell as a short-circuit current (I_{sc}). Therefore, $I_{ph} = I_{sc}$ While there is no connection to the PV cell (open-circuit), the photon generated current is shunted internally by the intrinsic p-n junction diode [2].

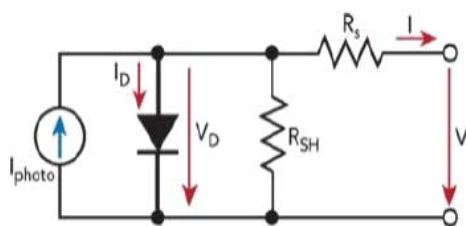


Fig. 3. A solar cell equivalent circuit

Using the theory of semiconductors, the I-V characteristic equation of PV cell is given by equation 1.

$$I = N_p I_{ph} - N_p I [\exp(q(V_{pv} + I_{pv} R_s) / N_s A K T) - 1] - (V + I R_s) / R_{sh} \quad (1)$$

Here; I_{ph} is the photocurrent, I is the total output current, q is the electron charge (1.602×10^{-19} C), K is Boltzmann's constant (1.381×10^{-23} J / K), A is the ideality factor, N_p is the number of parallel connected

cells, N_s is the number of series connected cells, and T represents the absolute temperature in Kelvin.

2.2. Wind energy modeling

The wind turbine is a collection of tools used to convert wind energy into electricity. Generally, there are models with 1, 2 or 3 wings. There are wind turbines at different lengths and types, but they are generally classified according to the rotational axes. There are two classes of wind turbines: Horizontal Axis and Vertical Axis. The power generated by the wind turbine is given by equation 2 [3].

$$P_w = 1/2 \cdot C_p \cdot \rho \cdot A \cdot V m^3 \quad (2)$$

Here;

ρ : the air density = 1.225 kg/m^3 ,

C_p : power coefficient,

V_m : the wind speed in (m/s),

A : the area swept by the rotor in (m^2),

The amount of torque in (N-m) is given by equation 3 [3].

$$P_w = T_w W_w \quad (3)$$

Here;

T_w : The amount of torque,

P_w : the power from the wind,

W_w : rotor speed in (rad /s) .

2.3. Modeling of STATCOM

Simply, STATCOM consists of a connection transformer, a converter, and a DC capacitor. V_0 is the output voltage of the STATCOM, V is the AC system voltage. It can be used for reactive shunt compensation like TCSVC. It can supply reactive power to the transmission line or can dissipate reactive power from the transmission line to regulate the voltage of the bouquet to which it is connected. The reactive power exchange between the STATCOM and the AC system is controlled by regulating the magnitude of the converter output voltage. If the STATCOM output voltage exceeds the magnitude of the AC system voltage ($V_0 > V$), the I current flows from the STATCOM to the AC system via transformer reactance and generates reactive power for the device transmission line. The converter output current is higher than the transmission line voltage. In this case, the device is operating in capacitive mode [7].

In Figure 4, V-I graph of STATCOM is given in continuous operation. It can be seen that in the graphical power system, both inductive and capacitive currents can be provided at certain intervals [7].

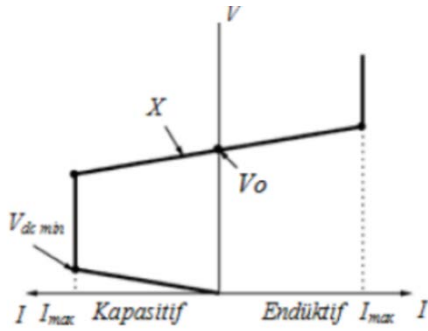


Fig. 4. V-I graph of STATCOM

While I_d is the direct axis component of the current based on the true power imbalance, I_q is the quadrature current. Then, the peak value of the inter-line voltage from the integrated system is calculated by comparing with the reference value, and the difference between these two values gives the desired reactive power in the quadrature current I_q [4].

Inverse Park's transformation (dq0-abc transformation) is represented by equation 4 [4].

$$I_{abc} = T_{dq0}^{-1} \begin{bmatrix} I_d \\ I_q \\ I_0 \end{bmatrix} = \sqrt{\frac{2}{3}} \begin{bmatrix} \cos(\omega t) & \cos(\omega t - \frac{2\pi}{3}) & \cos(\omega t + \frac{2\pi}{3}) \\ \sin(\omega t) & \sin(\omega t - \frac{2\pi}{3}) & \sin(\omega t + \frac{2\pi}{3}) \\ \frac{1}{\sqrt{3}} & \frac{1}{\sqrt{3}} & \frac{1}{\sqrt{3}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} I_d \\ I_q \\ I_0 \end{bmatrix} \quad (4)$$

Simulink model of STATCOM is shown in Fig.5.

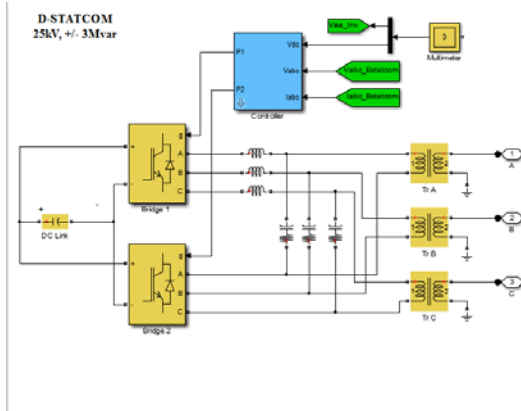


Fig.5. Simulink model of STATCOM

2.4. Modeling of PV-WIND Hybrid System with STATCOM

A theoretical study and a Simulink modeling should be done before the actual implementation of these proposed systems. The Simulink model is presented in Figure 6. Firstly, in the system, a solar-wind hybrid model connected to the grid is modeled, and a STATCOM average model of +/-3 MVAR is connected between the load and the grid. Consequently, a hybrid system with STATCOM is modeled.

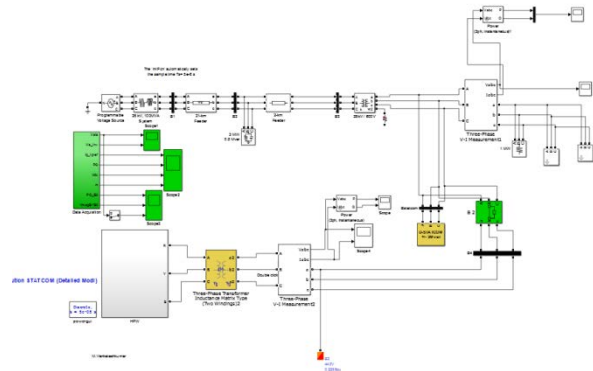


Fig. 6. Model of PV-Wind Hybrid System with STATCOM

3. Simulation Results

In the proposed model (see Fig.6), first of all, performance of the system without STATCOM under variable load is observed. Then, STATCOM is connected and the changes in the system are explained. Obtained simulation results are presented below. In Fig.7, we observe that the value of peak of PCC (Point Common coupling) voltage equals to 450 V at 0.35 sec when the D-STATCOM is not operating; when the D-STATCOM is operating, the value of peak of PCC voltage is equal to 500 V at 0.35 sec (see Fig.7-8).

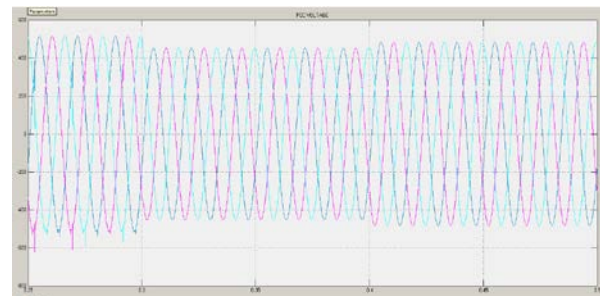


Fig.7. Voltage waveform of HRES without STATCOM under variable load

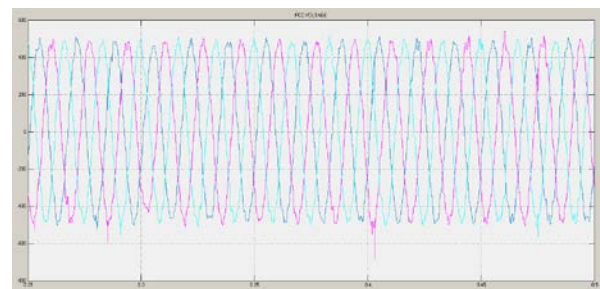


Fig.8. Voltage waveform of HRES with STATCOM under variable load

In Fig.9 the active power (in yellow) and reactive power (in purple) absorbed by the proposed system are observed for the case when STATCOM is not operating. In Fig.10, active power and reactive power exchange as absorbed or generated were observed for the case when STATCOM is operating.

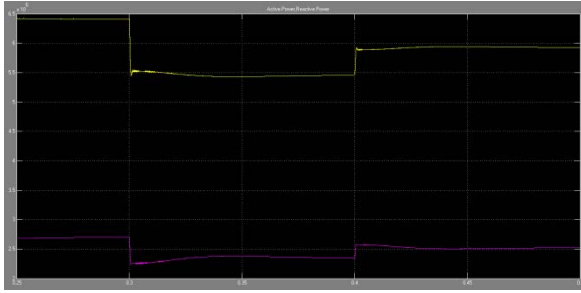


Fig.9. Active and reactive power waveform of HRES without STATCOM under variable load

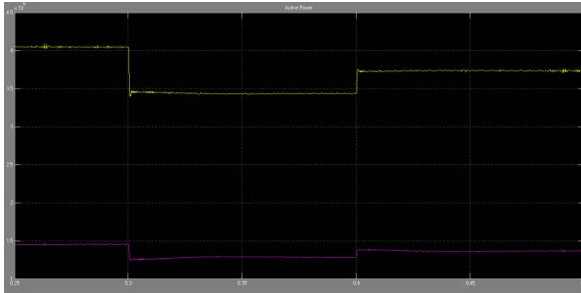


Fig.10. Active and reactive power waveform of HRES with STATCOM under variable load

4. Conclusions

As can be seen from the above results, voltage, current and power profiles were obtained in this article and PV-Wind Hybrid System with STATCOM modeling was done in Matlab Simulink environment. The results suggest that when STATCOM is connected to the system, the voltage increased and the current decreased. When the STATCOM comes into play between load and grid, it can be seen that the voltage profile improves and the reactive power is produced at some points in Figure 11 and absorbed at some points. If the converter output is at the forward phase, STATCOM gives active power to the system, while at the reverse phase it draws active power from the system.

Generally, STATCOM supplies reactive power to the system. This is the desired state. The advantage of FACTS controllers such as STATCOM is that it operates faster than conventional mechanical controllers (shunt capacitors, series capacitors, phase shifters, etc.) because they are power electronic based applications. When these controllers are set appropriately, they increase the steady operating limits of the transmission systems.

These devices provide control of the power system through appropriate compensation of line parameters such as series impedance, current, voltage and active and reactive power of the transmission line.

5. References

[1]Gupta, A., Saini, R.P., and Sharma, M.P., Design of an optimal hybrid energy system model for remote rural area power generation, ICEE International Conference, Hong Kong, (2007), 1-6.

[2]Jitendra Kasera Ankit Chaplot Jai Kumar Maherchandani, Modeling and Simulation of Wind-PV

Hybrid Power System using MATLAB/Simulink, 2012 IEEE Students' Conference on Electrical, Electronics and Computer Science, 978-1-4673-1515-9/12/\$31.00 ©2012 IEEE

[3]B.Kanagasakthivel and Dr.D.Devaraj, SIMULATION AND PERFORMANCE ANALYSIS OF SOLAR PV-WIND HYBRID ENERGY SYSTEM USING MATLAB/SIMULINK, 2015 International Conference on Computing and Communications Technologies (ICCT'15).

[4]Rinchin W. Mosobi¹, Toko Chichi¹ and Sarsing Gao¹, Power quality analysis of hybrid renewable energy system, ELECTRICAL & ELECTRONIC ENGINEERING | RESEARCH ARTICLE, Mosobi et al., Cogent Engineering (2015).

[5]Talha Enes Gümüş^{1*}, Mehmet Ali Yalçın¹, Facts cihazlarının gerilim kararlılığına etkisinin incelenmesi, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Elk-Elektronik Mühendisliği, SAKARYA.

[6]Mithulananthan, N., Sode -Yome, A., and Acharya, N., Application of FACTS Controllers in Thailand Power Systems, School of Environment, Resources and Development Asian Institute of Technology, Thailand [2005]

[7]S. Tosun¹, A. Öztürk², M.A. Yalcın³, K. Döşoğlu⁴, U. Güvenç, Güç Sisteminde SVC ve STATCOM Denetleyici Etkilerinin İncelenmesi, 6th International Advanced Technologies Symposium (IATS'11), 16-18 May 2011, Elazığ, Turkey.

EFFECT OF BARIUM CARBONATE ADDITION ON THE PROPERTIES OF PORCELAIN CERAMIC TILE

Hülya Kaftelen Odabaşı^{a*}, Ümit Engin Anıl^b, Akın Odabaşı^c, Battal Kadir Kocabıyık^d

^{a*} Firat University, School of Civil Aviation, Dept. of Airframe and Powerplant, Yazikonak, Elazig, Turkey
E-mail: hkodabasi@firat.edu.tr

^b Kaleseramik Technical ceramic R&D center, Çan/Çanakkale, Turkey, E-mail: ümitenginail@kale.com.tr

^c Firat University, Metallurgical and Materials Engineering, Elazığ, Turkey, E-mail: odabasia@firat.edu.tr

^d Karadeniz Technical University, Metallurgical and Materials Engineering, Trabzon, Turkey

Abstract

In this study, six different recipes (0%, 2-10 wt.% with barium carbonate) of porcelain tile were fabricated using the firing temperature of 1210 °C. The effects of barium carbonate as a secondary flux material on the linear shrinkage, bulk density and water absorption properties of ceramics were investigated. Microstructure and chemical analysis of ceramics were examined using SEM and XRD analysis instruments, respectively. Addition of barium carbonate between 2-6 wt.% on the ceramics did not affect water absorption value (zero) which was recommended value for porcelain tiles. However this was found to dramatically increase up to 6.65% after addition of 8 wt.% and 10 wt.% barium carbonate.

Keywords: Barium carbonate, flux, porcelain tile, feldspar

1. Introduction

Porcelain ceramic bodies are typically composed of the mixture of clay, kaoline and feldspar. Among the raw materials, feldspar acts as a fluxing agent enhances glassy phase formation which promotes the mullite crystal growth and hence improves the firing process through filling interconnected pores. Such fluxes give rise to a viscous liquid phase, which plays an important role to obtain high densified ceramic bodies [1]. They improve the strength, toughness, and durability of the ceramic body. Typically porcelain tiles are obtained via sintering the pressed green body at ~1200°C within a single fast-firing cycle [2].

The subject of numerous studies in the literature is generally based on the use of alternative clay materials [3], diopside [4], albite as flux [5] etc. to obtain porcelain tile. However, the use of alternative flux materials which enhance the strength of porcelain bodies, are limited.

This work presents the investigation that undertaken the potential use of barium carbonate as secondary flux materials in porcelain tile. In this study, utilization of barium carbonate and the effects of their content on some technological properties including water absorption, linear firing shrinkage, and microstructure have been studied. Additionally, these properties are compared with an industrial porcelain ceramic tile.

2. Experimental

The chemical analysis of the starting raw materials used in this study is presented in Table 1. The loss on ignition (L.O.I) indicates the relative proportion between plastic and non-plastic compounds in the clay and albite.

For this study, six different porcelain tile were prepared containing different amount of barium carbonate as a secondary flux which partially replace by feldspar. The chemical compositions of six samples are shown in Table 2. For the base granite ceramics, kaolen and albite (soda feldspar) were used as the starting materials. Raw materials were supplied from Kalemaden Company, Turkey. Sodium silicate (0.5g) were used as a deflocculant.

Table 1. The chemical analysis of raw materials (wt.%).

Raw Materials	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO
Clay 1	59.23	26.08	1.45	2.38	0.31
Clay 2	57.73	28.22	1.38	1.22	0.32
Kaolin 1	68.98	21.77	0.40	0.16	0.21
Kaolin 2	67.03	23.12	0.43	0.40	0.10
Albite	70.96	17.87	0.32	0.05	0.60
Raw Materials	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	L.O.I*
Clay 1	0.31	0.43	0.36	1.97	7.64
Clay 2	0.32	0.49	0.37	2.11	7.99
Kaolin 1	0.21	0.03	0.04	0.25	8.11
Kaolin 2	0.10	0.01	0.03	0.10	8.39
Albite	0.60	0.17	9.50	0.24	0.29

L.O.I* loss on igniton.

Table 2. Studied porcelain ceramics (weight basis)

Sample name	Clay	Kaolen	Feldspar	BaCO ₃ (wt.%)
Base	23	27	50	-
B2	23	27	48	2
B4	23	27	46	4
B6	23	27	44	6
B8	23	27	42	8
B10	23	27	40	10

The raw materials were mixed for 20 min using a planetary ball mill (Gabbrielli™) with alumina balls. The slurry was dried at 100°C in an oven until 6% of humidity. Powder mixtures were uniaxially pressed into cylindrical specimens with a dimension of Φ 45mm \times 5 mm under a pressure of 44 bar. The specimens were dried at 70°C for 24 h and then fired at 1210°C for 2 h. Fired samples were used to determine the linear shrinkage, water absorption (Archimedes' water displacement method) and bulk density using determined by the Archimedes method using distilled water as liquid media. The results presented are the average of those obtained for at least five samples.

The DSC/ TGA (Leinseis™) analysis of powder mixtures were carried out under air at temperatures up to 1200°C with 10°C min⁻¹ heating rate. The type of crystalline phases of the fired samples were identified from XRD patterns, using an X-ray diffractometer (a monochromatic Cu K α radiation), in the range of 2 Θ =15-65°. The microstructure of the fired samples was examined by SEM (Zeiss Evo™).

3. Results

Linear shrinkage, water absorption and bulk density of fired samples are given in Table 3.

Table 3. Characterization results of the fired samples.

Sample name	Linear shrinkage (%)	Water absorp. (%)	Bulk density (g/cm ³)
Base	6.93	0	2.43
B2	4.25	0	2.42
B4	5.61	0	2.34
B6	5.72	0	2.39
B8	3.86	3.4	2.26
B10	1.91	6.65	2.14

The linear shrinkage value of the samples containing different amount of barium carbonate decrease compared with base granite ceramic. This significant effect were observed especially with B8 and B10 sample. In addition the volume of samples consequently expanded in B8 and B10 samples after firing. This results indicate that after 6 wt.% barium carbonate addition caused an overfiring effect [6] in samples B8 and B10 since the barium carbonate are more powerful flux than feldspar. Water absorption percentage of granite ceramics were measured as zero, which is desirable for granite ceramics, up to 6 wt.% barium carbonate addition after 8 wt.% barium carbonate addition water absorption (%) values dramatically increases. This value reach 6.65 % for 10 wt.% barium carbonate containing ceramic. This indicates that max 6 wt.% barium carbonate addition is acceptable as flux material addition for production of granite ceramic. While base sample shows the highest bulk density value of 2.43 g/cm³, the lowest bulk density value was obtained in B10 sample containing 10 wt.% barium carbonate with max water absorption value. The density value of samples vary between 2.14-2.43 g/cm³.

Thermal behavior during the firing of ceramic mixtures containing different amount of barium carbonate was examined by DSC to obtain useful information on the evolution of solid-state reactions/or phase transitions of the samples during firing process. Figure 1 gives DSC curves in a temperature range 20-1200 °C from ceramic mixtures in an air. All DSC curves display two endothermic peaks at 104 °C and 560 °C and one exothermic peak at 1000°C. The first endothermic peak corresponds to the loss of chemical water of the clay. The second peak corresponds to the kaolinite decomposition. The exothermic peak at around 1000 °C is attributed to formation of mullite crystal phase, also observed in XRD analysis of fired ceramic (Figure 2).

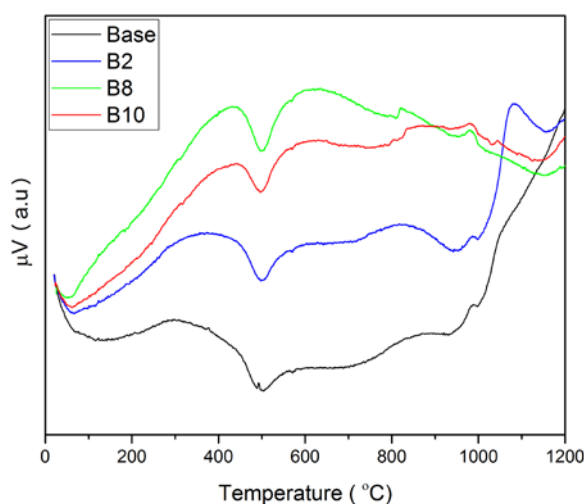


Figure 1. DSC curves of mixed ceramic powders.

Fig. 2 gives the XRD pattern of base ceramic material fired at 1210 °C. It is shown that the main phases are quartz (JCPDS card no. 5-490), mullite (JCPDS card no. 15-776) and glassy phase is also present. The rietveld refinement results show that 28 % quartz, 17 % mullite, 53 % glassy phase were formed in base ceramic material heated at 1210 °C. Literature survey shows that mullite crystal phase and the residual quartz are generally formed in clay bodies when the firing was performed at the temperatures above 1150 °C [7].

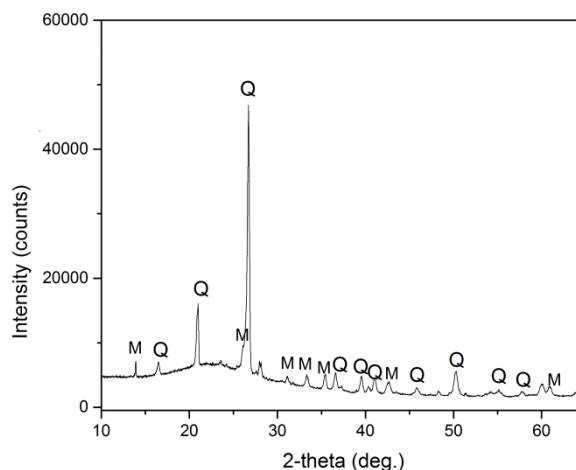


Figure 2. XRD analysis of base ceramic sample (M = mullite, Q= quartz).

Presence of needle-like mullite phase is also confirmed by SEM images (Figure 3) taken from polished and etched (with HF) surface of fired ceramics.

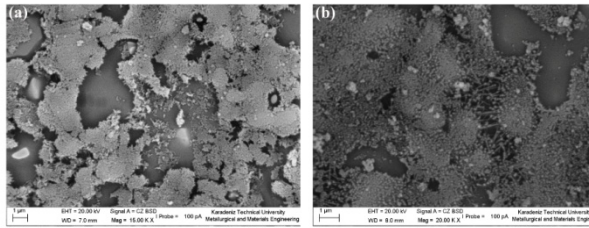


Figure 3. SEM images of (a) base and (b) B6 ceramic samples.

Figure 3 shows the base and ceramic sample containing 6 wt.% BaCO₃. The morphology of mullite crystals are needle-like shaped in both fired samples. However, large mullite crystal were observed in B6 ceramic sample compared with base ceramic sample. This indicates presence of BaCO₃ contributes the growth of mullite crystal due to its flux character. In addition, large quartz crystals surrounded by mullite crystals were observed in Fig. 3.

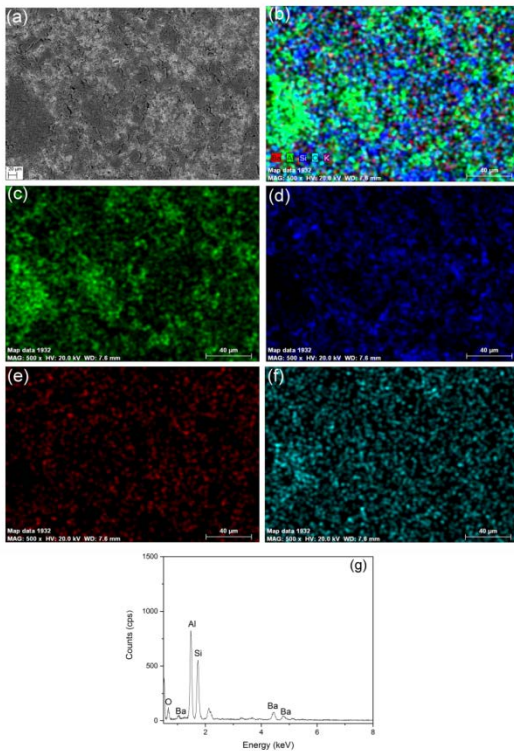


Figure 4. (a) SEM image of B10 ceramic sample (b) element distribution map showing the pixels indexed as Ba (red), Al (green), Si (blue) and O (magenta), separated elemental distribution maps for Al (c), Si (d), Ba (e), O (f) and corresponding EDX analysis (g)

Energy-dispersive X-ray (EDX) spectroscopic maps provide useful information on the distribution of elements within the overall microstructure. To observe Ba distribution in the sintered granite ceramics, we have examined the B10 sample containing 10 wt.% barium carbonate, see Fig. 4. The full area of the SEM image depicted in Fig. 4(a) was investigated for distributions of Al, Si, Ba and O, see Fig. 4(c-f); a superimposed phase distribution map is shown in Fig. 4(b). Elemental EDX mapping data for Ba indicates that barium is uniformly distributed in ceramic structure. The EDX spectra corresponding to the area in Fig. 4(a) are given in Fig. 4(g). Note that the signal about 2 keV belongs to coating materials, Au.

4. Conclusion

In this study, the effect of the substitution of barium carbonate (2-10 wt.%) for feldspar in different amount on the physical properties and microstructure of porcelain ceramics were investigated. With the increase of barium carbonate content, i.e., when the BaCO₃ weight percentage reached 8 and 10 wt.%, the linear shrinkage and bulk density of samples decreased significantly and the water absorption increases. Because the high flux additive concentration (>8 wt.%) led to increasing the viscosity of liquid phase formation during firing process and this affect the diffusion coefficient, which resulted in a decrease in density and shrinkage of the samples. In a general analysis, the experimental bodies presented similar characteristics, as well as similar properties (up to 8 wt.% BaCO₃ addition) and microstructure to an industrial base ceramic in Turkey. Hence the results shows that addition of barium carbonate between 2-6 wt.% to porcelain tile is acceptable as secondary flux materials.

References

[1] Jorge, M., Jesús, R., Maximina, R., Mullite development on firing in porcelain stoneware bodies. *J. Eur. Ceram. Soc.* 30, 1599-1607, 2010.
 [2] Sanchez E, Ibanez MJ, Garcia-Ten J, Quereda MF, Hutchings IM, Xu YM. Porcelain tile microstructure: implications for polished tile properties. *J Eur Ceram Soc.* 2006;26:2533–2540.

[3] Vieira, C. M. F., Peçanha L. A., Monteiro S. N., Effect of kaolinitic clays from the State of Rio de Janeiro in the composition of whiteware floor tile bodies, *Cerâmica* 52, 138-145, 2006.
 [4] Wu J., Li K., Xu X., Zhang Y., Xu, X., Lao X., White porcelain material based on diopside, *Int J Appl Ceram Technol.*, 14, 454–460, 2017.
 [5] Khalil N.M. Wahsh M.M.S., Gaber A., The effect of albite additions on the sintering, phase compositions and microstructure of vitreous ceramic tiles, *Journal of Ceramic Processing Research.* 17, 478-484, 2016.

[6] Serra, M. F.; Conconi, M.S. ; Suarez, G.; Aglietti, E. F. ; Rendtroff, N.M, "Volcanic ash as flux in clay based triaxial ceramic materials, effect of the firing temperature in phases and mechanical properties, Ceramic international, 41(5), 6169-6177, 2015.

[7] T. K. Mukhopadhyay, M. Das, S. Ghosh, S. Chakrabarti, S. Ghatak, "Microstructure and Thermomechanical Properties of a Talc Doped Stoneware Composition Containing Illitic Clay", Ceramics International, 29, pp. 587-597, 2003.

Acknowledgment

The authors thank for support of the Kaleseramik Technical ceramic R&D center.

THE STRUCTURE AND ENERGETIC OF ARSENIDE DOPED BORON CLUSTERS (N=1-9)

İskender MUZ^a, Mustafa KURBAN^b and Kazım ŞANLI^c

^a Department of Science and Mathematics Education, Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, 50300 Nevşehir, Turkey, E-mail: iskender.muz@nevsehir.edu.tr

^b Department of Electronics and Automation, Ahi Evran University, 40100 Kırşehir, Turkey, E-mail: mkurbanphys@gmail.com

^c Institute of Science, Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, 50300, Nevşehir, Türkiye. E-mail: kazimsanli@hotmail.com

Abstract

Using density functional theory and coupled-cluster theory, I systematically calculated the geometric structures, stabilities, and electronic properties of B_nAs clusters up to $n=9$. The structural and electronic properties of the three lowest-lying isomers are presented. Moreover, the stability of the most stable isomers is discussed on the basis of the binding energy per atom, dissociation energy, second-order energy differences, Homo-Lumo energy gaps, ionization potentials. The odd-even oscillations in the dissociation energies, the second-order energy differences, vertical ionization potentials are pronounced. The As atom prefer to occupy a peripheral position in range of $n=1-9$. The results show that the doped As atom in the boron clusters contributes to strengthen the stabilities of the boron framework.

Keywords: Boron cluster, Arsenide doping, Ab-initio calculation, Structural properties, Stability.

1. Introduction

Group-III-arsenides, like BAs, AlAs and GaAs etc., have received considerable attention because of their potential applications in electro-optical industry [1-4] and because of their extreme physical properties such as wide band gap [5], high melting points [6], dielectric constant [7], high thermal conductivity [8], low ionicities [9, 10], short bond lengths and hardness [11]. Among all group-III-arsenide, boron arsenide (BAs) is special interest because it is the most covalent in the family of Group-III-arsenide compounds. Moreover, BAs is stable against chemical decomposition and dissolution [12]. According to Hart and Zunger [13], the boron display an unusual behavior more like anion than cation in BAs. In this case, BAs exhibits a rather strange behaviour when compared to other group-III-arsenides. Even though the first study of BAs was published almost 60 years ago [14], such studies have started to become common recently [15-29]. Moreover, the boron arsenide exhibits a rather strange behaviour when compared to other group-III-arsenides. It is interesting to know how the geometries, stabilities, and bonding characteristics of B clusters will be affected by doping of arsenide atom. However, there is no systematic report on the As doped B clusters. In order to achieve systematic understanding of the growth pattern and the nature of chemical bonding in large clusters, it is necessary to have a good understanding of small clusters. In this work, I perform to search the low-lying energy

structures of the B_nAs ($n=1-9$) clusters. The main focus of this study is to offer theoretical understanding and interpretation of the relative stability, growth behavior and electronic properties of B_nAs , at the same time, to examine the effects of the doped As atom on the pure B clusters with the increase of clusters size.

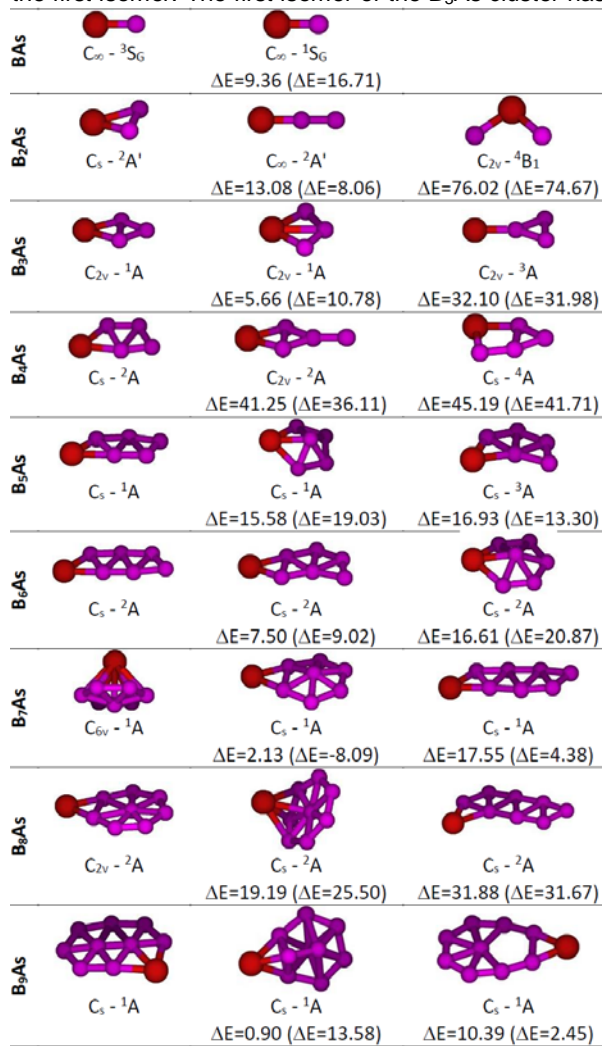
2. General

The geometries of low-lying isomers of B_nAs ($n=1-9$) clusters are performed using density functional theory (DFT) with Becke's [30] three parameter exchange and Lee Yang Parr non-local correlation functional and 6-311+G* basis set in Gaussian 09 program [31]. All optimized geometries are confirmed to be real minima or transition states via frequency computations, which is also used to calculate the zero-point energies (ZPE), at this level of theory. To get more reliable electronic energies, we then carry out single point energy (SPE) calculations with the CCSD(T) method for the three low-lying isomers obtained at the B3LYP/6-311+G* level. The 6-311+G* basis set is chosen as a compromise between the quality of the theoretical method and the computational cost in the CCSD(T) calculations. Hereby, a restricted open shell Hartree-Fock (ROHF) calculation is at first realized and the spin constraint is finally relaxed in the coupled cluster calculation [32-34]. In order to get the low-lying energy isomers of B_nAs ($n=1-9$) clusters, I considered lots of possible initial geometries obtained by adding or substituting one As atom on the pure B_n and B_{n+1} clusters, which were presented in the previous studies [35-39], as well as by adding one B atom to the stable $B_{n+1}As$ clusters. Structure visualizations are done using Molden program [40].

3. Results

Geometries. The three lowest-energy structures of AsB_n ($n=1-9$) clusters are presented and then refined at the B3LYP/6-311+G*, CCSD(T)/B3LYP/6-311+G* levels of theory, as presented in Figure 1. The reported relative energies are corrected for zero-point energies (ZPE) at the B3LYP/6-311+G* level of theory. The two lowest isomers are ordered according to their energies obtained using the CCSD(T)/6-311+G**/B3LYP/6-311+G* method. In addition, the energies, cartesian coordinates and normal modes of vibrations of the most stable isomers for B_nAs ($n=1-9$) clusters are also presented in the Supplementary Information (Fig. S1).

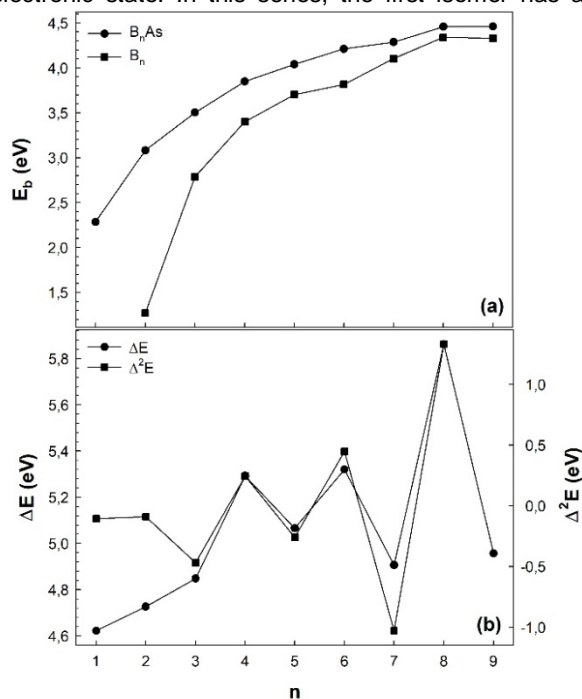
The first isomer of the BAs cluster has a linear geometry with $^3\Sigma_G$ electronic state, whereas the second isomer has $^1\Sigma_G$ electronic state. The energy difference between both isomer is found to be 9.36 kcal/mol, as shown in Figure 1. In B₂As cluster, the most stable isomer has a triangular geometry with the C_s point group and $^2A'$ electronic state. The second isomer (C_{∞v}, $^2A'$) can be grown from the isomers of the BAs stoichiometry by adding one boron atom. Moreover, the second isomer has a 13.08 kcal/mol higher energy than the first isomer. The first isomer of the B₃As cluster has



a planar geometry with the C_{2v} point group and the As atom is bonded by B atoms with triangular geometry. Figure 1. The low-lying isomers for B_nAs clusters with relative energies (kcal/mol) at CCSD(T)/6-311+G**/B3LYP/6-311+G* without parentheses, at B3LYP/6-311+G* in parentheses.

The second isomer in this series has a C_{2v} (1A) configuration and it is 5.66 kcal/mol higher energy than the first isomer, as seen in Figure 1. In B₄As cluster, the first isomer has a "W-shaped planar" geometry with the C_{2v} point group and $^2A'$ electronic state. The second isomer (C_{2v}, 2A) can be grown from the first isomer of the B₃As cluster by adding one boron atom, and it has a 41.25 kcal/mol higher energy than the first isomer. The first isomers of the B₅As and B₆As clusters have a planar geometry with C_s point group. It seems obvious that they can be grown from the most stable isomer of

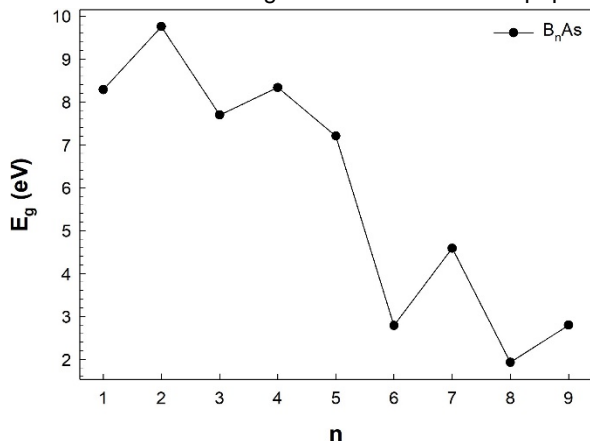
the B₄As cluster. Moreover, the second isomer of the B₅As and the third isomer of the B₆As have a quasi-planar geometry with C_s point group. The first isomer of the B₇As cluster has a hexagonal pyramidal geometry with the C_{6v} point group and 1A electronic state. First time, the As atom prefers to remain on the peripheral position on the outside of the cluster. The second isomer of the B₇As cluster has a quasi-planar geometry, and it has a 2.13 kcal/mol higher energy than the first isomer in CCSD(T) level of theory. The results so far show that the geometries and energies obtained by the B3LYP and CCSD(T). However, it is worthwhile to note that the order of the first and second isomers of the B₇As cluster is switched for both calculations. Moreover, the third isomer in this series can be grown from the first isomer of the B₆As cluster by adding one boron atom. In B₈As cluster, the first isomer has a planar geometry with the C_{2v} point group and 2A electronic state. It is similar to the second isomer of the B₇As cluster. The second isomer has a geometry similar to heptagonal pyramid with C_s point group, it has a 19.19 kcal/mol higher energy than the first isomer. All isomers of the B₉As cluster have C_s point group and 1A electronic state. In this series, the first isomer has a



0.90 kcal/mol lower energy than the second isomer and 10.39 kcal/mol lower energy than the third isomer. Figure 2. For the most stable isomers of B_nAs clusters (a) binding energy (b) dissociation energy and second-order energy difference.

Structural stabilities. The relative stabilities of B_nAs (n=1-9) clusters can be examined by using energy parameters as follow: such as binding energy (E_b), the dissociation energy (ΔE) and second energy differences. As seen in Figure 2(a), the E_b increases until n=8 and then follows a plateau at n=9 cluster. Besides, arsenide doped boron clusters, compared to pure boron clusters have a higher binding energy. These results demonstrate that the doped As atom in the boron clusters contributes to strengthen the stabilities of the boron framework. For arsenide doped boron clusters, the binding energy per atom proceeds

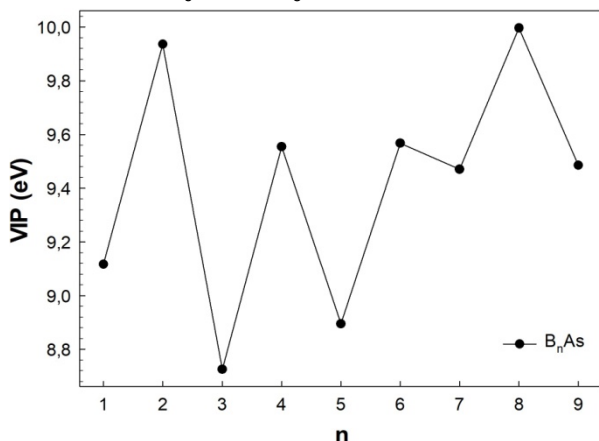
monotonically with total number of atoms in the cluster. Moreover, the ΔE shows the energy that one atom is separated from the host clusters. The $\Delta^2 E$ is often compared directly with the relative abundances determined in mass spectroscopy experiments. As shown in Figure 2(b), the values of ΔE and $\Delta^2 E$ exhibit the odd-even oscillating behavior and a sharp peak



occurs at $n=4,6,8$ indicating higher stability than their neighboring clusters.

Figure 3. Homo-Lumo energy gaps for the most stable isomers of B_nAs .

The HOMO-LUMO energy gap (highest occupied-lowest unoccupied molecular orbital gap, E_g) is also very important to analyze the stability of clusters. In general, structures having larger HOMO-LUMO gaps are less reactive. As seen in Figure 3, it generally decreases with the addition of boron atoms to arsenide doped boron clusters and a significant decrease (from 9.76 to 1.93 eV) is observed. Accordingly, the low E_g occurs for the B_6As and B_8As clusters. This means that



the chemical stability of these cluster is stronger than those of other clusters.

Figure 4. Vertical ionization potential for the most stable isomers of B_nAs .

The ionization potential is defined as the amount of energy required to remove an electron from a neutral cluster. Vertical ionization potential (VIP) is defined as the energy difference between the ground state of neutral and cationic clusters at the equilibrium geometry of the neutral. As seen in Figure 4, the VIP generally increases for arsenide doped boron clusters as increase the number of boron atoms. I should also mentioned that the VIP of B_nAs present a similar

oscillating behavior as observed for the dissociation energy and the second difference. Clusters with an even number of electrons have a larger VIP and therefore are expected to be less reactive than clusters with an odd number of electrons.

4. Conclusions

The global minimum structures and the three low-lying isomers of B_nAs ($n=1-9$) clusters have been examined in detail at the B3LYP/6-311+G* level of theory followed by the CCSD(T)/6-311+G* single-point calculations. The As atom prefer to occupy a peripheral position in range of $n=1-9$. The results clearly show that the doped As atom in the boron clusters contributes to strengthen the stabilities of the boron framework. This result gives rise to the greater the overlap of atomic orbitals. The energy levels also become gradually closer for a larger n value. The odd-even oscillations in the dissociation energies, the second-order energy differences, vertical ionization potentials are pronounced, and the stability of even-numbered clusters are generally higher than their neighboring odd-numbered systems. It also can be explained by the fact that electron removal is more difficult from the doubly occupied molecular orbital than from the singly occupied molecular orbital due to the electron pairing effect. Unfortunately, there are no experimental or theoretical data for arsenide doped boron clusters. Thus, I believe that current study will be confirmed by further experimental or theoretical studies and will become a very powerful tool for the examination of various properties in boron clusters doped with other types of atoms.

5. References

- [1] Ahmed R., Javad Hashemifar S., Akbarzadeh H., Ahmed M., Aleem F. e, Ab initio study of structural and electronic properties of III-arsenide binary compounds, *Computational Materials Science*, 39, 580-586, 2007.
- [2] Zaoui A., Kacimi S., Yakoubi A., Abbar B., Bouhafis B., Optical properties of BP, BAs and BSb compounds under hydrostatic pressure, *Physica B-Condensed Matter*, 367, 195-204, 2005.
- [3] Touat D., Ferhat M., Zaoui A., Dynamical behaviour in the boron III-V group: A first-principles study, *Journal of Physics-Condensed Matter*, 18, 3647-3654, 2006.
- [4] Cui S., Feng W., Hu H., Feng Z., Wang Y., First-principles study of zinblende to rocksalt phase transition in BP and BAs, *Computational Materials Science*, 44, 1386-1389, 2009.
- [5] Surh M., Louie S., Cohen M., Quasi-Particle Energies For Cubic Bn, Bp, And Bas, *Physical Review B*, 43, 9126-9132, 1991.
- [6] Golikova O. A., Boron and Boron-based semiconductors, *Physica Status Solidi (A)*, 51, 11-40, 1979.
- [7] Vasiliev I., Ogut S., Chelikowsky J., Ab initio calculations for the polarizabilities of small semiconductor clusters, *Physical Review Letters*, 78, 4805-4808, 1997.
- [8] Lv B., Lan Y., Wang X., Zhang Q., Hu Y., Jacobson A. J., et al., Experimental study of the proposed super-thermal-conductor: BAs, *Applied Physics Letters*, 106, 074105, 2015.

- [9] Garcia A., Cohen M., 1st-Principles Ionicity Scales-1. Charge Asymmetry In The Solid-State, *Physical Review B*, 47, 4215-4221, 1993.
- [10] Ferhat M., Zaoui A., Certier M., Aourag H., Electronic structure of BN, BP and BAs, *Physica B* 252, 229-236, 1998.
- [11] Wentzcovitch R., Cohen M., Lam P., Theoretical-Study of Bn, Bp, And Bas At High-Pressures, *Physical Review B*, 36, 6058-6068, 1987.
- [12] Osugi J., Shimizu K., Tanaka Y., Kadono K., Preparation and chemical properties of cubic boron arsenide, *Bas*, *The Review of Physical Chemistry of Japan*, 1, 54-57, 1966.
- [13] Boudjemline A., Islam M. M., Louail L., Diawara B., Electronic and optical properties of BAs under pressure, *Physica B-Condensed Matter*, 406, 4272-4277, 2011.
- [14] Perri J. A., La Placa S., Post B., New group III-group V compounds: BP and BAs, *Acta Crystallographica*, 11, 310, 1958.
- [15] Ma H., Li C., Tang S., Yan J., Alatas A., Lindsay L., et al., Boron arsenide phonon dispersion from inelastic x-ray scattering: Potential for ultrahigh thermal conductivity, *Physical Review B*, 94, 220303(R), 2016.
- [16] Nwigboji I. H., Malozovsky Y., Franklin L., Bagayoko D., Calculated electronic, transport, and related properties of zinc blende boron arsenide (zb-BAs), *Journal of Applied Physics*, 120, 145701, 2016.
- [17] Protik N. H., Carrete J., Katcho N. A., Mingo N., Broido D., Ab initio study of the effect of vacancies on the thermal conductivity of boron arsenide, *Physical Review B*, 94, 045207, 2016.
- [18] Kim J., Evans D. A., Sellan D. P., Williams O. M., Ou E., Cowley A. H., et al., Thermal and thermoelectric transport measurements of an individual boron arsenide microstructure, *Applied Physics Letters*, 108, 201905, 2016.
- [19] Zhang R.-w., Zhang C.-w., Ji W.-x., Li S.-s., Wang P.-j., Hu S.-j., et al., Hydrogenated boron arsenide nanosheet: A promising candidate for bipolar magnetic semiconductor, *Applied Physics, Express*, 8, 113001, 2015.
- [20] Daoud S., Bioud N., Bouarissa N., Structural phase transition, elastic and thermal properties of boron arsenide: Pressure-induced effects, *Materials Science In Semiconductor Processing*, 31, 124-130, 2015.
- [21] Hadjiev V. G., Iliev M. N., Lv B., Ren Z. F., Chu C. W., Anomalous vibrational properties of cubic boron arsenide, *Physical Review B*, 89, 024308, 2014.
- [22] Broido D. A., Lindsay L., Reinecke T. L., Ab initio study of the unusual thermal transport properties of boron arsenide and related materials, *Physical Review B*, 88, 214303, 2013.
- [23] Magoulas I., Kalamos A., An ab initio study of the electronic structure of boron arsenide, BAs, *Journal of Chemical Physics*, 139, 154309, 2013.
- [24] Lindsay L., Broido D. A., Reinecke T. L., First-Principles Determination of Ultrahigh Thermal Conductivity of Boron Arsenide: A Competitor for Diamond?, *Physical Review Letters*, 111, 025901, 2013.
- [25] Whiteley C. E., Kirkham M. J., Edgar J. H., The coefficients of thermal expansion of boron arsenide (B12As2) between 25 degrees C and 850 degrees C, *Journal of Physics And Chemistry of Solids*, 74, 673-676, 2013.
- [26] Wang S., Swingle S. F., Ye H., Fan F.-R. F., Cowley A. H., Bard A. J., Synthesis and Characterization of a p-Type Boron Arsenide Photoelectrode, *Journal of The American Chemical Society*, 134, 11056-11059, 2012.
- [27] Wu J., Zhu H., Hou D., Ji C., Whiteley C. E., Edgar J. H., et al., High pressure X-ray diffraction study on icosahedral boron arsenide (B12As2), *Journal of Physics And Chemistry of Solids*, 72, 144-146, 2011.
- [28] Gong Y., Zhang Y., Dudley M., Zhang Y., Edgar J. H., Heard P. J., et al., Thermal conductivity and Seebeck coefficients of icosahedral boron arsenide films on silicon carbide, *Journal of Applied Physics*, 108, 084906, 2000.
- [29] Gong Y., Tapajna M., Bakalova S., Zhang Y., Edgar J. H., Zhang Y., et al., Demonstration of boron arsenide heterojunctions: A radiation hard wide band gap semiconductor device, *Applied Physics Letters*, 96, 223506, 2000.
- [30] Becke A., Density-Functional Thermochemistry. III. The Role of Exact Exchange, *Journal of Chemical Physics*, 98, 5648-5652, 1993.
- [31] Frisch M. J., Trucks G. W., Schlegel H. B., Scuseria G. E., Robb M. A., Cheeseman J. R., et al., Gaussian09 Revision E.01, Gaussian Inc. Wallingford CT 2009.
- [32] Deegan M., Knowles P., Perturbative Corrections To Account For Triple Excitations In Closed And Open-Shell Coupled-Cluster Theories, *Chemical Physics Letters*, 227, 321-326, 1994.
- [33] Knowles P., Hampel C., Werner H., Coupled-Cluster Theory For High-Spin, Open-Shell Reference Wave-Functions, *Journal of Chemical Physics*, 99, 5219-5227, 1993.
- [34] Rittby M., Bartlett R., An Open-Shell Spin-Restricted Coupled Cluster Method-Application To Ionization-Potentials In N-2, *Journal of Physical Chemistry*, 92, 3033-3036, 1988.
- [35] Akman N., Tas M., Ozdogan C., Boustani I., Ionization energies, Coulomb explosion, fragmentation, geometric, and electronic structures of multicharged boron clusters B-n (n=2-13), *Physical Review B*, 84, 075463, 2011.
- [36] Atis M., Ozdogan C., Guvenc Z. B., Structure and energetic of B-n (n=2-12) clusters: Electronic structure calculations, *International Journal of Quantum Chemistry*, 107, 729-744, 2007.
- [37] Boustani I., Systematic ab initio investigation of bare boron clusters: Determination of the geometry and electronic structures of B-n (n=2-14), *Physical Review B*, 55, 16426-16438, 1997.
- [38] Li-Ren L., Xue-Ling L., Hang C., Heng-Jiang Z., Geometry and electronic properties of B-n (n=2-15) clusters, *Acta Physica Sinica*, 58, 5355-5361, 2009.
- [39] Tai T. B., Grant D. J., Nguyen M. T., Dixon D. A., Thermochemistry and Electronic Structure of Small Boron Clusters (Bn, n=5-13) and Their Anions, *Journal of Physical Chemistry A*, 114, 994-1007, 2010.
- [40] Schaftenaar G., Noordik J., Molden a pre and post processing program for molecular and electronic structures, *Journal of Computer-Aided Molecular Design*, 14, 123-134, 2000.
- [41] Mai D. T. T., Duong L. V., Tai T. B., Nguyen M. T., Electronic Structure and Thermochemical Parameters of the Silicon-Doped Boron Clusters BnSi, with n=8-14, and Their Anions, *Journal of Physical Chemistry A*, 120, 3623-3633, 2016.

INVESTIGATION OF BENDING PROPERTIES OF HAZELNUT SHELL FILLED POLYETHYLENE COMPOSITES

FINDIK KABUĞU DOLGULU POLİETİLEN KOMPOZİTLERİN EĞİLME ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

İlyas Kartal^a, Halil Demirer^b, Sinan Fevzi Demircan^c, Kenan Büyükkaya^d

^a Marmara Üniversitesi Teknoloji Fakültesi, İstanbul, Türkiye, ilyaskartal@marmara.edu.tr

^b Marmara Üniversitesi Teknoloji Fakültesi, İstanbul, Türkiye, hdemirer@marmara.edu.tr

^c Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye, sfdemircan@gmail.com

^d Giresun Üniversitesi, Giresun Meslek Yüksek Okulu, Giresun, Türkiye, kenan.buyukkaya@giresun.edu.tr

Özet

Diğer konvansiyonel malzemelerle kıyaslandığında polimer esaslı malzemeler hafiflik, düşük maliyet ve kolay işlenebilirlik gibi üstün özelliklere sahiptir. Bununla birlikte bu malzemeler mekanik özellikler bakımından zayıftır. Bu problemi aşmak için kompozit malzemeler kullanılmaktadır. Günümüzde çevreye olan duyarlılık günden güne artmakta ve dolayısıyla yenilenebilir kaynakların endüstride kullanımının önemi de artmaktadır. Bunun bir sonucu olarak öğütülmüş ahşap, sisal, bambu, mısır koçanı ve pirinç kabuğu gibi selülozik yapılı organik doğal maddeler plastik malzemelerde dolgu olarak kullanılmaya başlanmıştır.

Bu çalışmada, öğütülmüş fındık kabuğu polietilen matrisli kompozitlerde bir dolgu maddesi olarak kullanıldı. Polietilen (PE) matrisine ekstrüzyon yoluyla üç farklı boyutta ve ağırlıkça %5, 10, 15, 20, 25 oranlarında fındık kabuğu ilave edildi. Bu karışımdan enjeksiyon yöntemiyle test numuneleri hazırlandı. Bu numuneler üzerinde yoğunluk, ısı altında deformasyon ve üç noktadan eğme testleri yapıldı.

Fındık kabuğu oranının artması ile eğilme modülü, maksimum eğilme mukavemeti, yoğunluk ve HDT değerleri arttı. Buna karşılık maksimum mukavemetteki uzama değerleri azaldı. Fındık kabuğu tane boyutu artması ile eğilme modülü, maksimum eğilme mukavemeti, maksimum mukavemetteki uzama ve HDT değerleri arttı.

Anahtar kelimeler: Polietilen, kompozit, öğütülmüş fındık kabuğu

Abstract

Compared to the other conventional engineering materials, polymer based materials have some superior properties such as lightness, low cost and easy processing. However, these materials are weak in terms of mechanical properties. Nowadays the sensitivity towards the environment is increasing day by day and therefore the importance of the use of renewable resources in industry has also increased.

Accordingly, natural organic materials with cellulosic structure such as ground wood, sisal, bamboo, rice shell and corncob have started to be used as fillers in plastic materials.

In this study ground hazelnut shell with three different sizes were added to polyethylene matrix with five different weight ratios i.e. 5% 10%, 15%, 20% and 25% via extrusion method. Test samples were prepared out of those mixtures by injection molding. Density, heat deflection temperature and three point bending tests were performed on the samples.

Bending modulus, max. bending strength, density and HDT values increased with the increasing hazelnut shell content. However, elongation at max strength values decreased. Bending modulus, max. bending strength, elongation at max strength and HDT increased with the increasing size of hazelnut shell flour.

Keywords: Polyethylene, composite, ground hazelnut shell

1. Giriş

Kompozit üretimi, polimer malzemeler üzerinde yapılan en yaygın modifikasyon işlemidir. Polimer kompozitlerde mekanik özellikleri iyileştirmek amacıyla çok değişik bitkisel ve mineral esaslı dolgu ve takviye maddeleri kullanılmaktadır. Bunlar doğada bulunabileceği gibi sentetik olarak ta elde edilmektedir. Günümüzde dolgu ve takviye maddeleri olarak doğal kaynakların tercih edilmesi bir eğilim olarak ortaya çıkmaktadır. Bu açıdan bakıldığında polimer kompozitlerinde dolgu/takviye malzemeleri olarak selüloz ağırlıklı doğal ürünlerin kullanılması yönünde araştırmaların arttığı gözlenmektedir [1-2].

Polimer kompozitlerinde dolgu/takviye malzemesi olarak en çok tercih edilen ağaç talaşı olup termoplastikler için ucuz bir dolgu malzemesi olarak kullanılmaktadır. Bu ağaç dolgulu termoplastikler çoğunlukla ahşap polimer kompozit olarak adlandırılır ve bütün bu kompozitler ahşaptan veya plastiklerin

natürel hallerinden daha avantajlıdır. Bununla birlikte ahşap polimer kompozitler natürel plastik ile kıyaslandıklarında su absorblamaları ve hacimde artış gibi bir dezavantajlara sahiptir [2-3].

Son zamanlarda, ağaç talaşı gibi yenilenebilir kaynaklardan elde edilen kompozit malzemelerin kullanımı ile ilgili bilimsel araştırmalar dikkat çekici şekilde artmıştır. Yeşil kompozit veya biyokompozit olarak adlandırılan bu malzemelerin en az bir bileşeni (matris veya katkı maddesi) yenilenebilir kaynaklı olmak zorundadır. Biyobozunur bu katkıların kompozitlerde kullanılması kompozitin mekanik özelliklerini olumlu etkilemekte ve aynı zamanda yoğunluğunun düşmesine ve biyoyumumluluğunun artmasına neden olmaktadır. Bunun gibi birçok avantajları sebebiyle doğal, bol ve ucuz olan yenilenebilir kaynaklar kompozitlerde katkı maddesi olarak kullanılmaktadırlar [4].

Ülkemizde yerfıstığı kabuğu, antepfıstığı kabuğu, fındikkabuğu gibi çeşitli tarımsal atıkların kullanıldığı kompozit malzeme tasarım çalışmaları olduğu görülmektedir. Yün, soya fasulyesi, jüt, kenaf, mısır koçanı, tahıl saman, mısır, ayçiçeği, kenevir, bambu, pamuk, ahşap ve atık kağıt gibi yenilenebilir malzemeler ile birçok çalışmalar yapılmıştır. Bu malzemeler tamamen doğaldır, hızlı yenilenebilir ve düşük enerji tüketirler. Yenilenebilir ve geri dönüştürülebilir malzemelerin seçimi, bugün kullanılan inorganik dolgular ve takviye malzemeleri yerine sürdürülebilirlik için bir gereklilik haline gelmiştir. Organik esaslı doğal malzemeler inorganik maddelerden daha kolay elde edilebilirler ve çevre açısından daha sağlıklıdır. Ülkemizde üretilen fındikkabuğu kompozit endüstrisi için önemli yeşil malzemelerden biridir [5-7].

Dünya fındık üretiminin %65-70'i ülkemizde gerçekleştirilmektedir. Ülkemizde fındığın büyük bir kısmı ayıklanmış olarak satılmakta ve kabuk kısmı genellikle yakacak olarak kullanılmaktadır. Bu kabuk her ne kadar örneğin su arıtımında yaygın olarak kullanılan aktif karbon üretimine uygun olsa da gereken ilgiyi görmemiştir. Toplam kabuk miktarının çok önemsiz bir kısmının pudra haline getirilerek çikolata gibi bazı gıda maddelerinde gıda katkısı olarak kullanıldığı bilinmektedir [8].

Bu çalışmada göreceli sert olan, karakteristik bir renge sahip ve bol miktarda bulunabilen fındikkabuğu ve polietilenin ekstrüzyon yöntemiyle karıştırılmasıyla elde edilecek kompozit malzemenin mekanik ve termal özelliklerinin incelenmesi amaçlanmıştır.

2. DENEYSEL

2.1 Malzemeler

PE/FK karışımlarının hazırlanmasında matris polimeri olarak Petilen YY I668 (PETKİM) ticari isimli polietilen kullanılmıştır. PE/FK karışımlarının gerek ekstrüzyon prosesinde gerekse enjeksiyon prosesinde muhtemel ısı degradasyonunu (bozunmasını) engellemek amacıyla IRGANOX 1010 kodlu antioksidan katkı (Ciba Geigy Firması), işlemeyi kolaylaştırmak maksadıyla Innospec Leuna firmasının ürettiği OX.PE WAX LE 262 kodlu polietilen vaks (ERAL Türkiye) kullanıldı. Kullanılan öğütülmüş fındikkabuğu Giresun yöresi tombul cinsi fındık olarak bilinen fındıktan elde edildi. Fındikkabuğunun yapısına makro olarak bakıldığında kabuğun iki ana tabakadan oluştuğu açıkça görülebilmektedir. Bunlardan dışta bulunan sert bir yapıda olup bu tabakanın içerisi yumuşak, gevşek bir tabaka ile sarılı durumdadır. Dolayısıyla öğütülmüş haldeki fındikkabuğu bu iki kısmı da bünyesinde barındırmaktadır. Bu çalışmada kabuğun sert kısmından elde edilen tozun kullanılması planlandığından yumuşak kısım ayrıştırılarak kullanıldı. Fındikkabuğu esas itibarıyla ağaç benzeri selülozik yapıya sahip olması nedeniyle neme ve suya karşı oldukça duyarlı bir malzemedir. Bu duyarlılık toz haline geldiğinde yüzeylerin artmış olması dolayısıyla daha da artmaktadır [4]. Fındikkabuğunun elementsel analizi ve içeriği sırası ile tablo 1 ve tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 1. Fındık kabuğun Elementsel Analizi

Elementsel Analiz	%
C	45,59
H	4,59
O	38,14

Tablo 2. Fındık kabuğu İçeriği

İçerik	%
Nem	10,12
Kül	1,26
Yağ	1,54
Lignin	37
Selüloz	22,2
Hemiselüloz	24,8

2.2 Numunelerin Hazırlanması

Giresun yöresi tombul cinsi fındıklarından elde edilen fındık kabukları (FK) yine Giresun'da bulunan, suyla çalışan bir geleneksel mısır değirmeninde öğütüldü. Öğütme sırasında sistemin izin verdiği ölçüde küçük boyutlu taneler elde edilmesine çalışıldı. Ortaya çıkan fındık kabuğu tozu, kabuğun dış ve iç kısımlarını bir arada bulundurduğundan sert ve yumuşak özellikteki bu bileşenlerin birbirinden ayrıştırılması zorunluluğu ortaya çıktı. Bu bileşenler yine geleneksel hava akımı yöntemiyle birbirlerinden ayrıştırıldı. Kullanılması düşünülen sert özellikteki toz, oluşturulması düşünülen kompozitin mekanik özelliklerini negatif olarak etkileyebilecek çok geniş dağılıma sahip tanelerden meydana geldiğinden daha dar dağılımlı toz elde etmek maksadıyla elendi. Eleme işleminde yaklaşık 300, 400 ve 600 mikronluk tozların geçişine izin veren 3 tip elek kullanıldı ve elek altında kalan 200-300, 300-400, 400-600 mikron arası boyut dağılımına sahip 3 grup toz, kompozitlerin elde edilmesinde kullanıldı. Her gruptan kullanılan tozlar ağırlıkça % 5, 10, 15, 20 ve 25 oranlarında ilave edilerek numuneler hazırlanmıştır. Kullanılan değişik boyutlardaki fındık kabukları şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1. Değişik Boyutlardaki Fındık Kabukları ((a) ince - 200-300 mikron, (b) orta - 300-400 mikron, (c) kalın - 400-600 mikron)

PE/FK karışımı granüller Mikrosan marka MTV model 30 mm çapında tek vidalı, L/D oranı 25 olan ekstrüderde hazırlandı. Bu ekstrüder eriyiğin basınç ve sıcaklığını ölçen sensörlerle donatılmıştır. Fındık kabuğunun ısıya olan duyarlılığı nedeniyle herhangi bir degradasyona yol açmamak için ekstrüzyonla işleme sırasında sıcaklıklar alt sınırlara yakın değerlerde tutuldu. Ayrıca yine bu amaçla yukarıdaki karışımlara yağlayıcı ve antioksidan ilave edildi.

Ekstrüderde hazırlanmış granüllerden test numunelerinin üretiminde 60 ton kapama kuvvetine sahip Supermaster marka SM-60HC model enjeksiyon makinesi kullanıldı. Enjeksiyonda kalıplama şartları tablo 3'de verildi.

Tablo 3. PE/FK karışımının enjeksiyonda kalıplama şartları

Parametreler	Birim	Değer
Enjeksiyon Sıcaklığı	°C	160-170
Enjeksiyon Basıncı	Bar	1400-1500
Kalıpta Bekleme Süresi	Sn	15

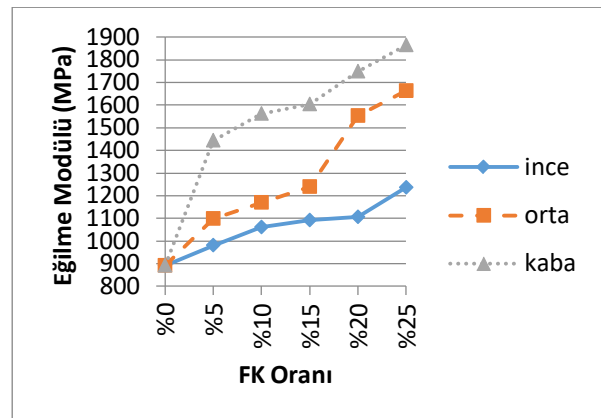
2.3 Karakterizasyon

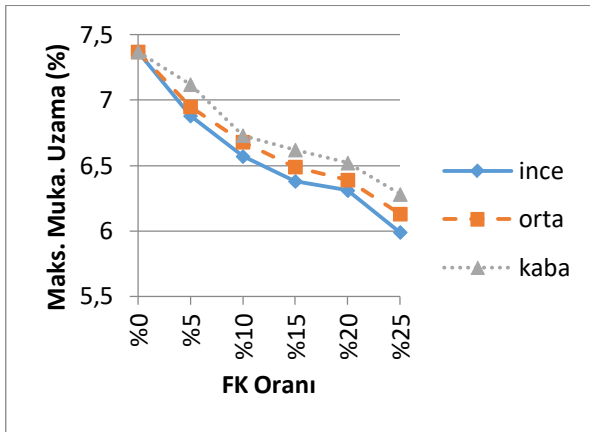
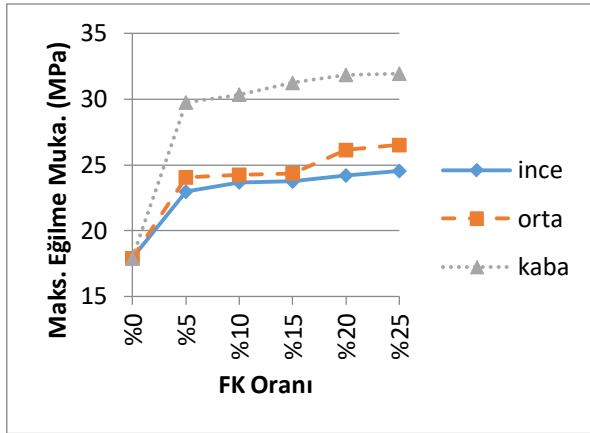
Eğilme testi ZWICK marka Z010 model çekme cihazı kullanılarak ISO 178 standardına göre ve HDT testi CEAST marka cihaz kullanılarak ISO 307 standardına göre gerçekleştirildi.

3. SONUÇLAR

Bu çalışmada, öğütülmüş fındık kabuğu polietilen matrisli kompozitlerde bir dolgu maddesi olarak kullanıldı ve eğilme özellikleri incelendi.

PE/FK karışımlarının eğilme testi sonuçları grafiksel olarak şekil 2'de verilmiştir. PE ile fındık kabuğunun farklı oranlardaki karışımlarından elde edilen kompozitin eğilme özellikleri incelendiğinde fındık kabuğu oranının artmasıyla eğilme modülü ve maksimum eğilme mukavemeti artmıştır. Buna karşılık maksimum mukavemetteki uzama değerleri düşmüştür. PE ile fındık kabuğunun farklı toz boyutlarındaki karışımlarının mekanik özellikleri incelendiğinde fındık kabuğu toz boyutlarının inceden kabaya artmasıyla eğilme modülü ve maksimum eğilme mukavemeti ve maksimum mukavemetteki uzama değerleri artmıştır.

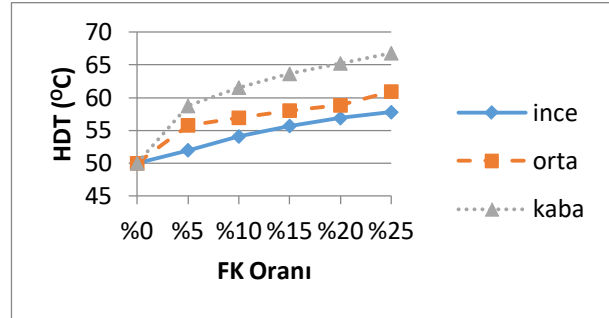




Şekil 3. PE/FK yoğunluk testi sonuçları

Şekil 4'da PE/FK HDT testi sonuçları verilmiştir. PE/FK karışımlarının HDT değerleri incelendiğinde fındikkabuğu oranının artmasıyla, eğilme değerlerine

benzer şekilde HDT değerlerinin de arttığı gözlemlendi. Toz boyutlarına göre incelendiğinde fındık kabuğu toz boyutlarının inceden kabaya artmasıyla HDT değerlerinde artış tespit edildi.



Şekil 4. PE/FK HDT testi sonuçları

4. DEĞERLENDİRME

Göreceli olarak sert bir yapıda olan fındık kabuğunun öğütülerek polietilene ilave edilmesiyle beklenildiği gibi polietilen matrisli kompozitlerin eğilme rijitliğinde önemli ölçüde iyileşmeler sağlanmıştır. Bu sonucun benzer şekilde sert yapılı inorganik dolgulu polimer kompozitlerle uyumlu olduğu anlaşılmıştır. Öğütülmüş fındikkabuğu ilavesinin polietilenin eğilme özellikleri üzerinde önemli etkilere sahip olduğu ve ayrıca fındikkabuğu toz boyutunun söz konusu özellikleri önemli ölçüde değiştirdiği görülmüştür. Fındikkabuğu tozu ilavesiyle eğilme elastiklik modülünde % 50'ler civarında bir artış meydana geldiği ve toz boyutu arttıkça bu etkinin daha da yükseldiği bulunmuştur. Fındık kabuğu ilavesi ile yoğunluk beklenildiği gibi artmıştır. Fındikkabuğu oranının artmasıyla HDT değerlerinin eğilme özelliklerine paralel bir şekilde arttığı görüldü. Türkiye'nin doğu Karadeniz bölgesinde tarımsal artık olarak bol miktarda bulunan ve genellikle evlerde ısıtma amacıyla kullanılan fındık kabuğunun plastik matrisli kompozitlerde rijitlik iyileştiren dolgu malzemesi olarak kullanılabileceği sonucuna varıldı.

5. KAYNAKLAR

- [1] Alireza Ashori, Wood-plastic composites as promising green-composites for automotive industries, Bioresource Technology 99 (2008) 4661-4667
- [2] A. K. Mohanty, M. Misra, L. T. Drzal, Sustainable Bio-Composites from Renewable Resources: Opportunities and Challenges in the Green Materials World, Journal of Polymers and the Environment, Vol. 10, Nos. 1/2, April 2002
- [3] Demircan S. F., Fındık Kabuğu Dolgulu Polietilen Kompozitlerin Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2009
- [4] Wolcott, M. P.: "Proceedings of the 30th Washington State University International Particleboard/Composites Materials Symposium", J. Appl. Polym. Sci., Pullman, WA; (1996) 37.

- [5] Vijay Kumar Thakur, Manju Kumari Thakur, Raju Kumar Gupta Review: Raw Natural Fiber-Based Polymer Composites, International Journal of Polymer Anal. Charact., 19: 256-271, 2014 DOI: 10.1080/1023666X.2014.880016
- [6] Çelik, Ç., Gürdal, E., 2005, Yerfıstığı Kabuğunun Agrega Olarak Kullanım Olanakları, İTÜ Dergisi/A, Mimarlık, Planlama, Tasarım, Cilt:4, Sayı:1, 37-46
- [7] Yıldırım, R., 2005, Ceviz Kabuğundan Polimer Kompozit Levha Üretimi Ve Bazı Teknolojik Özelliklerinin Belirlenmesi, Gazi Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi.
- [8] Aşık, M., "Fındıkkabuklarının Değerlendirilmesi", Doktora Tezi İTÜ Kimya Müh. Böl., İstanbul, (1997).

METALLURGICAL INVESTIGATION OF WELDING REGION OF API 5L X52 NATURAL GAS PIPE MATERIAL PRODUCED BY SUBMERGED ARC WELDING

TOZALTI ARK KAYNAK YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN API 5L X52 DOĞALGAZ BORU MALZEMESİNİN KAYNAK BÖLGESİNİN METALURJİK ARAŞTIRMASI

Hakan Ada^a, Cemil Çetinkaya^b, Sinan Aksöz^c, Tayfun Fındık^d

^a Gazi Üniversitesi, Teknik Bilimler M.Y.O., Ankara, Türkiye, hakanada80@gmail.com

^b Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Ankara, Türkiye, csetin@gazi.edu.tr

^c Gazi Üniversitesi, Teknik Bilimler M.Y.O., Ankara, Türkiye, sinanaksoz@hotmail.com

^d Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Ankara, Türkiye, tayfunfindik@gazi.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, doğalgaz boru hatları için, tozaltı kaynağı ile spiral dikişli olarak API 5L standardında X52 kalitesinde malzemeden üretilen çelik boru birleştirmeleri mikro ve makro incelenerek, birleştirmelerin metalurjik özellikleri araştırılmıştır. Deneysel çalışmalarda, API 5L standardında, X52 kalitesinde doğalgaz borularına tozaltı ark kaynak yöntemi ile birleştirme işlemleri uygulanmıştır. Kaynak işlemlerinden sonra, birleştirmelerden alınan numunenin makroyapı ve mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan incelemeler sonucunda kaynak işleminin X52 malzemede kendinden beklenen lokal özellikleri karşılayabilecek bir tavır sergilediği görülmüştür.

Anahtar kelimeler: API 5L X52, Tozaltı Kaynağı

Abstract

In this study, metallurgical properties of joints were investigated for natural gas pipelines, spiral welded with submerged arc welded steel pipe joints produced by API 5L standard X52 quality material micro and macro. Experimental studies have been carried out in the API 5L standard to combine natural gas pipes of X52 quality with the submerged arc welding method. After the welding operations, the specimens taken from the assemblies were examined for macrostructure and microstructure. As a result of the investigations made, it was observed that the welding process was able to meet the expected local properties in X52 material.

Keywords: API 5L X52, Submerged Arc Welding

1. Giriş

International Energy Agency'nin (IEA), 1998 yılında yaptığı bir araştırmada, dünya genelinde 2020 yılında, 1970'de tüketilen enerjinin yaklaşık üç katının tüketileceği bildirilmektedir [1]. 2015 yılında yapılan başka bir araştırmada ise dünya enerji talebinin 2013 ve 2040 yılları arasında, dünya nüfusunun artması ve gelişmekte olan ülkelerin katkısıyla 1/3 oranında artacağı ifade edilmektedir [2]. Türkiye Petrolleri Anonim Ortaklığı'nın (TPAO) Mayıs 2016'da

yayımladığı "Ham Petrol ve Doğal Gaz Sektör Raporu"nda ise; 2015 yılında küresel enerji tüketiminde doğalgaz ve petrolün, dünyadaki tüm enerji kaynaklarının yarısından fazlasına tekabül ettiği bildirilmektedir. 2015 yılı verileri itibarıyla petrol, dünya enerji talebinin %32,8'ini, doğalgaz ise %24,2'sini karşılamıştır [3]. Böylesine hem ekonomik hem de stratejik önemi bulunan petrol ve doğalgazın buldukları kaynaklardan çıkarılarak ayırma istasyonlarına, ayırma işleminden çıkan ürünlerinse kullanım yerlerine taşınmaları gereklidir. Yüksek basınçlarla gerçekleştirilen bu taşıma işlemi ise büyük çaplı çelik borular ile yapılmaktadır [4]. Dünyada enerjiye olan ihtiyacın artması, yüksek taşıma kapasitesine sahip ve yüksek basınçlara dayanıklı boru hatlarının inşasını gerektirmektedir [5].

Boru hattı ile taşıma sistemleri; gaz, petrol, su ya da buhar gibi ürünlerin taşınmasında yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Plastik deformasyona neden olabilecek doğa olaylarının (toprak kayması, göçük, v.b.) oluşabilme ihtimali, boru hattı tasarımı ve malzeme seçiminin önemini ortaya koymaktadır. Boru hattı malzemesi ve bağlantı sistemleri, dışarıdan gelebilecek olumsuz etkilere karşı koyabilecek mekanik özelliklere sahip olmalıdır [6-12].

Günümüzde üretilen hat borularının çoğu API (American Petroleum Institute) standardına göre üretilmektedir [13]. API 5L X52 çelikleri, özellikle doğalgaz ve petrol iletim ve dağıtım hatlarında kullanılan yüksek mukavemetli ve düşük alaşımlı çelik serilerinden biridir [14]. X52 çelikleri ince taneli yapının hâkim olduğu, kontrollü termomekanik haddeme yöntemi ile üretilen çeliklerdendir [15]. Yüksek mekanik özellikleri, düşük maliyetleri ve kolay elde edilebilmeleri nedeniyle boru hattı taşımacılığında yaygın olarak kullanılmaktadır [16]. Boru hatları için üretilen borular genellikle tozaltı ark kaynak yöntemi ile spiral veya boyuna dikiş yöntemleri ile birleştirilmektedir. Tozaltı kaynak yöntemi otomatik bir kaynak yöntemi olup, prosesin performans ve başarısı tamamen optimum kaynak parametrelerinin tercihine bağlıdır [17].

Bu çalışmada; API 5L standardında, X52 kalitesinde çelik malzemeler tozaltı ark kaynağı ile birleştirilmiştir. Elde edilen birleştirmelerden alınan numunelerin makro-mikro yapıları incelenerek, kaynaklı birleştirme

işleminin makro ve mikroyapı üzerine etkileri araştırılmıştır.

2. Deneysel Çalışmalar

2.1. Materyal

Deneysel çalışmalarda 10,3 mm kesit kalınlığında API 5L standardında ve X52 kalitesinde çelik borular kullanılmıştır. API 5L X52 malzemenin kimyasal kompozisyonu Tablo 1'de verilmiştir. Tablo 2'de kaynaklı birleştirme işlemlerinde kullanılan S2Mo kaynak telinin, Tablo 3'te ise kaynak tozu olarak kullanılan P223 FX türü tozun kimyasal kompozisyonu verilmiştir.

Tablo 1. API 5L X52 Malzemenin Kimyasal Bileşimi (%)

API 5L X52	C	Si	Mn	P	S	V, Nb, Ti	Diğer	Kalan (Fe)	Karbon Eşdeğeri (CEş)
%	0,22	0,45	1,40	0,025	0,015	0,15	0,15	97,59	0.25

Tablo 2. Deneysel çalışmalarda kullanılan S2Mo kaynak telinin kimyasal kompozisyonu

S2Mo	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Sn	Al
%	0,10	0,96	0,10	0,009	0,007	0,02	0,02	0,47	0,03	0,003	0,001

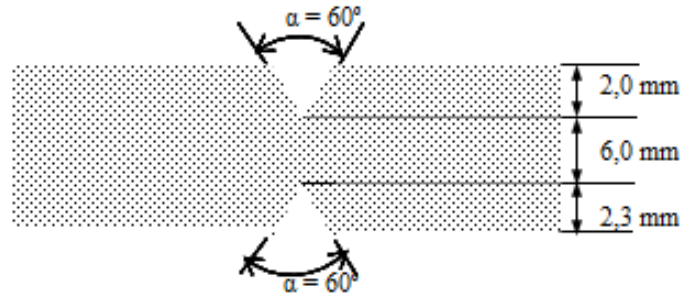
Tablo 3. Deneysel çalışmalarda kullanılan P223FX kaynak tozunun kimyasal kompozisyonu

P223FX	SiO ₂	MnO	MgO	CaF ₂	Al ₂ O ₃	CaO	TiO ₂	K ₂ O	FeO	NaO	Metal Alaşımı
%	23	4	21	21	20	4	2	1	1	2	3 Maks.

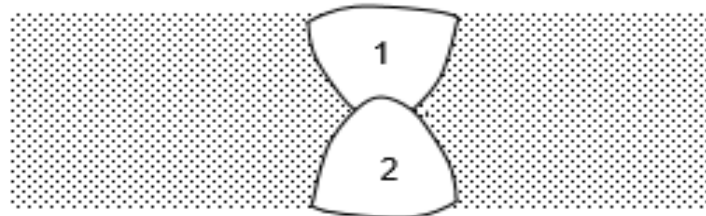
2.1. Metot

Kaynak işlemi içten ve dıştan gerçekleştirilen pasolar ile, toplam 2 pasoda gerçekleştirilmiştir. Kaynaklı

birleştirme işlemleri için Şekil 1'de görüldüğü gibi 60° kaynak ağız açılmış ve Şekil 2'de gösterildiği sıralama ile içten ve dıştan 2 pasolu işlem gerçekleştirilmiştir.



Şekil 1. Kaynak ağız geometrisi



Şekil 2. Paso sıralaması

Birleştirme işlemleri, Emek Boru Mak. San. ve Tic. A.Ş.'nin Ankara'da bulunan fabrikasındaki tozaltı ark kaynak makinasında spiral yöntemle otomatik olarak

gerçekleştirilmiştir. Tablo 4'te kaynaklı birleştirme işlemlerinde kullanılan kaynak parametreleri (değişkenler) verilmiştir.

Tablo 4. Kaynak parametreleri

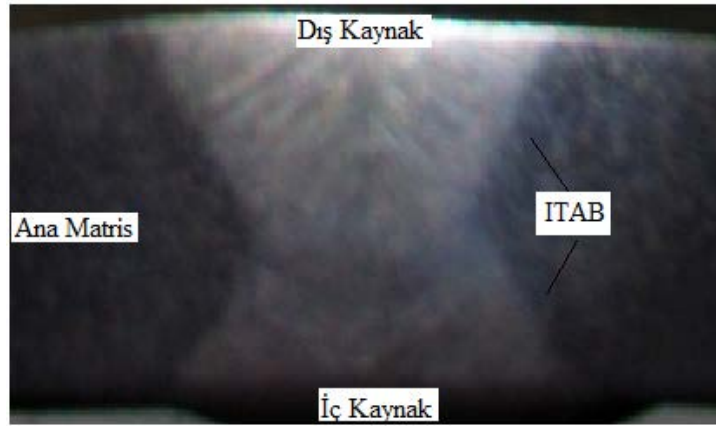
Malzeme	Kaynak Bölgesi	Tel çapı (mm)	Hız (cm/dk)	Akım Tipi	Amper (A)	Ark Gerilimi (V)
API 5L X 52	İç Kaynak	4,0	100	DC +	700	30
	Dış Kaynak	4,0	100	DC +	800	30

Kaynak işlemlerinden sonra numunelerin makro – mikro yapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir. İncelemeler Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir.

Tablo 4'teki parametrelere bağlı kalınarak yapılan birleştirme işlemlerinden sonra birleştirmelerin makro – mikro yapı fotoğraflarının görüntülenebilmesi için numune alınmıştır. Alınan numune, standart metalografik numune hazırlama kurallarına uygun olarak sırasıyla 200, 400, 600, 800 ve 1200 gritlik zımparalarla zımparalanmış, sırasıyla 6, 3 ve 1 µm'lik keçeler ile parlatma işlemi sonrasında, % 5 Nital (HNO₃) çözeltiyle dağlanmış. Numunenin mikroyapı fotoğrafları LEICA marka optik mikroskop yardımıyla gerçekleştirilmiştir.

3. Sonuçlar ve Tartışma

Şekil 3'te kaynaklı birleştirmeden alınan numunenin makroyapı fotoğrafı görülmektedir. Makroyapı fotoğrafı incelendiğinde kaynak işleminde herhangi bir hatanın (yanma oluşu, çatlak, gözenek, kalıntı, v.b.) oluşmadığı görülmektedir. Esas malzeme, ısı tesiri altındaki bölge (ITAB) ve kaynak metali birbirinden net olarak ayrılmıştır. İç kaynak ve dış kaynaktaki pasoların birbirine geçişi de açıkça görülebilmektedir. Makrograftan kaynak metali tanelerinin ısı akış yönüne ters yönde yönlendiği (kaynak dikışı merkezine doğru), nüfuziyetin tam olduğu ve birleşmenin kusursuz gerçekleştiği görülmektedir.



Şekil 3. Tozaltı kaynağı ile birleştirilmiş X52 malzemesinin makroyapı fotoğrafı

Şekil 3'te verilen makroyapı fotoğrafı detaylı bir şekilde incelenerek kaynaklı birleştirmenin nüfuziyet profili oluşturulmuştur. Kaynaklı birleştirmenin nüfuziyet

profilini ortaya koyan makro muayene test sonuçları ise Tablo 5'te verilmektedir.

Tablo 5. Makro Muayene Test Sonuçları

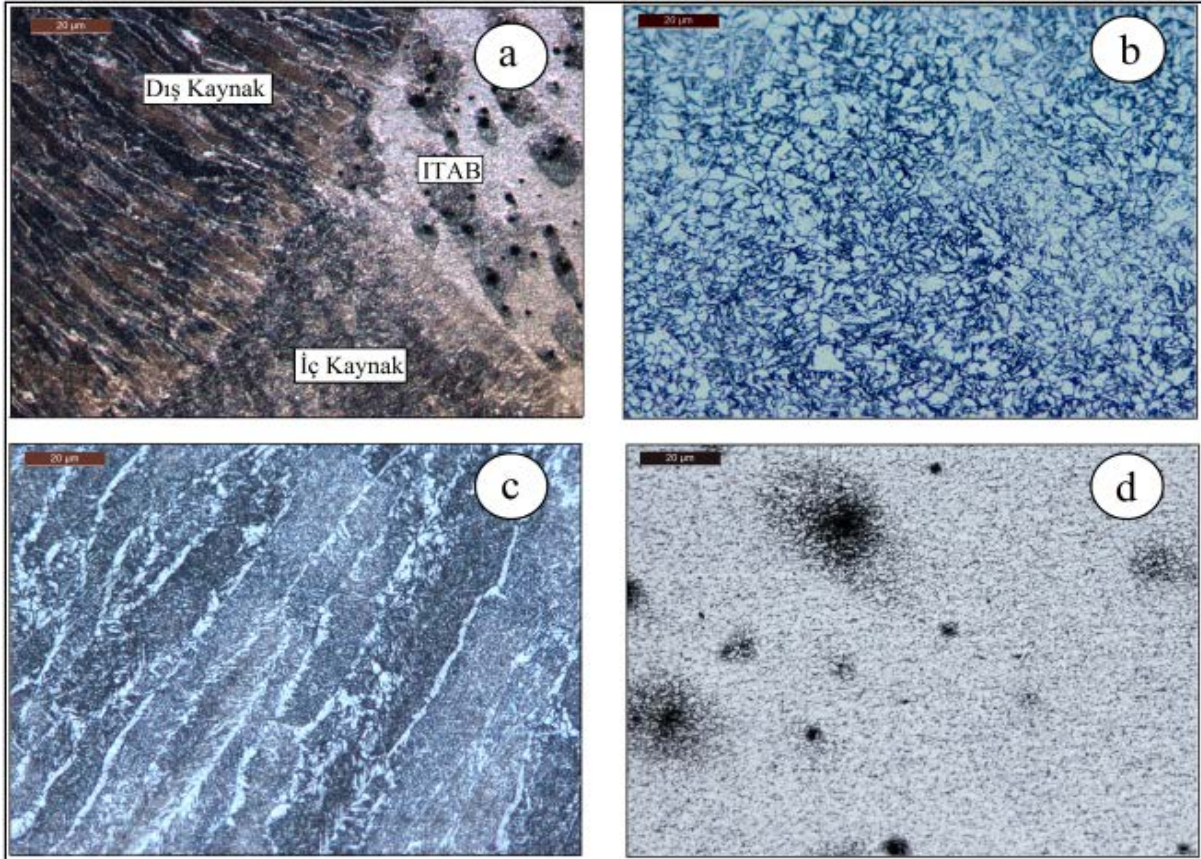
Kaynak Genişliği (mm)		Kaynak Yüksekliği (mm)		Nüfuziyet (mm)		Nüfuziyet (%)		Kabul Edilirlik (%)
İç	Dış	İç	Dış	İç	Dış	İç	Dış	
14,80	16,20	1,90	2,40	6,30	7,00	61,17	67,96	129,13 Penetrasyon Yeterli

Şekil 4'te kaynak bölgesinin belirli noktalarından alınan mikroyapı fotoğrafları görülmektedir. Şekil 4.a'da iç kaynak ve dış kaynağın birleşim noktası, Şekil 4.b'de ITAB, Şekil 4.c'de ise kaynak metali ve Şekil 4.d'de ise ana matristen alınan mikroyapı görüntüleri yer almaktadır. Mikroyapı görüntülerinin genel karakterizasyonu incelendiğinde yapının ferrit (beyaz bölgeler) ve perlit (siyah bölgeler) fazlarından oluştuğu görülmektedir. Fotoğraflar bölgesel olarak ayrı ayrı incelendiğinde de tane boyutları arasında farklılıklar olduğu görülmektedir. Şekil 4.a incelendiğinde iç ve dış kaynak metalinin birleşim bölgesi ve her iki pasoya ait ITAB'lar görülmektedir. Dış kaynak iç kaynaktan sonra

gerçekleştiği için, iç kaynak metali dış kaynak metali ile birlikte ergiyerek yüksek türbülans ile karışarak tekrar katılmıştır. Kaynak metalinin hemen bitişiğinde oluşan ITAB tanelerinin ise ergime – katılma çizgisine yakın bir bölgede ısının etkisiyle iri tanelerden oluştuğu görülebilmektedir. Bu bölge literatürde de kırmızı ak korluğun oluştuğu iri taneli bölge olarak da bilinmektedir [18]. Şekil 4.b'de ITAB bölgesinden alınan mikroyapı fotoğrafı verilmektedir. Mikroyapı fotoğrafından görüldüğü üzere irili ufaklı ve karmaşık tanelerden oluşan tipik ITAB görüntüsü görülmektedir. Şekil 4.c'de ise kaynak metali mikroyapı görüntüsü verilmiştir. Görüntüden, kaynak metalinin ince ve

kısmen iğnemsî bir tane yapısına sahip olduğu görülmektedir. Kaynak metalinde yoğun olarak gözlenen beyaz iğnemsî şekle sahip fazın asiküler ferrit olduğu söylenebilir [19]. Kaynak metalinin tokluğunu ve dayanımını arttıran asiküler ferritin oluşma nedeni malzeme kalınlığına bağlı olarak yavaş soğuma hızı olarak söylenebilir [20]. Eş aksenel ve homojen tanelerden oluşan tipik ana malzeme mikroyapısı ise Şekil 4.d'de görülmektedir. Fotoğrafların tümü incelendiğinde; ana malzemede daha iri ve eş aksenli tanelerin olduğu gözlemlenirken, kaynak metalinde ise kaynak esnasında oluşan yüksek türbülans

dolayı, tanelerin diğer bölgelere oranla çok daha homojen bir şekilde, daha ince taneler ve iğnemsî yapılardan oluştuğu görülmektedir. ITAB'ın (Şekil 4.b) geçiş bölgesi olması nedeniyle ana malzemeden kaynak metaline doğru, eş aksenli tanelerden iğnemsî tanelere doğru geçiş tavrı sergileyen tane yapılarının varlığı görülmektedir. Yüksek ısının etkisiyle ITAB'da ana malzemeye oranla daha iri tanelerin olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 4. Mikroyapı Görüntüleri a) ITAB, iç ve dış kaynak bölgesi, b) ITAB, c) Kaynak bölgesi, d) Ana malzeme.

4. Sonuçlar

Bu çalışmanın sonuçları aşağıda özetlenmiştir;

- Makroyapı fotoğrafı incelendiğinde kaynak işleminde herhangi bir hatanın (yanma oluşu, çatlak, gözenek, kalıntı, v.b.) oluşmadığı görülmektedir.
- Makroyapı fotoğrafında esas malzeme, ısı tesiri altındaki bölge (ITAB) ve kaynak metali birbirinden net olarak ayrılmıştır. İç kaynak ve dış kaynaktaki pasoların birbirine geçişi de açıkça görülebilmektedir.
- Makroyapı fotoğrafından kaynaklı birleştimenin nüfuziyet profili incelenmiş, penetrasyonun %129 ile yeterli ve iyi düzeyde olduğu tespit edilmiştir.
- Mikroyapı fotoğrafları genel olarak incelendiğinde yapının ferrit (beyaz bölgeler) ve perlit (siyah bölgeler) fazlarından oluştuğu tespit edilmiştir.
- Mikroyapı fotoğrafları bölgesel olarak ayrı ayrı incelendiğinde tane boyutları arasında farklılıklar olduğu görülmüştür.

- Kaynak metalinin hemen bitişiğinde oluşan ITAB'ın irili ufaklı ve karmaşık tanelerden oluştuğu, kaynak metalinin ise ince ve kısmen iğnemsî bir tane yapısına sahip olduğu, ana malzemenin ise eşaksenel ve homojen tanelerden oluştuğu görülmüştür.
- ITAB'ın geçiş bölgesi olması nedeniyle ana malzemeden kaynak metaline doğru, eş aksenli tanelerden iğnemsî tanelere doğru geçiş tavrı sergileyen tane yapılarının varlığı görülmüştür.
- Yüksek ısının etkisiyle ITAB'da ana malzemeye oranla daha iri tanelerin olduğu gözlemlenmiştir.

Kaynaklar

- [1] Petrogas. (1999). Dünya daha çok enerji istiyor. Petrogas, Ankara: Botaş Vakfı Yayın Organı, 10, 30-31.
- [2] Internet: World Energy Outlook. International Energy Agency. URL: <http://www.webcitation.org/query?url=https%3A%2F%2Fwww.iea.org%2Fnewsroom%2Fnews%2F2015%2Fno>

- vember%2Fworld-energy-outlook-2015.html&date=2017-02-10, Son Erişim Tarihi: 10.02.2017.
- [3] İnternet: Ham Petrol ve Doğal Gaz Sektör Raporu (2016). TPAO. URL: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.enerji.gov.tr%2Ffile%2F%3Fpath%3DROOT%252F1%252FDocuments%252FSekt%25C3%25B6%2520Raporu%252FTP_HAM_PETROLDOGAL_GAZ_SEKTOR_RAPORU__2015.pdf&date=2017-02-10, Son Erişim Tarihi: 10.02.2017.
- [4] Ada H., Aksöz, S., Fındık, T., Çetinkaya, C., and Gülsün, M. (2016). Tozaltı kaynak yöntemiyle birleştirilen petrol ve doğalgaz borularının mikroyapı ve mekanik özelliklerinin incelenmesi. *Politeknik Dergisi*, 19 (3), 275-282.
- [5] Ada, H. (2006). Petrol Ve Doğalgaz Boru Hatları İçin Üretilen Boruların Tozaltı ve Spiral Kaynak Yöntemiyle Kaynaklanabilirliği ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- [6] BP Energy Outlook 2035, 2015.
- [7] Ham Petrol ve Doğal Gaz Sektör Raporu, Türkiye Petrolleri Anonim Ortaklığı (TPAO), 2016.
- [8] Güzel, M. Y., Caspian Oils and Pipeline Issues, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi.
- [9] Ada H., API Borularının Kaynaklı Birleştirmelerinde Kaynak Parametrelerinin Taguchi Metoduyla Optimizasyonu, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, (2017).
- [10] Ada vd. The investigation of effect of welding process on the microstructure and mechanical properties of API 5L X65 steel welded with gas metal arc welding method. 4th International Conference on Welding Technologies and Exhibition, 674 – 683, (2016).
- [11] Aksöz vd. The investigation of effect of welding process on the microstructure and mechanical properties of API 5L X65 steel welded with electric arc welding method. 4th International Conference on Welding Technologies and Exhibition, 684 – 693, (2016).
- [12] Ada H., Aksöz S., Fındık T., Çetinkaya C., Bostan B., Candan İ., “API 5L X65 Çeliklerinin MAG Kaynak Yöntemi ile Birleştirilmesinde, Kaynak İşleminin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklere Etkisinin İncelenmesi”, Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, 31(ÖS 1), ss. ÖS 1- ÖS 9, (2016).
- [13] API Specifications 5L. Specifications for Line Pipe. 45th Edition. American Petroleum Institute, USA, (2012).
- [14] Zheng S., Zhou C., Chen X., Zhang L., Zheng J., Zhao Y., “Dependence of the abnormal protective property on the corrosion product film formed on H₂S-adjacent API-X52 pipeline steel”, international journal of hydrogen energy 39 : 13919 – 13925, (2014).
- [15] Javidi M., Bahalaou Horeh S., “Investigating the mechanism of stress corrosion cracking in near-neutral and high pH environments for API 5L X52 steel”, Corrosion Science 80 : 213–220, (2014).
- [16] Alhussein A., Capelle J., Gilgert J., Tidu A., Hariri S., Azari Z., “Static, dynamic and fatigue characteristics of the pipeline API 5L X52 steel after sandblasting”, Engineering Failure Analysis 27 : 1–15, (2013).
- [17] Ada H., Aksöz S., Özer A., Candan İ., “Investigation Of Metallurgical And Mechanical Properties Of Welded Region Of API 5L X80 Steel Merged By Submerged Arc Welding Method”, ICAT 2016 International Conference On Advances Technology and Science, KONYA, (2016).
- [18] Özden N. Kaynağın ısı işlemi, İstanbul: Nurettin Uycan Cilt ve Basım Sanayii A.Ş., 1-22, (1985).
- [19] Hashemi S.H. Strength - hardness statistical correlation in API X65 steel. *Material Science and Engineering A* (528), 1648–1655, (2011).
- [20] Hashemi S.H., Mohammadyani, D. Characterisation of weldment hardness, impact energy and microstructure in API X65 steel. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, (98), 8–15, (2012).

AISI 420 VE AISI 4340 ÇELİKLERİNİN DİFÜZYON KAYNAK YÖNTEMİ İLE BİRLEŞTİRİLMESİNDE DİFÜZYON SICAKLIĞININ ETKİSİ

Nida KATI^a, Tülay YILDIZ^b, Sermin OZAN^c

^a Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Elazığ/Türkiye

^b Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Elazığ/Türkiye

^c Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Elazığ/Türkiye

nkati@firat.edu.tr / tyildiz@firat.edu.tr / serozan@firat.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, otomotiv endüstrinde yaygın bir şekilde kullanılan AISI 4340 ıslah çeliği ile ergitme kaynak yöntemleri ile birleştirilmesi zor olan AISI 420 martenzitik paslanmaz çelik difüzyon kaynak yöntemi ile birleştirilmiştir. Kaynak esnasında difüzyon süresi sabit tutulmuş, 10 ve 15 MPa olmak üzere iki farklı difüzyon basıncı ve 900, 1000 ve 1100 °C olmak üzere üç farklı difüzyon sıcaklığı kullanılmıştır. Kaynak işleminden sonra, kaynaklı parçaların mikroyapıları incelenmiş ve kaynak mukavemetlerinin belirlenmesi amacıyla mikrosertlik testine tabi tutulup, daha sonra ise numunelere tabi bindirme-kayma testi uygulanmıştır. İncelemelerin sonunda, AISI 420 martenzitik paslanmaz çelik ve AISI 4340 ıslah çelik çiftinin difüzyon kaynak yöntemi ile problemsiz bir şekilde kaynak edilebildiği gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler; AISI420, AISI4340, Difüzyon kaynağı, Bindirme-kayma mukavemeti

Abstract

In this work, AISI 4340 is widely used in the automotive industry and is combined with the AISI 420 martensitic stainless steel diffusion welding method, which is difficult to combine with fusion welding methods. Diffusion times were kept constant during welding, two different diffusion pressures of 10 and 15 MPa and three different diffusion temperatures of 900, 1000 and 1100 °C were used. After the welding process, microstructures of the welded parts were examined and subjected to microhardness test to determine the welding strengths, and then to the samples were subjected to the lab-shear test. At the end of the review, it was observed that the AISI 420 martensitic stainless steel and the AISI 4340 grade steel pair could be welded without problems by the diffusion welding method.

Keywords; AISI420, AISI4340, Diffusion bonding, Lab-shear strength

1. GİRİŞ

AISI 4340 üçlü alaşım olan Ni-Cr-Mo' li çelikler (43XX ve 47XX) HTLA ısıtma işlemi uygulanabilen düşük alaşımlı çeliklerdendir. AISI 4340 serili çelik, yüksek değerlerde sertlik elde etmek için ısıtma işlemi uygulanan düşük alaşımlı martenzitik çelik olarak [1] tok, sünek ve mukavemetli olmasından dolayı geniş bir kullanım alanına sahiptir [2]. Genellikle uçak krank milleri [3], aks milleri, somun ve saplamalar, dişliler, pervane yatağı, bağlama pimleri ve sıcak iş kalıpları gibi parçaların imalatında yaygın olarak kullanılmaktadır [4]. Yapısından dolayı, AISI 4340 martenzitik paslanmaz çelik, çok yavaş soğutulduktan sonra bile çok sert ve gevrek bir martenzit oluşturur. Martenzit fazı, kaynak bölgesindeki zayıf mikrodalgaların oluşumuna neden olur ve bu da kaynak boncuğunun kırılma eğilimine neden olur. Bunun, martenzitik paslanmaz çeliklerin kötü kaynaklanabilirliğinin arkasında bir nedeni olduğuna inanılmaktadır [5]. Bununla birlikte,

bu çelikler kaynatılabilir ve kaynak öncesi ve sonrasında uygun ısıtma işlemi uygulanabilir ve üzerine istenilen direnç özellikleri elde edilebilir [6].

Gelişmekte olan ülkelerin rekabetiyle birlikte ham madde ve enerjinin maliyetinin artması, üreticilerin sürekli yenilikçi ve verimli üretim teknikleri aradıkları anlamına geliyor. Özellikle yıpranma ve aşınmaya dirençli bileşenlerin seri üretiminde bu doğru olur; yüksek sertleşme kabiliyeti ve nispeten yüksek krom içeriği nedeniyle AISI 420 paslanmaz çelikler yaygın olarak kullanılan bir çelik grubudur. Basıncı kaplar, gıda işleme bıçakları, kesici aletler ve ham petrol çıkarma sistemleri gibi bileşenlerin çoğu bu çelik cinsinden yapılır. AISI 420 çelik levhalar çoğunlukla tavlanmış durumda (200-220 HV) tedarik edilir, böylece sertleşmeden önce kolayca oluşturulabilirler. Son istenen özellikler östenitin difüzyonsuz kayma transformasyonu ile oluşturulan sertlik ve aşınma direnci ile bilinen meta-kararlı bir martenzit üretmek için östenitleme sıcaklığından

(980-1035 ° C-kompozisyona bağlı olarak) hızlı soğutma ile elde edilir [7]. Difüzyon kaynağı, birbirleriyle birleştirilmeleri ergitme kaynağı ile mümkün olmayan, aralarında seramik ve kompozitlerin de yer aldığı, birçok demir esaslı ve demir dışı metal ve alaşımlarının birleştirilmesini mümkün kılan bir katı hal kaynağıdır. Difüzyon kaynağıyla kusursuz bir ara yüzey ve yüksek sıcaklıkta mekanik direnç elde edilebilmektedir [8]. Difüzyon bağlama, sıvı faz içermeyen katı hal bağlama tekniğidir. Bağlanacak malzemelerin birleşim yüzeyleri düzleştirilir ve temas ettirilir. Düzeneğin tamamı, erime sıcaklığının 0.5-0.8'lik bir sıcaklık aralığı içinde, bir vakum fırınında ısıtılır ve basınç belirli bir süre için eşzamanlı olarak yükseltilir. Bağ, arayüzdeki deformasyon ve difüzyon süreçleri nedeniyle oluşur [9].

M.Ferrante ve E. V. Pigoretti Ti-6Al-4V ve AISI 316L çiftini difüzyon kaynağıyla birleştirip ara yüzeyin mikro yapısını ve mekanik direncini incelemişlerdir. En yüksek kayma gerilmesini 950°C/180 dk ile kaynaklanan numunede 382 MPa olarak hesaplamışlardır. Üç farklı kırılma yolu belirlemiş ve her birini karakteristik güç oranlarıyla ilişkilendirmişlerdir [10]. Peng He vd. Ti-6Al-4V ve AISI 304 paslanmaz çeliği difüzyon kaynağıyla Ni aratabaka kullanarak birleştirmişlerdir. Ti alaşımının paslanmaz çeliğe Ni aratabaka ile bağlandığı zaman Ni ve Ti alaşımı arasında bir geçiş tabakası oluştuğunu görmüşlerdir. Yüksek sıcaklık altında Ti/Ni ara yüzeyinde, TiNi₃,TiNi ve Ti₂Ni gibi birkaç kırılma tabaka meydana geldiğini ve tabakaların kalın olduğunu; düşük sıcaklık altında zayıf bağlantılarda sadece TiNi tabakasının oluştuğunu belirtmişlerdir [11]. Kolkusa (2007) yaptığı çalışmada, sfero (sferoit grafit nodüler) dökme demirli paslanmaz çelik ile martensitik (AISI 420) paslanmaz çeliklerin difüzyon kaynağında kaynak sıcaklığının kaynaklanabilirlik üzerine etkisini incelemiştir. Sertlik değerlerini, kaynak ara yüzü boyunca 200 g'lık bir yük altında Hv ölçeğiyle ölçmüş, sünek dökme demir tarafında karşılıklı krom ve karbon difüzyonu, paslanmaz çelik tarafında sırasıyla gözlemlemiştir. Yapılan tüm değerlendirmeler ve testlerin sonucu olarak, 1100 °C işlem sıcaklığında 12 MPa'da 20 dakika süreyle bağlanan numunede en iyi toplanmış mekanik ve metalürjik özelliklerin bulunduğunu gözlemlemiştir [12].

Hao Li, Hongjie Luo , Wenzhan Huang ,Xiao Zhang ve Guangchun Yao yaptığı çalışmada, yumuşak çelik-Al köpük çekirdek sandviç panellerinin (AFS) vakum-özgür difüzyon birleştirme yöntemi ile imalatı hakkında ayrıntılı bir araştırmayı açıklamışlardır. Köpüklenebilir AlMg₁ / SiC_p bazlı öncül, toz metalürjisi yöntemi ile hazırlamışlardır. Sonuçlarda, kaplama tabakaları ve alüminyum köpük çekirdeği arasında yüksek kaliteli bir

birleşmenin oluşması için çelik / öncülün bir ön bağlanmasının gerekli olduğunu göstermişlerdir [13].Çalığülü (2007) vd. çalışmalarında AISI 420/AISI 1010 çelik çiftinde çevresel hızın mikroyapı özelliklerine etkisini araştırmışlardır. Artan devir sayısına paralel olarak karşılıklı bölgelerde difüzyonun arttığı ve buna paralel olarak tamamen deforme olmuş bölgenin de genişlediğini görmüşlerdir ve en düşük devir sayısında deforme olmamış bölgedeki tane sayısının deforme olmuş bölgenin tane sayısı ile yaklaşık olarak aynı oranda olduğunu, en yüksek devir sayısında bu oranın; deforme olmayan bölgede aynı kalırken, kısmen deforme olmuş bölgede arttığını gözlemlemiştir [14]. N. Özdemir ve arkadaşları (2007) yaptıkları çalışmada AISI 304L ve AISI 4340 çeliğinin sürtünme kaynağı ile birleştirilmesinde arayüzey özelliklerine devir sayısının etkilerini incelemişlerdir ve plastik deformasyon bölgesinin genişliğinin kaynaklı numunelerin çekme kuvvetinde önemli bir etkiye sahip olduğunu ve devir sayısının artması ile çekme kuvvetinin artacağını vurgulamışlardır [15]. N. Özdemir (2005) yaptığı çalışmada AISI 304L ve AISI 4340 çelik çiftini farklı devir sayılarında sürtünme kaynak yöntemi ile birleştirerek bu malzeme çiftinin kaynak sonrası mekanik özelliklerini incelemiştir. Sonuç olarak yüksek dönme hızı ve daha kısa sürtünme süresi kullanıldıkça bu numunelerin çekme mukavemetinin arttığını belirlemiştir ve yeterli mukavemete sahip bir kaynak elde edebilmek için devir sayısı, sürtünme basıncı ve yığma basıncının mümkün olduğu kadar yüksek olmalıyken sürtünme süresinin mümkün olduğu kadar düşük olması gerektiğini gözlemlemiştir [16].

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada 10x10 mm boyutlarında AISI 420 ve AISI 4340 çelikleri kullanılmıştır. Bu çeliklere ait kimyasal kompozisyonlar Çizelge 1 ve Çizelge 2'de gösterilmiştir.

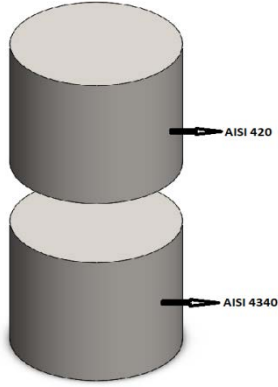
Çizelge 1. AISI 420 çeliğinin kimyasal kompozisyonu

AISI 420	Element	C	Mn	Si	P	S	Cr
	%wt	0.15	1.00	1.00	0.04	0.03	14.0

Çizelge 2. AISI 4340 çeliğinin kimyasal kompozisyonu

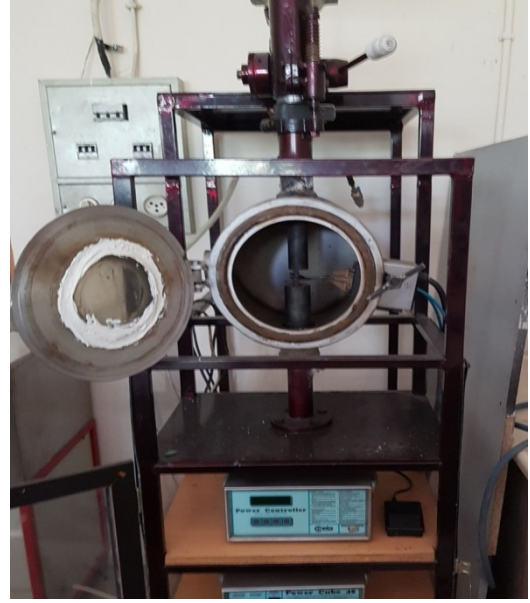
AISI 4340	Element	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni
	% wt	0.4	0.8	0.3	0.035	0.04	0.9	0.3	2.0

Deneylerde kullanılan AISI 420 ve AISI 4340 çelikleri 10x10 mm boyutlarında hazırlanmıştır. Daha sonra bu numunelerin yüzeyleri difüzyon için daha pürüzsüz bir yüzey elde edebilmek amacıyla 200, 400, 600, 800 ve 1000 meshlik zımparalardan geçirilerek kaynak için hazır hale getirilmiştir. Kaynağa hazır hale getirilen numunelerin şematik görünümü Şekil 1 de gösterilmiştir.



Şekil 1 . Kaynak için hazırlanmış numunelerin şematik görünümü

Difüzyon kaynağı için hazırlanan numunelerin 30 dk sabit difüzyon süresi, 10 ve 15 MPa olmak üzere iki farklı difüzyon basıncı ve 900, 1000 ve 1100°C olmak üzere üç farklı difüzyon sıcaklığında kaynak işlemleri gerçekleştirilmiştir. Difüzyon kaynak işleminin gerçekleştirildiği kaynak parametreleri Çizelge 3'de gösterilmiştir. Kaynak esnasında numune yüzeyinde oksit oluşmasını engellemek amacıyla fırın içerisine 5 lt/dk debide % 99,9 saflıkta argon gazı gönderilmiştir. Fırın kaynak için istenilen sıcaklığa ulaştıktan sonra kaynak işlemine başlanmıştır. Kaynak işlemi bittikten sonra numunelerin soğutma işlemi fırın 200 °C sıcaklığa ininceye kadar fırın içerisinde daha sonra ise açık havada yapılmıştır. Difüzyon kaynak işleminin gerçekleştirildiği fırın Şekil 2 'de gösterilmektedir.



Şekil 2. Difüzyon kaynak makinesi

Çizelge 3 . Difüzyon kaynak parametreleri

Numune No	S1	S2	S3	S4	S5	S6
Difüzyon Basıncı (MPa)	10	10	10	15	15	15
Difüzyon Sıcaklığı (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100
Difüzyon Süresi (min.)	30	30	30	30	30	30

Kaynak işleminden sonra kaynak arayüzeylerinin incelenmesi amacı ile numuneler ara tabaka yüzeyine dik doğrultuda silisyum diskli hassas kesme cihazında kesilerek, ölçüm yapılacak yüzeyler 400–600–800–1000–1200 ve 2000 mesh'lik SiC zımpara ile su altında zımparalanmış ve parlatılmıştır. Mikroskobik incelemeye hazır hale getirilen numuneler, dağlanmış ve su ile yıkanıp yüzeyleri alkol ile temizlendikten sonra ölçüme hazır hale getirilmişlerdir.

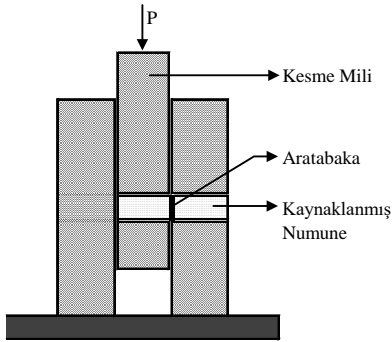
Kaynak arayüzeyindeki sertlik değişimini görebilmek amacıyla birleştirilmiş malzemelerden (0.05 HV) 50 gr'lık yük altında, yaklaşık 1 mm aralıklarla 9 farklı noktadan mikrosertlik değerleri alınmıştır. Mikrosertlik ölçümlerinin gerçekleştirildiği numuneye ait fotoğraf Şekil 3'de görülmektedir.



Şekil 3. Mikrosertlik ölçümlerin gerçekleştirildiği numunenin şematik görünümü

Difüzyon kaynağı ile birleştirilmiş numunelerin bindirme kayma deneyleri, Şekil 4'de görülen ve araştırmacı tarafından ASTM D 3165-07 standardına uygun olarak imal edilmiş aparatla otomatik yüklemeli hidrolik test cihazında gerçekleştirilmiştir. Kesme yönü ara tabaka yönüne paralel, kesme kuvveti ise ara tabaka üzerine gelecek şekilde olarak oda sıcaklığında uygulanmıştır. Kaynaklı birleştirmelerin kayma gerilmeleri elde edilen verilere göre hesaplanmıştır.

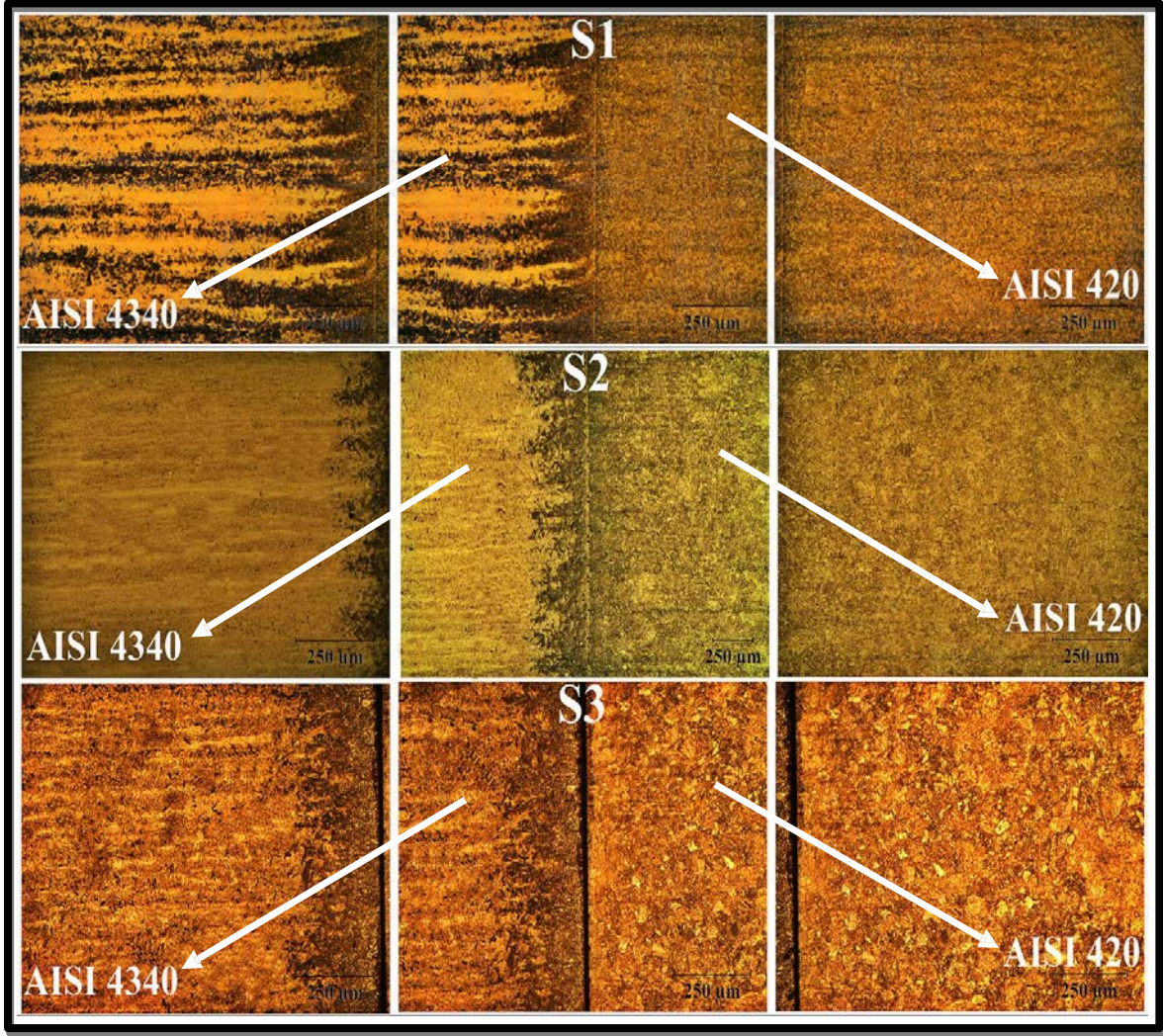
2.1. Bindirme-kayma testi



Şekil 4. Bindirme-Kayma Testi Aparatının Şematik Resmi [17]

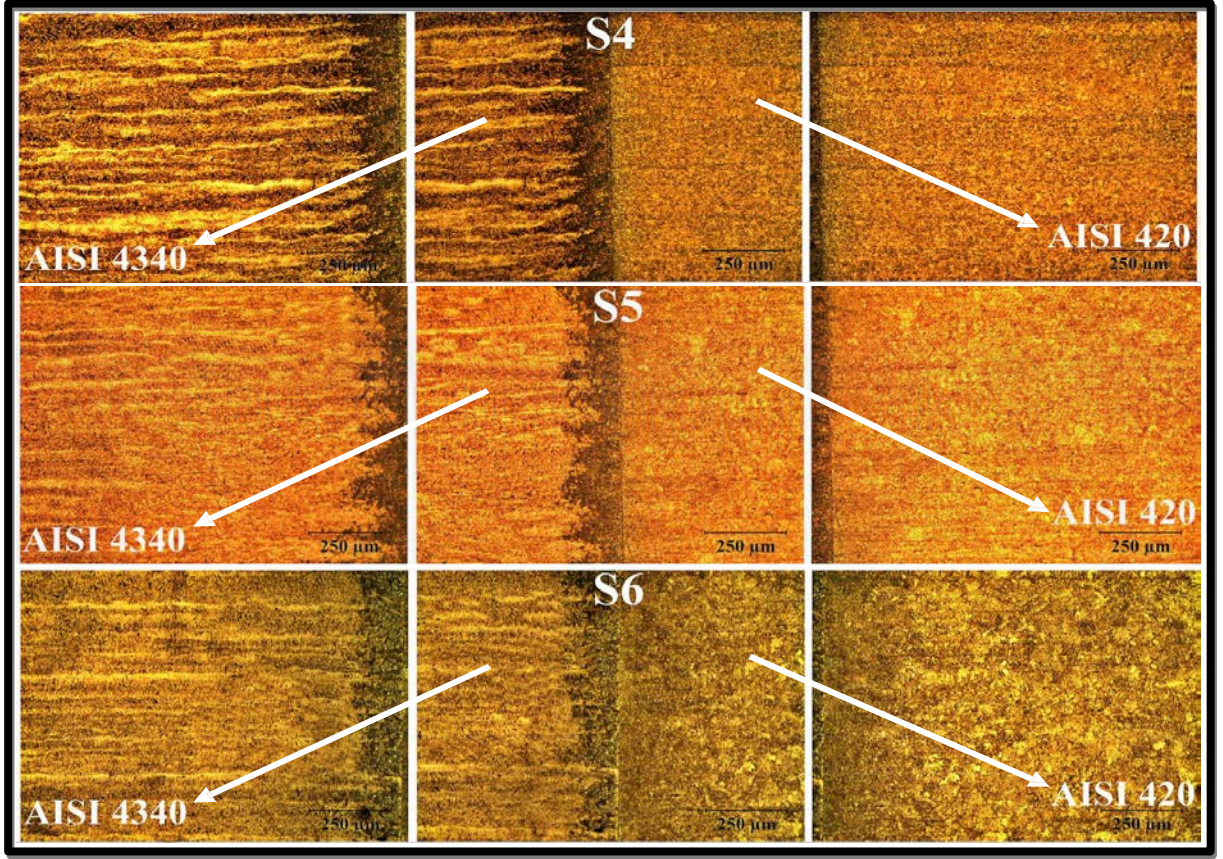
3. SONUÇLAR

3.1. Mikroyapı Sonuçları



Şekil 5. S1, S2 ve S3 numunelerine ait optik fotoğraflar

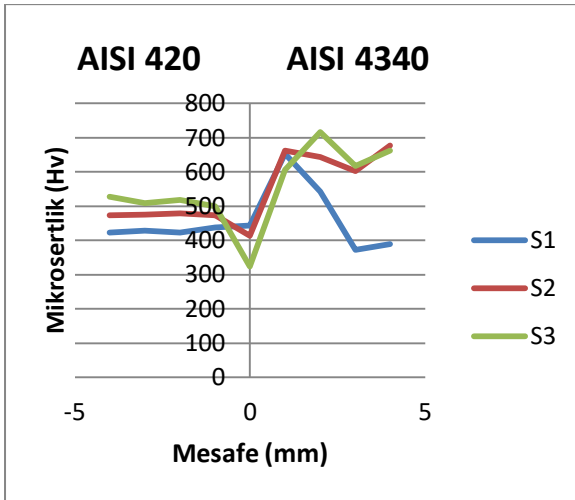
Şekil 5'de S1 S2 ve S3 numunelerine ait mikroyapı fotoğraflarını göstermektedir. Bu numuneler 10 MPa difüzyon basıncı 30 dk. Difüzyon süresi ve 900, 1000 ve 1100 °C difüzyon sıcaklığında birleştirilmişlerdir. Bu numunelerin optik resimleri incelendiğinde S1 numunesinde difüzyon yönelmesi belirgin bir şekilde gözükmektedir. Sıcaklığın artmasıyla S2 ve S3 numunesinde bu yönelmeler daha azalmıştır.



Şekil 6. S4, S5 ve S6 numunelerine ait optik fotoğraflar

Şekil 6 S4, S5 ve S6 numunelerine ait mikroyapı fotoğraflarını göstermektedir. Bu numuneler 15 MPa difüzyon basıncı 30 dk. Difüzyon süresi ve 900, 1000 ve 1100 °C difüzyon sıcaklığında birleştirilmişlerdir. Bu optik resimler incelendiğinde her üç numunede de bağlantısız bölgelere rastlanmamıştır. S4 numunesinde difüzyon yönlenmesi belirgin bir şekilde gözükürken sıcaklığın artmasıyla bu yönlenmeler S5 ve S6 numunelerinde daha az oranda gözükmektedir.

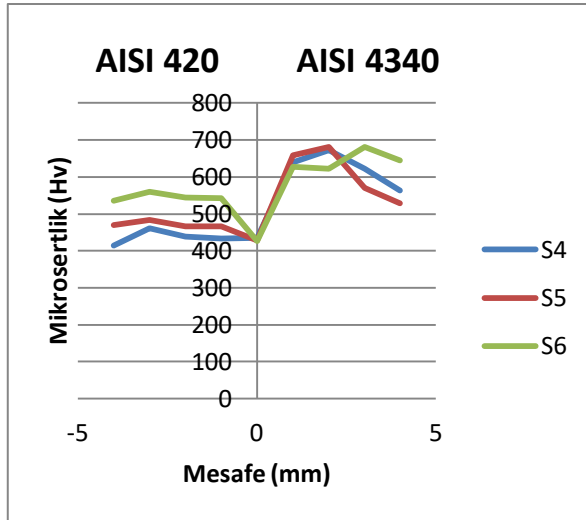
3.2. Mikrosertlik Sonuçları



Şekil 7. S1, S2 ve S3 numunelerine ait mikrosertlik grafiği

Şekil 7 S1 S2 ve S3 numunelerine ait mikrosertlik grafiğini göstermektedir. Bu numuneler 10 MPa

difüzyon basıncı 30 dk. Difüzyon süresi ve 900, 1000 ve 1100 °C difüzyon sıcaklığında da birleştirilmişlerdir. AISI 420 çeliğinin kaynaktan önceki ortalama sertlik değeri 302 Hv olarak, AISI 4340 çeliğinin kaynaktan önceki sertlik değeri ise 394 Hv olarak ölçülmüştür. Genel olarak bu kaynak yönteminin sonunda numunelerin mikrosertlik değerlerinde artış olduğu görülmüştür, fakat grafik incelendiğinde difüzyon kaynak bölgesine yaklaştıkça her üç numunede de hem AISI 420 tarafında hem de AISI 4340 tarafında sertlik düşmüş neredeyse ana malzemenin sertlik değerine yakın sonuçlar elde edilmiştir. Kaynak bölgesinde en düşük sertlik değeri S3 numunesinde 324 Hv olarak, en yüksek sertlik değeri ise 443 Hv olarak S1 numunesinde görülmüştür. Buda difüzyon sıcaklığının artması ile numunelerin kaynak bölgesinde sertliğin düştüğü sonucuna varmamızı sağlamıştır. Kaynak bölgesinden uzaklaştıkça numunelerin sertlik değerleri artmıştır.



Şekil 8. S4, S5 ve S6 numunelerine ait mikrosertlik grafiği

Şekil 8, S4, S5 ve S6 numunelerine ait mikrosertlik grafiğini göstermektedir. Bu numuneler 15 MPa difüzyon basıncı 30 dk. difüzyon süresi ve 900, 1000 ve 1100 °C difüzyon sıcaklığında birleştirilmişlerdir. Genel olarak bu kaynak yönteminin sonunda S1, S2 ve S3 numunelerinde olduğu gibi mikrosertlik değerlerinde artış olduğu görülmüştür. Difüzyon kaynak bölgesine yaklaştıkça her üç numunede de hem AISI 420 tarafında hem de AISI 4340 tarafında sertlik düşmüş neredeyse ana malzemenin sertlik değerine yakın sonuçlar elde edilmiştir. Kaynak bölgesinde en düşük sertlik değeri S6 numunesinde 426 Hv olarak, en yüksek sertlik değeri ise 436 Hv olarak S4 numunesinde görülmüştür. Buda difüzyon sıcaklığının artması ile numunelerin kaynak bölgesinde sertliğin düştüğü sonucuna varmamızı sağlamıştır. Kaynak bölgesinden uzaklaştıkça numunelerin sertlik değerleri artmıştır. Aynı zamanda Şekil 7 ve Şekil 8 deki grafikler karşılaştırıldığında kaynak basıncının artması ile kaynak bölgesindeki sertlik değerlerinde artış olduğu görülmüştür.

3.3. Bindirme Kayma Test Sonuçları

Çizelge 4. Bindirme-Kayma Test sonuçları

Numune	Difüzyon Basıncı (MPa)	Difüzyon Sıcaklığı (°C)	Bindirme – Kayma Mukavemeti (MPa)
S1	10	900	1,59
S2		1000	5,33
S3		1100	6,53
S4	15	900	6,93
S5		1000	7,01
S6		1100	9,63

Çizelge 4 tüm numunelere ait bindirme-kayma mukavemet sonuçlarını göstermektedir. Bu tablo incelendiğinde difüzyon basıncının ve difüzyon sıcaklığının artması ile bindirme-kayma mukavemet değerlerinde artış olduğu görülmüştür. En düşük kesme mukavemeti 900 °C difüzyon sıcaklığı, 10 MPa kaynak basıncında 1,59 MPa, En yüksek kesme mukavemeti ise 1100 °C difüzyon sıcaklığı, 15 MPa kaynak basıncında 9,63 MPa olarak ölçülmüştür.

4. GENEL SONUÇLAR

AISI 420 ve AISI 4340 çeliklerinin difüzyon kaynak yöntemi ile birleştirilmesinde numunelerin problemsiz bir şekilde birleştiği, numunelerde bağlantısız bölgelerin çatlak veya boşlukların oluşmadığı tespit edilmiştir.

Numunelerde basıncın ve sıcaklığın artması ile kaynak yönlenmelerinin daha az olduğu ve tanelerin belirginleştiği görülmüştür.

Mikrosertlik sonuçları incelendiğinde genel olarak numunelerde mikrosertlik değerleri artış göstermiş fakat kaynak bölgesinde sertlik değerleri düşerek ana malzemelerin sertlik değerlerine yakın değerler elde edilmiştir.

Sıcaklığın ve basıncın artmasıyla bindirme kayma mukavemet değerlerinin arttığı gözlenmiştir. Bundan sonraki çalışmalarda 15 Mpa ve üstündeki difüzyon basınçlarında kaynak işleminin gerçekleştirilmesinin daha uygun olacağı belirlenmiştir.

5. REFERENCES

- [1] P. S. Prevéy, "Problems With Non-Destructive Surface X-Ray Diffraction Residual Stress Measurement," no. 513, pp. 47–54, 1991.
- [2] H. Feng and M. N. Bassim, "Finite element modeling of the formation of adiabatic shear bands in AISI 4340 steel," vol. 266, pp. 255–260, 1999.
- [3] F. Oliveira and J. A. Berrios, "Fatigue properties of a 4340 steel coated with a Colmonoy 88 deposit applied by high-velocity oxygen fuel," pp. 68–77, 2000.
- [4] G. Krauss, "Martensite in steel : strength and structure," vol. 275, pp. 40–57, 1999.
- [5] B. Kurt, N. Orhan, I. Somunkiran, and M. Kaya, "The effect of austenitic interface layer on microstructure of AISI 420 martensitic stainless steel joined by keyhole PTA welding process," *Materials and Design*, vol. 30, no. 3, pp. 661–664, 2009.
- [6] P. D. Bilmes, C. Llorente, and J. P. Ipiñ, "Toughness and Microstructure of 13Cr4NiMo High-Strength Steel Welds," *Jmepg*, vol. 9, no. December, pp. 609–615, 2000.
- [7] J.R. Davis, "Surface Hardening of Steels: Understanding the Basics (first ed.)," *ASM International*, vol. 46., p. OH, USA, 2002.
- [8] S. Analysis, F. E. Method, and D. Welding, "Difüzyon Kaynağı ile Birleştirilmiş Bakır ve Porselenin Sonlu Elemanlar Yöntemi ile Termal ve Yapısal Analizleri," vol. 15, no. 1, pp. 92–104, 2013.
- [9] W. Sittel, W. W. Basuki, and J. Aktaa, "Modeling and experimental evaluation of the diffusion bonding of the oxide dispersion strengthened steel PM2000," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 465, pp. 337–342, 2015.
- [10] M. Ferrante, E. V Pigoretti, and U. F. De S, "Diffusion bonding of Ti-6Al-4V to AISI 316L stainless steel : mechanical resistance and interface microstructure," vol. 7, pp. 2825–2833, 2002.
- [11] P. He, J. Zhang, R. Zhou, and X. Li, "to a Stainless Steel Web With an Ni Interlayer Diffusion Bonding Technology of a Titanium Alloy," vol. 5803, no. 99, 1999.
- [12] S. Kolukisa, "The effect of the welding temperature on the weldability in diffusion welding of martensitic (AISI 420) stainless steel with ductile (spheroidal graphite-nodular) cast iron," vol. 186, pp. 33–36, 2007.
- [13] H. Lin, H. Luo, W. Huang, X. Zhang, and G. Yao, "Diffusion bonding in fabrication of aluminum foam sandwich panels," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 230, pp. 35–41, 2016.
- [14] A. K. Çaligülü, U., Orhan, A., Gür, "Sürtünme kaynak yöntemi ile birleştirilmiş AISI 420/ AISI 1010 çelik çiftinde çevresel hızın mikroyapı özelliklerine etkisi," *Fırat Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilgisi Dergisi*, vol. 19 (4), 58, 2007.
- [15] A. Özdemir, N., Sarsılmaz, F., Hasçalık, "Effect of rotational speed on the interface properties of friction-welded AISI 304L to 4340 steel," *Materials and Design*, vol. 28, 301–30, 2007.
- [16] N. Özdemir, "Investigation of the mechanical properties of friction-welded joints between AISI 304L and AISI 4340 steel as a function rotational speed," *Materials Letters*, vol. 59, 2504–2, 2005.
- [17] U. Çaligülü, "Ti6Al4V alaşımının gümüş aratabaka kullanılarak difüzyon kaynağı ile birleştirilebilirliği," vol. 0, no. 424, pp. 577–586, 2016.

THE DETERMINATION OF COLOUR AND GLOSSINESS PROPERTIES ON SANTOS, ROSE AND ROWAN WOODS HEAT TREATED ACCORDING TO THERMOWOOD METHOD

THERMOWOOD METODUNA GÖRE ISIL İŞLEM GÖRMÜŞ SANTOS, GÜL VE ÜVEZ ODUNLARINDA RENK VE PARLAKLIK ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

Tuğba Gürleyen^a, Ümit Ayata^b, Levent Gürleyen^c, Bruno Esteves^d, Hüseyin Sivrikaya^e, Ahmet Can^e

^aDüzce Üniversitesi, Düzce Meslek Yüksekokulu, Malzeme ve Malzeme İşleme Teknolojileri Bölümü, Mobilya ve Dekorasyon Programı, Düzce, Türkiye, E-posta: tugbagurleyen@duzce.edu.tr

^bAtatürk Üniversitesi, Oltu Meslek Yüksekokulu, Ormanlık ve Orman Ürünleri Programı, Oltu, Erzurum, Türkiye, E-posta: umitayata@atauni.edu.tr

^cYığılca Çok Programlı Anadolu Lisesi, Yığılca, Düzce, Türkiye, E-posta: Igurleyen@hotmail.com

^dSuperior School of Technology Polytechnic Institute of Viseu, Viseu, Portugal, E-posta: bruno@demad.estv.ipv.pt

^eBartın Üniversitesi, Orman Fakültesi, Orman Endüstri Mühendisliği Bölümü, Bartın, Türkiye, E-posta: h_sivrikaya@yahoo.com, E-posta: 6116acan@gmail.com

Özet

Bu araştırmada, ThermoWood metoduna göre ısıl işlem görmüş santos (*Myroxylon balsamum*), gül (*Dalbergia nigra*) ve üvez (*Sorbus L.*) odunlarında meydana gelen parlaklık ve renk özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaç ile test örneklerine, ThermoWood metoduna göre 212°C'de 1 ve 2 saat süre ile ısıl işlem uygulanmıştır. Isıl işlem görmüş ve görmemiş malzemeleri üzerinde renk ve parlaklık değerleri belirlenmiştir. Isıl işlem süresinin artmasına bağlı olarak L^* değerinin azaldığı görülmektedir. En yüksek ΔE^* değeri 212°C'de 2 saat süreyle ısıl işlem uygulanmış üvez odununda, en düşük ΔE^* değeri ise 212°C'de 1 saat süreyle ısıl işlem uygulanmış santos odununda ortaya çıkmıştır. En yüksek 20°'de liflere dik ve paralel parlaklık değerlerinde üvez odununa ait kontrol örneklerinde elde edilirken, 60° ve 85°'de liflere dik ve paralel değerlerinde ise 212°C'de 1 saat süreyle ısıl işlem uygulanmış gül ağacında elde edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Isıl işlem, Renk, Parlaklık, Santos

Abstract

In this research, it was aimed to determine the glossiness and color properties of the santos (*Myroxylon balsamum*), rose (*Dalbergia nigra*) and üvez (*Sorbus L.*) woods which were heat treated according to ThermoWood method. For this purpose, according to the ThermoWood method, the samples were subjected to heat treatment at 212°C for 1 and 2 hours. Values of color and glossiness values were determined on the heat treated and untreated materials. L^* value is decreased due to the increase of the heat treatment time. while the highest ΔE^* value was obtained on heat treated rowan wood at 212°C for 2 hours, the lowest ΔE^* value was found on heat treated santos wood at 212°C for 1 hour. When the highest perpendicular and paralel glossiness values at 20° were obtained on control rowan wood, the highest perpendicular and paralel glossiness values at 60° and 85° on heat treated rose wood at 212°C for 1 hour.

Keywords: Heat treatment, Color, Glossiness, Santos

1. Giriş

Ahşap rengi önemli bir yüzey özelliğidir [5]. Renk ve parlaklık tanımları, yüzey özelliği için önemlidir. Bu yüzey özellikleri ısıl işlem uygulaması ile değişmektedir. Bu değişiklikler üzerine araştırmacılar tarafından çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Örneğin; *Robinia pseudoacacia* odununa nitrojen ve oksijen ortamında 24 saat için 120°C'de ısıl işlem uygulamışlardır. Isıl işlem sonrasında her iki atmosferik koşul esnasında a^* ve b^* değerleri arttığı L^* değerinin azaldığı belirlenmiştir [5]. Yapılan başka bir çalışmada bazı ağaç türleri 90°C, 100°C, 110°C ve 120°C'de 5 ve 10 saat sürelerde ısıl işleme tabi tutulmuştur [18]. ThermoWood yöntemine göre 212°C'de 1.5 ve 2.5 saat süreyle ısıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış [9] ve ThermoWood yöntemine göre 190°C'de 1 ve 2 saat ile 212°C'de 1 ve 2 saat süreler ile ısıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış [3] yabancı kiraz odununda, renk ve parlaklık değerleri belirlenmiştir. Yapılan başka bir çalışmada ise; ThermoWood metoduna göre 212°C'de 1 ve 2 saat sürelerde ısıl işlem görmüş ve görmemiş afrormosia, doussie, frake ve iroko ağaç türlerinde renk ve parlaklık değerleri tespit edilmiştir [2]. 210°C, 215°C, 220°C ve 230°C'de 2, 4 ve 6 saat sürelerinde ısıl işlem görmüş *Acacia mangium x auriculiformis* odununda ısıl işlemin yoğunluğunun artması ile L^* ve b^* değerlerinin azaldığı belirlenmiştir [17]. 100°C, 150°C, 200°C, 220°C, 240°C, 260°C ve 280°C'lerde 60 dakika süre ile ısıl işlem uygulanmış *Abies alba L.* odununda sıcaklığın artması ile toplam renk farkı değerlerinin arttığı, L^* değerlerinin azaldığı, a^* ve b^* değerlerinin 220°C'ye kadar arttığı bu sıcaklıktan sonra azaldığı görülmüştür [10]. 90°C, 120°C, 150°C ve 180°C'de ısıl işlem görmüş keyaki ve sugi odunlarında L^* değerinin azaldığı, ΔE^* değerlerinin arttığı rapor edilmiştir [11]. 120°C, 140°C, 160°C, 180°C ve 200°C'de 8 saat süreler ile ısıl işlem uygulanmış *Araucaria angustifolia* odununda toplam renk farkı değeri çalışılmıştır [13]. Bu değişimlerin sebebi olarak yapılan bir çalışmada, ısıl işlem sebebiyle oluşan renk değişimiyle kristallik derecesi, polimerizasyon derecesi ve OH miktarı arasında ilişki olduğu bildirilmiştir [22]. Bunun yanında, ahşap malzemede ısıl işlem uygulaması sonrası renk değişiminin hemiselülözün hidrolizinden kaynaklandığı

söylenmiştir [20]. Bu çalışmada, ThermoWood metoduna göre 212°C'de 1 ve 2 saat süreler ile ısı işlem görmüş ve görmemiş santos, gül ve üvez odunlarına üzerinde renk ve parlaklık değerleri araştırılmıştır. Yapılan literatür araştırmasında, bu ağaç türlerine daha önce ThermoWood metoduna göre herhangi bir ısı işlem uygulamasının yapılmadığı görülmüştür. Gerek ahşap dünyası gerekse mobilya endüstrisi adına bu çalışmanın önemli olacağı düşünülmektedir.

2. Materyal ve Metot

2.1. Materyal

2.1.1. Ahşap Malzemenin Elde Edilmesi

Deneylerde, ısı işlem uygulamaları için santos (*Myroxylon balsamum*), gül (*Dalbergia nigra*) ve üvez (*Sorbus L.*) odunları seçilmiştir. Araştırmada kullanılan ağaç türleri; Düzce İl'inde bulunan Haşep Kaplama-Kereste San Tic. A.Ş. ve Arın Orman Ürünleri A.Ş. firmalarından rastgele seçim yöntemine göre 110 cm x 12 cm x 2 cm boyutlarında temin edilmiştir. Ağaç malzemelerin budaksız, ardaksız, düzgün lifli olmasına ve büyüme kusuru olmamasına özen gösterilmiştir. Test örnekleri ağırlığı değişmez hale gelinceye kadar iklimlendirme odasında bekletilmiştir (%50±5 bağıl nem ve 23±2°C'de) [21].

2.2. Metot

2.2.1. Isıl İşlem Uygulaması (ThermoWood Metot)

Bu çalışmada seçilen odun örnekleri, Bolu Gerede Organize Sanayi Bölgesi'nde bulunan Nova Orman Ürünleri San. Tic. A.Ş.'n de ThermoWood metoduna göre 212°C'de 1 ve 2 saat süreyle ısı işleme tabi tutulmuştur. Isıl işlem uygulaması ThermoWood kitabında [1] bahsedildiği şekilde uygulanmıştır. Isıl işlem görmüş ve görmemiş bütün test örnekleri ağırlığı değişmez hale gelinceye kadar iklimlendirme odasında bekletilmiştir (%50±5 bağıl nem ve 23±2°C'de) [21].

2.2.2. Renk Ölçümlerinin Belirlenmesi

ThermoWood metoduna göre 212°C'de 1 ve 2 saat süreyle ısı işlem görmüş ve görmemiş bütün deney örneklerine ait renk ölçümleri, ışık kaynağı D65, geometri ölçümü D/8° olarak kalibre edilen X-rite Ci62 Spectrophotometer ölçer cihazında yapılmıştır. CIEL* a* b* renk sisteminde, renklerdeki farklılıklar ve bunların yerleri L*, a*, b* renk koordinatlarına göre tespit edilmektedir. Burada, L* siyah-beyaz (siyah için L*= 0, beyaz için L*= 100) ekseninde, a* kırmızı-yeşil (pozitif değeri kırmızı, negatif değeri yeşil) ekseninde, b* ise sarı-mavi (pozitif değeri sarı, negatif değeri mavi) ekseninde bulunmaktadır [15]. Renk alanında L* koordinatı dikey (y) eksenini, a* koordinatı yatay (x) eksenini, b* koordinatı ise düşey (z) eksenini oluşturmaktadır. CIEL* a* b* renk sisteminde, iki renk arasındaki farkı hesaplamak için 1 nolu formül kullanılmaktadır [6].

Hata! Yer işareti tanımlanmamış.

$$\Delta E^* = \sqrt{[(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]}$$

$$\Delta L^* = L^* \text{ ısı işlem görmüş} - L^* \text{ referans,}$$

$$\Delta b^* = b^* \text{ ısı işlem görmüş} - b^* \text{ referans,}$$

$$\Delta a^* = a^* \text{ ısı işlem görmüş} - a^* \text{ referans}$$

2.2.3. Yüzey Parlaklık Ölçümlerinin Belirlenmesi

ThermoWood metoduna göre 212°C'de 1 ve 2 saat süreyle ısı işlem görmüş ve görmemiş bütün test örneklerinin parlaklık ölçümleri [8] TQC PolyGloss GL0030 cihazında yapılmıştır.

2.2.4. İstatistiksel Analiz

Bu çalışmada, istatistik analizlere ait hesaplamalar için SPSS 17 istatistik paket programından faydalanılmıştır.

3. Bulgular

3.1. Renk ve Parlaklık Ölçümlerinin Belirlenmesi

L*, a* ve b* değerleri için çoklu varyans analizi (ANOVA) yapılmış olup, sonuçları Tablo 1'de verilmiştir. Tablo 1' göre ağaç türü (A) ve ısı işlem (B) faktörleri ile bu faktörlerin karşılıklı etkileşimleri (AB) anlamlı bulunmuştur. L*, a* ve b* değerleri için ağaç türü – ısı işlem etkileşimine ait Duncan testi sonuçları Tablo 2'de gösterilmektedir. Tablo 2'ye göre L* değeri en yüksek üvez odununa ait kontrol örneklerinde, en düşük santos odununa ait 212°C'de 2 saat süre ile ısı işlem görmüş deney örneklerinde belirlenmiştir. Araştırmada, ısı işlem süresi arttıkça L* değerinin azaldığı görülmektedir. Mitani ve Barboutis [12] çalışmalarında, kayın odununa uygulamış oldukları ısı işlem uygulamaları sonrasında L* değerlerinin azaldığını bildirmişlerdir. Türkoğlu ve diğ. [16], ısı işlem görmüş ahşap malzemenin L* değerinde azalma olduğunu bildirmişlerdir. Yapılan başka bir araştırmada, kayın odununun 140°C, 170°C ve 200°C'de 2, 4 ve 8 saat süreyle ısı işlem görmesinden sonra tüm sıcaklıklar için L* değerinde bir azalma olduğu gözlenmiş olup, deney örneklerinin uygulanan ısı işlem muamelesi ile daha koyu halde olduğu bildirilmiştir [4]. *Robinia pseudoacacia* odunundan ekstrakte edilen fenolik bileşenler 24 saat süreyle 120°C ve 140°C'de atmosferik koşullar altında oksijen ve nitrojen ortamında ısı işlem görmüşlerdir. Yapılan ısı işlem sonrasında L* değerinin azaldığı belirlenmiştir [19]. a* değeri en yüksek gül ağacına ait kontrol örneklerinde, en düşük üvez odununa ait kontrol örneklerinde tespit edilmiştir. Belirlenen ölçümlerde b* değeri en yüksek üvez odununa ait kontrol örneklerinde görülürken, en düşük 212°C'de 1 saat süreyle ısı işlem görmüş santos odunu örneklerinde ortaya çıkmıştır. ThermoWood metoduna göre 212°C'de 1 ve 2 saat sürelerde ısı işlem görmüş afrosmosia, doussie, frake ve iroko ağaç türlerinde renk değerlerinin değiştiği belirlenmiştir [2]. De Moura ve diğ. [7] çalışmalarında; ısı işlem görmüş odunların, ısı işlem görmemiş odunlara kıyasla a* ve b* koordinat değerlerinde azalmaların olduğunu belirtmişlerdir. ΔE^* , ΔL^* , Δb^* ve Δa^* değerleri Tablo 3'de gösterilmektedir. Tablo 3' göre en yüksek ΔE^* değeri 212°C'de 2 saat süreyle ısı işlem uygulanmış üvez odununa ait

örneklerde, en düşük 212°C'de 1 saat süreyle ısıtılmış uygulanmış santos odununa ait deney örneklerinde belirlenmiştir. afrormosia, doussie, frake ve iroko ağaç türleri için uygulanan ThermoWood metoduna göre 212°C'de 1 ve 2 saat sürelerle ısıtılmış ısıtılmış süresinin artması ile ΔE^* değerlerinin arttığı tespit edilmiştir [2]. ThermoWood yöntemine göre 212°C'de 1.5 ve 2.5 saat süreyle ısıtılmış uygulanmış [9] ve ThermoWood yöntemine göre 190°C'de 1 ve 2 saat ile 212°C'de 1 ve 2 saat süreler ile ısıtılmış uygulanmış [3] yabancı kiraz odununda, ısıtılmış işlem süresi ve sıcaklığının artması ile ΔE^* değerlerinin arttığı bildirilmiştir. 100°C, 150°C, 200°C, 220°C, 240°C, 260°C ve 280°C'lerde 60 dakika süre ile ısıtılmış uygulanmış *Abies alba* L. odununda sıcaklığın artması ile toplam renk farkı değerlerinin arttığı bildirilmiştir [10]. ThermoWood ısıtılmış işlem metodu ile çalışan Gerede Nova Orman Ürünleri San. Tic. A.Ş.'de 190°C, 205°C ve 212°C sıcaklıklarda 2 saat süre ile ısıtılmış işlemler uygulanmış doğu ladini ve sakallı kızılbaş odunları için ısıtılmış işlem sıcaklığının artması ile rengin koyulaştığı bildirilmiştir [23]. *Robinia pseudoacacia* odunundan ekstrakte edilen fenolik bileşenler 24 saat süreyle 120°C ve 140°C'de atmosferik koşullar altında oksijen ve nitrojen ortamında ısıtılmış işlem görmüşlerdir. Uygulanan bu ısıtılmış işlemlerinden sonra ΔE^* değerlerinin arttığı bildirilmiştir [19]. Yapılan başka bir çalışmada ise; 90°C, 120°C, 150°C ve 180°C'de ısıtılmış işlem görmüş keyaki ve sugi odunlarında ΔE^* değerlerinin arttığı bildirilmiştir [11]. ThermoWood Kereste Üretim Fabrikasında 170, 180, 190°C, 200°C ve 212°C sıcaklıklarında 2 saat süre ile ısıtılmış işlem uygulanan doğu kayını ve Uludağ göknarı odunlarında ΔE^* değerlerinin arttığı görülmüştür [14]. Liflere dik parlaklık değerleri için çoklu varyans analizi (ANOVA) yapılmış olup, sonuçları Tablo 6'da verilmiştir. Tablo 6'ya göre ağaç türü (A) ve ısıtılmış işlem (B) faktörleri ile bu faktörlerin karşılıklı etkileşimleri (AB) anlamlı bulunmuştur. Yüzeye dik parlaklık değerleri için, ağaç türü - ısıtılmış işlem düzeyinde yapılan Duncan testi karşılaştırma sonuçları Tablo 5'de verilmiştir. Tablo 5'e göre, yüzeye 20° dik parlaklık değeri en yüksek üvez odununa ait kontrol örneklerinde, yüzeye 60° ve 85° dik en yüksek parlaklık değeri 212°C'de 1 saat süreyle ısıtılmış işlem görmüş gül

ağacı örneklerinde belirlenmiştir. Yüzeye 85°'de dik yönde yapılan parlaklık değeri en düşük santos odununa ait kontrol örneklerinde tespit edilmiştir. Yüzeye 60°'de yüzeye dik parlaklık değeri en düşük 212°C'de 2 saat süreyle ısıtılmış işlem görmüş santos ve gül ağacı odunlarına ait örneklerde ortaya çıkmıştır. Yüzeye 20° dik parlaklık değeri en düşük 212°C'de 2 saat süreyle ısıtılmış işlem görmüş santos ağacı odununa ait deney örneklerinde tespit edilmiştir. Bütün ağaç türlerinde ısıtılmış işlem sebebiyle yüzeye dik parlaklık değerlerinin değişiklik gösterdiği görülmektedir. Liflere paralel parlaklık değerleri için çoklu varyans analizi (ANOVA) belirlenmiş olup, bu sonuçlar Tablo 6'da verilmiştir. Tablo 6'ya göre ağaç türü (A) ve ısıtılmış işlem (B) faktörleri ile bu faktörlerin karşılıklı etkileşimleri (AB) anlamlı bulunmuştur. Yüzeye paralel parlaklık değerleri için, ağaç türü - ısıtılmış işlem düzeyinde yapılan Duncan testi karşılaştırma sonuçları Tablo 7'de verilmiştir. Tablo 7'ye göre, yüzeye 20° paralel en yüksek parlaklık değeri üvez odununa ait kontrol örneklerinde ortaya çıkmıştır. Yüzeye 60° ve 85°'lerde paralel parlaklık değeri en yüksek, 212°C'de 1 saat süreyle ısıtılmış işlem görmüş gül ağacı örneklerinde belirlenmiştir. Yüzeye 85°'de paralel parlaklık değeri en düşük 212°C'de 2 saat süreyle ısıtılmış işlem görmüş üvez odununa ait deney örneklerinde bulunmuştur. Yüzeye 20° ve 60°'lerde paralel parlaklık değeri en düşük 212°C'de 2 saat süreyle ısıtılmış işlem görmüş santos odununa ait deney örneklerinde elde edilmiştir. 20° paralel parlaklık değerinde ısıtılmış işlem süresi arttıkça ağaç türlerinde parlaklık değerlerinin azaldığı ve bütün ağaç türlerinde uygulanan ısıtılmış işlem sebebiyle yüzeye paralel parlaklık değerlerinin değişiklik gösterdiği tespit edilmiştir. ThermoWood metoduna göre 212°C'de 1 ve 2 saat sürelerle ısıtılmış işlem görmüş afrormosia, doussie, frake ve iroko ağaç türlerinde; 20°, 60° ve 85°'de yapılan yüzeye dik ve paralel parlaklık değerlerinin ısıtılmış işlem etkisiyle değiştiği bildirilmiştir [2]. ThermoWood yöntemine göre 212°C'de 1.5 ve 2.5 saat süreyle ısıtılmış işlem görmüş [9] ve ThermoWood yöntemine göre 190°C'de 1 ve 2 saat ile 212°C'de 1 ve 2 saat süreyle ısıtılmış işlem görmüş [3] yabancı kiraz odununda, sürenin ve sıcaklığın artması ile yapılmış olan 60°'de yüzeye dik ve paralel parlaklık değerinin azaldığı belirtilmiştir.

Tablo 1. L^* , a^* ve b^* ölçümlerine ilişkin varyans analizi sonuçları (*: Anlamlı $\alpha=0.05$ 'e göre)

Test	Varyasyon Kaynağı	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Ortalama Kare	F Değeri	P ($\alpha=0.05$)
Işıklılık (L^*) değeri	Ağaç Türü (A)	2173.430	2	1086.715	494.305	0.000*
	Isıtılmış işlem (B)	4969.498	2	2484.749	1130.218	0.000*
	Etkileşim (AB)	1160.071	4	290.018	131.918	0.000*
	Hata	178.076	81	2.198		
	Toplam	167105.864	90			
Kırmızı renk (a^*) tonu	Ağaç Türü (A)	93.065	2	46.532	108.036	0.000*
	Isıtılmış işlem (B)	3.548	2	1.774	4.119	0.020*
	Etkileşim (AB)	144.609	4	36.152	83.936	0.000*
	Hata	34.888	81	0.431		
	Toplam	8776.638	90			
Sarı renk (b^*) tonu	Ağaç Türü (A)	699.200	2	349.600	179.214	0.000*
	Isıtılmış işlem (B)	273.239	2	136.620	70.035	0.000*
	Etkileşim (AB)	35.841	4	8.960	4.593	0.002*
	Hata	158.010	81	1.951		
	Toplam	20924.908	90			

Tablo 2. Işıklılık (L^*), kırmızı renk (a^*) tonu ve sarı renk (b^*) tonu değerleri için Duncan testi sonuçları

Test	Ağaç Türü	Isıl işlem	N	Aritmetik Ortalama	HG	Standart Sapma	Minimum	Maksimum
Işıklılık (L^*) değeri	Santos (<i>Myroxylon balsamum</i>)	Kontrol	10	43.98	C	3.45	37.71	46.85
		212°C – 1 saat	10	34.09	F	0.34	33.63	34.67
		212°C – 2 saat	10	33.46	F	0.69	32.52	34.29
	Gül ağacı (<i>Dalbergia nigra</i>)	Kontrol	10	47.05	B	1.35	44.64	48.84
		212°C – 1 saat	10	36.83	E	0.57	35.67	37.44
		212°C – 2 saat	10	36.23	E	1.63	32.61	37.96
	Üvez (<i>Sorbus L.</i>)	Kontrol	10	66.41	A*	1.47	64.55	69.03
		212°C – 1 saat	10	40.52	D	0.46	39.96	41.25
		212°C – 2 saat	10	39.28	D	0.39	38.74	39.80
Kırmızı renk (a^*) tonu	Santos (<i>Myroxylon balsamum</i>)	Kontrol	10	9.62	C	1.61	6.82	10.89
		212°C – 1 saat	10	7.98	D	0.28	7.36	8.32
		212°C – 2 saat	10	8.34	D	0.63	7.00	9.10
	Gül ağacı (<i>Dalbergia nigra</i>)	Kontrol	10	13.11	A*	0.56	12.48	13.83
		212°C – 1 saat	10	10.39	B	0.18	10.06	10.75
		212°C – 2 saat	10	9.76	C	0.54	9.20	10.54
	Üvez (<i>Sorbus L.</i>)	Kontrol	10	7.26	E	0.27	6.99	7.67
		212°C – 1 saat	10	10.40	B	0.22	10.02	10.71
		212°C – 2 saat	10	10.59	B	0.21	10.15	10.80
Sarı renk (b^*) tonu	Santos (<i>Myroxylon balsamum</i>)	Kontrol	10	13.94	C	3.42	7.98	16.76
		212°C – 1 saat	10	10.29	E	0.63	8.85	11.04
		212°C – 2 saat	10	11.82	D	1.30	9.37	13.33
	Gül ağacı (<i>Dalbergia nigra</i>)	Kontrol	10	17.35	B	0.83	15.44	18.37
		212°C – 1 saat	10	12.11	D	0.27	11.73	12.49
		212°C – 2 saat	10	11.99	D	1.51	9.00	13.89
	Üvez (<i>Sorbus L.</i>)	Kontrol	10	20.52	A*	0.55	19.92	21.46
		212°C – 1 saat	10	17.77	B	0.52	16.93	18.34
		212°C – 2 saat	10	17.57	B	0.38	16.80	18.07

HG: Homojenlik Grubu, N: Ölçüm sayısı, *: En yüksek değeri ifade etmektedir.

Tablo 3. ΔE^* , ΔL^* , Δb^* ve Δa^* değerleri

Ağaç Türü	Isıl işlem	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔE^*
Santos (<i>Myroxylon balsamum</i>)	212°C – 1 saat	-9.98	-1.64	-3.65	10.75
	212°C – 2 saat	-10.52	-1.28	-2.12	10.81
Gül ağacı (<i>Dalbergia nigra</i>)	212°C – 1 saat	-10.22	-2.72	-5.24	11.80
	212°C – 2 saat	-10.82	-3.35	-5.36	12.53
Üvez (<i>Sorbus L.</i>)	212°C – 1 saat	-25.89	3.14	-2.75	26.22
	212°C – 2 saat	-27.13	3.33	-2.95	27.49

Tablo 4. Liflere dik parlaklık ölçümlerine ilişkin varyans analizi sonuçları (*: Anlamlı $\alpha=0.05$ 'e göre)

Test	Varyasyon Kaynağı	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Ortalama Kare	F Değeri	P ($\alpha=0.05$)
1.20°	Ağaç Türü (A)	3.618	2	1.809	160.492	0.000*
	Isıl işlem (B)	2.893	2	1.446	128.317	0.000*
	Etkileşim (AB)	2.537	4	0.634	56.277	0.000*
	Hata	0.913	81	0.011		
	Toplam	79.130	90			
1.60°	Ağaç Türü (A)	14.443	2	7.221	56.045	0.000*
	Isıl işlem (B)	29.114	2	14.557	112.973	0.000*
	Etkileşim (AB)	9.831	4	2.458	19.074	0.000*
	Hata	10.437	81	0.129		
	Toplam	723.710	90			
1.85°	Ağaç Türü (A)	22.444	2	11.222	50.168	0.000*
	Isıl işlem (B)	28.214	2	14.107	63.065	0.000*
	Etkileşim (AB)	22.799	4	5.700	25.481	0.000*
	Hata	18.119	81	0.224		
	Toplam	753.630	90			

Tablo 5. 20°, 60° ve 85°de yüzeye dik parlaklık (L) değerleri için Duncan testi sonuçları

Test	Ağaç Türü	Isıl işlem	N	Aritmetik Ortalama	HG	Standart Sapma	Minimum	Maksimum
120°	Santos (<i>Myroxylon balsamum</i>)	Kontrol	10	0.82	CD	0.04	0.80	0.90
		212°C – 1 saat	10	0.60	F	0.05	0.50	0.70
		212°C – 2 saat	10	0.58	F	0.10	0.40	0.70
	Gül ağacı (<i>Dalbergia nigra</i>)	Kontrol	10	0.83	CD	0.19	0.60	1.20
		212°C – 1 saat	10	0.91	BC	0.12	0.70	1.10
		212°C – 2 saat	10	0.71	E	0.07	0.60	0.80
	Üvez (<i>Sorbus L.</i>)	Kontrol	10	1.71	A*	0.10	1.60	1.90
		212°C – 1 saat	10	0.94	B	0.11	0.80	1.10
		212°C – 2 saat	10	0.79	DE	0.10	0.70	1.00
160°	Santos (<i>Myroxylon balsamum</i>)	Kontrol	10	2.08	D	0.27	1.80	2.50
		212°C – 1 saat	10	2.55	C	0.38	1.90	3.10
		212°C – 2 saat	10	1.91	D	0.49	1.20	2.60
	Gül ağacı (<i>Dalbergia nigra</i>)	Kontrol	10	3.30	B	0.27	2.70	3.60
		212°C – 1 saat	10	4.24	A*	0.33	3.60	4.80
		212°C – 2 saat	10	1.91	D	0.36	1.40	2.50
	Üvez (<i>Sorbus L.</i>)	Kontrol	10	3.24	B	0.36	2.90	4.00
		212°C – 1 saat	10	3.13	B	0.49	2.40	4.00
		212°C – 2 saat	10	2.01	D	0.13	1.90	2.30
185°	Santos (<i>Myroxylon balsamum</i>)	Kontrol	10	1.70	E	0.37	1.20	2.30
		212°C – 1 saat	10	3.42	B	0.58	2.60	4.30
		212°C – 2 saat	10	2.48	CD	0.52	1.60	3.20
	Gül ağacı (<i>Dalbergia nigra</i>)	Kontrol	10	4.04	A	0.94	2.60	5.30
		212°C – 1 saat	10	4.21	A*	0.24	4.00	4.60
		212°C – 2 saat	10	1.93	E	0.30	1.60	2.50
	Üvez (<i>Sorbus L.</i>)	Kontrol	10	2.09	DE	0.19	1.80	2.50
		212°C – 1 saat	10	2.70	C	0.38	2.30	3.40
		212°C – 2 saat	10	1.84	E	0.24	1.50	2.20

HG: Homojenlik Grubu, N: Ölçüm sayısı, *: En yüksek değeri ifade etmektedir.

Tablo 6. Liflere paralel parlaklık ölçümlerine ilişkin varyans analizi sonuçları (*: Anlamlı $\alpha=0.05$ 'e göre)

Test	Varyasyon Kaynağı	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Ortalama Kare	F Değeri	P ($\alpha=0.05$)
//20°	Ağaç Türü (A)	2.022	2	1.011	244.478	0.000*
	Isıl işlem (B)	3.994	2	1.997	482.803	0.000*
	Etkileşim (AB)	2.066	4	0.516	124.872	0.000*
	Hata	0.335	81	0.004		
	Toplam	54.070	90			
//60°	Ağaç Türü (A)	36.731	2	18.365	40.454	0.000*
	Isıl işlem (B)	50.051	2	25.025	55.124	0.000*
	Etkileşim (AB)	30.496	4	7.624	16.794	0.000*
	Hata	36.773	81	0.454		
	Toplam	1004.750	90			
//85°	Ağaç Türü (A)	230.323	2	115.161	34.018	0.000*
	Isıl işlem (B)	774.933	2	387.466	114.456	0.000*
	Etkileşim (AB)	285.997	4	71.499	21.121	0.000*
	Hata	274.209	81	3.385		
	Toplam	5879.390	90			

Tablo 7. 20°, 60° ve 85°'de yüzeye paralel parlaklık (//) değerleri için Duncan testi sonuçları

Test	Ağaç Türü	Isıl işlem	N	Aritmetik Ortalama	HG	Standart Sapma	Minimum	Maksimum
//20°	Santos (<i>Myroxylon balsamum</i>)	Kontrol	10	0.67	D	0.07	0.50	0.70
		212°C – 1 saat	10	0.47	F	0.05	0.40	0.50
		212°C – 2 saat	10	0.43	F	0.05	0.40	0.50
	Gül ağacı (<i>Dalbergia nigra</i>)	Kontrol	10	0.85	B	0.08	0.80	1.00
		212°C – 1 saat	10	0.76	C	0.10	0.60	0.90
		212°C – 2 saat	10	0.56	E	0.05	0.50	0.60
	Üvez (<i>Sorbus L.</i>)	Kontrol	10	1.47	A*	0.08	1.40	1.60
		212°C – 1 saat	10	0.71	CD	0.03	0.70	0.80
		212°C – 2 saat	10	0.49	F	0.03	0.40	0.50
//60°	Santos (<i>Myroxylon balsamum</i>)	Kontrol	10	2.62	DE	0.38	2.10	3.30
		212°C – 1 saat	10	2.29	EF	0.30	2.00	2.80
		212°C – 2 saat	10	1.84	F	0.45	1.30	2.60
	Gül ağacı (<i>Dalbergia nigra</i>)	Kontrol	10	3.01	CD	1.30	1.00	4.60
		212°C – 1 saat	10	5.68	A*	0.99	4.30	6.90
		212°C – 2 saat	10	2.73	DE	0.76	1.20	3.70
	Üvez (<i>Sorbus L.</i>)	Kontrol	10	3.60	BC	0.25	3.30	4.10
		212°C – 1 saat	10	3.99	B	0.55	2.90	4.90
		212°C – 2 saat	10	1.91	F	0.19	1.80	2.40
//85°	Santos (<i>Myroxylon balsamum</i>)	Kontrol	10	5.95	C	2.08	3.50	9.20
		212°C – 1 saat	10	6.13	C	1.38	4.40	8.90
		212°C – 2 saat	10	4.31	C	1.89	2.00	7.50
	Gül ağacı (<i>Dalbergia nigra</i>)	Kontrol	10	6.02	C	1.76	2.80	7.70
		212°C – 1 saat	10	15.61	A*	2.55	12.10	19.80
		212°C – 2 saat	10	5.82	C	2.71	1.30	10.20
	Üvez (<i>Sorbus L.</i>)	Kontrol	10	4.70	C	0.91	3.30	6.70
		212°C – 1 saat	10	11.26	B	1.69	7.40	13.50
		212°C – 2 saat	10	2.51	D	0.13	2.30	2.70

HG: Homojenlik Grubu, N: Ölçüm sayısı, *: En yüksek değeri ifade etmektedir.

4. Sonuç

Bu çalışmada; ThermoWood metoduna göre 212°C'de 1 ve 2 saat süreyle ısıtılmış santos, gül ağacı ve üvez odunlarına ait deney örneklerinin renk ve parlaklık değerleri tespit edilmiştir. Farklı ağaç türlerine uygulanmış 212°C'de 1 ve 2 saat süreyle ısıtılmış örneklerin; renk ve parlaklık özellikleri üzerinde, ağaç türü, ısıtılma işlemi ve etkileşimlerinin önemli olduğu belirlenmiştir. Yapılan diğer çalışmalarda, ahşap malzemelere uygulanan ısıtılma işlemi sonrasında L^* , a^* , b^* ve yüzeye dik ve paralel parlaklık değerlerinin değişiklik gösterdiği belirlenmiştir. Sonuç olarak, çalışmada kullanılan ağaç türleri için, ΔE^* değerinin yüksek çıkması istenilen durumlarda üvez odununun 212°C'de 2 saat süreyle ısıtılma işlemi uygulanması, düşük çıkması istenilen durumlarda ise santos odununun 212°C'de 1 saat süreyle ısıtılma işlemi uygulanması önerilmektedir.

Kaynaklar

- [1]Anonim, ThermoWood Handbook, Finish ThermoWood Association, Helsinki-Finland, 2003.
- [2]Ayata, U., Gurleyen, L., Esteves, B., Effect of heat treatment on the surface of selected exotic wood species, *Drewno*, Vol 60, No 199, pp. 105-116, 2017.
- [3]Aytin, A., Korkut, S., Cakicier, N. (2015) Effect of heat treatment with ThermoWood method on some surface characteristic of wild cherry wood, 3. Ulusal Mobilya Kongresi (UMK-2015), 10-12 Nisan 2015, Konya, Turkey, pp.539-554.
- [4]Baysal, E., Kart, S., Toker, H., and Degirmentepe, S., Some physical characteristics of thermally modified oriental-beech wood, *Maderas. Ciencia y tecnologia*, Vol 16, No 3, pp. 291-298, 2014.
- [5]Chen, Y., Fan, Y., Gao, J., and Stark, N.M., The effect of heat treatment on the chemical and color

change of black locust (*Robinia pseudoacacia*) wood flour, *BioResources*, Vol 7, No 1, pp. 1157-1170, 2012.

- [6]Çağlar, A., ve Yamanel, K., Diş renginin belirlenmesinde kullanılan yöntemler, *ADO Klinik Bilimler Dergisi*, Vol 2, No 1, pp. 49-54, 2007.
- [7]De Moura, L.F., Dos Santos, D.V.B., and Brito, J.O., Effect of heat treatment on color, weight loss, specific gravity and equilibrium moisture content of two low market valued tropical woods, *Wood Research*, Vol 59, No 2, pp. 253-264, 2014.
- [8]ISO 2813, Paint sand varnishes - Determination of specular gloss of non-metallic paint films at 20 degrees, 60 degrees and 85 degrees, International Organization for Standardization, 1994.
- [9]Korkut, D.S., Hiziroglu, S., Aytin, A. Effect of heat treatment on surface characteristics of wild cherry wood, *BioResources*, Vol.8, no.2, pp.1582-1590, 2013.
- [10]Kučerová, V., Lagaňa, R., Výbohová, E., and Hýrošová, T., The effect of chemical changes during heat treatment on the color and mechanical properties of fir wood, *BioResources* 11(4), pp. 9079-9094, 2016.
- [11]Matsuo, M., Umemura, K., Kawai S., Kinetic analysis of color changes in keyaki (*Zelkova serrata*) and sugi (*Cryptomeria japonica*) wood during heat treatment, *J Wood Sci*, Vol 60, pp. 12–20, 2014.
- [12]Mitani, A., and Barboutis, I., Changes caused by heat treatment in color and dimensional stability of beech (*Fagus sylvatica L.*) wood, *Drvna Industrija*, Vol 65, No 3, pp. 225-232, 2014.
- [13]Oliveira, R.M., Brisolari, A., Sales, A., Gonçalves, D., Wettability, shrinkage and color changes of *Araucaria angustifolia* after heating treatment, *Materials Research*, Vol 13, No 3, pp. 351-354, 2010.
- [14]Sefil, Y., ThermoWood yöntemiyle ısıtılma işlemi uygulanmış göknar ve kayın odunlarının fiziksel ve mekanik özellikleri, Karabük Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Mobilya ve Dekorasyon Eğitimi Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Karabük, Türkiye, 2010.

- [15]Söğütü, C., ve Sönmez, A., Değişik koruyucular ile işlem görmüş bazı yerli ağaçlarda UV ışınlarının renk değiştirici etkisi, Gazi Üniversitesi Müh. Mimarlık Fak. Dergisi, Vol 21, No 1, pp. 151-159, 2006.
- [16]Turkoglu, T., Toker, H., Baysal, E., Kart, S., Yuksel, M., and Ergun, M.E., Some surface properties of heat treated and natural weathered oriental beech, Wood Research, Vol 60, No 6, pp. 881-890, 2015.
- [17]Tuong, V.M., and Li, J., Effect of heat treatment on the change in color and dimensional stability of acacia hybrid wood, BioResources, Vol 5, no 2, pp. 1257-1267, 2010.
- [18]Yixing, L., Jian, L., Jinman, W., Jinsong, Y., The effect of heat treatment on different species wood colour, J. Northeast For. Univ. Vol 5, no 4, pp. 73-78, 1994.
- [19]Wei, Y., Wang, M., Zhang, P., Chen, Y., Gao, J., and Fan, Y., The role of phenolic extractives in color changes of locust wood (*Robinia pseudoacacia*) during heat treatment, *BioResources*, Vol 12, No 4, pp. 7041-7055, 2017.
- [20]Hillis, W. E., The role of wood characteristics in high temperature drying, Journal Industrial Wood Science, Vol 7, No 2, pp. 60-67, 1975.
- [21]TS 642 ISO 554, Kondisyonlama ve /veya Deney İçin Standart Atmosferler-Özellikler, T.S.E., Ankara, 1997.
- [22]Choi, S.Z. and Mukai, H.N., Effect of thermal degradation of cellulose on wood polymer bonding, Wood Science, Vol 4, No 4, pp. 202-208, 1972.
- [23]Çalıova, Z., Kızılağaç ve doğu ladini odunlarının bazı fiziksel ve mekanik özellikleri üzerine ısı işleminin etkisi, Karabük Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Mobilya ve Dekorasyon Eğitimi Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Karabük, Türkiye, 2011.

THE DETERMINATION OF COLOUR AND GLOSSINESS VALUES ON THE PARQUETS THAT UNDERWENT SINGLE AND DOUBLE LAYERED UV VARNISHING SYSTEM TREATMENT

TEK VE ÇİFT KAT UV VERNİK SİSTEMİ UYGULANMIŞ PARKELERDE RENK VE PARLAKLIK DEĞERLERİNİN BELİRLENMESİ

Tuğba Gürleyen^a, Ümit Ayata^b, Levent Gürleyen^c, Bruno Esteves^d, Hüseyin Sivrikaya^e, Ahmet Can^e

^aDüzce Üniversitesi, Düzce Meslek Yüksekokulu, Malzeme ve Malzeme İşleme Teknolojileri Bölümü, Mobilya ve Dekorasyon Programı, Düzce, Türkiye, E-posta: tugbagurleyen@duzce.edu.tr

^bAtatürk Üniversitesi, Oltu Meslek Yüksekokulu, Ormanlık ve Orman Ürünleri Programı, Oltu, Erzurum, Türkiye, E-posta: umitayata@atauni.edu.tr

^cYığılca Çok Programlı Anadolu Lisesi, Yığılca, Düzce, Türkiye, E-posta: lgurleyen@hotmail.com

^dSuperior School of Technology Polytechnic Institute of Viseu, Viseu, Portugal, E-posta: bruno@demad.estv.ipv.pt

^eBartın Üniversitesi, Orman Fakültesi, Orman Endüstri Mühendisliği Bölümü, Bartın, Türkiye, E-posta: h_sivrikaya@yahoo.com, E-posta: 6116acan@gmail.com

Özet

Bu çalışmada, limba, sapelli, kestane ve iroko odunlarından üretilen farklı vernik katmanlarına göre UV vernik uygulanmış parkeler üzerinde; renk ve parlaklık değerlerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, elde edilen farklı katmanlardaki deney örnekleri üzerinde renk ve parlaklık ölçümleri belirlenmiştir. Bu sonuçlara göre, en yüksek toplam renk farkı (ΔE^*) değeri tek kat UV vernik uygulanmış iroko örneklerinde, en yüksek yüzeye dik ve paralel parlaklık değeri çift kat UV vernik uygulanmış limba örneklerinde, en yüksek ışıklılık (L^*) değeri limba odununun kontrol örneklerinde, en yüksek kırmızı renk (a^*) değeri çift kat UV vernik uygulanmış sapelli örneklerinde ve en yüksek sarı renk (b^*) değeri ise tek kat UV vernik uygulanmış iroko örneklerinde tespit edilmiştir. Ahşap malzemelerin anatomik yapılarından ötürü UV sistem vernik uygulaması sonrasında toplam renk farkı (ΔE^*) değerlerinin farklı çıktığı tespit edilmiştir. Sonuç olarak; parlaklık derecesinin çift kat UV vernik uygulanmış limba odununda, toplam renk farkının ise tek kat uygulanmış iroko odununda yüksek çıktığı ortaya çıkmıştır.

Anahtar kelimeler: Parke, UV vernik sistemi, Renk, Parlaklık

Abstract

In this study the determination of the color and glossiness values on the parquets which underwent a UV varnishing treatment according to different varnish layers that are produced from, limba, sapelli, chestnut and iroko was aimed. As a result of this; the color and glossiness values were determined on the derived samples which had different layers. Taking all these results into consideration the highest total color difference value (ΔE^*) was determined to be on iroko samples which underwent a single layer UV varnishing treatment, the highest perpendicular and parallel to grains glossiness value was determined to be on limba

samples which underwent double layer UV varnishing treatment, the highest lightness value (L^*) was determined to be on the control samples of limba wood, the highest red color (a^*) was determined to be on sapelli samples which underwent double layer UV varnishing treatment and the highest yellow color (b^*) was determined to be on iroko samples which underwent a single layer UV varnishing treatment. In view of their anatomical structures, the wooden materials were detected to have different total color difference (ΔE^*) values after UV system varnish application. As a consequence; the glossiness level was detected to be higher on limba wood on which double-coated UV varnish was applied, whereas the total color difference (ΔE^*) was detected to be higher on iroko wood on which one-coat UV varnish was applied.

Keywords: Parquet, UV varnish system, Color, Glossiness

1. Giriş

Lamine parke; tutkallanarak bir araya getirilmiş masif ahşaptan bir üst tabaka ve ahşap veya ahşap esaslı malzemelerden yapılmış ilave tabakalardan oluşan çok tabakalı döşeme kaplamasıdır [1, 2]. Lamine parkelerde üst yüzey, genellikle akrilik veya poliüretan verniklerle 5 - 7 kat kaplanarak UV sistem ile kurutulmaktadır. Vernikli olarak piyasaya sürülen parkelerin üst yüzeyinde zamanla oluşan bozulmalar, vernik katmanı sistire ile kazınıp yüzeyi verniklenerek onarılabilmektedir [4]. Üst katmanda; 1-5 mm kalınlığında lif yönü parke uzun kenarına paralel olan, sert odunlu ağaçlardan (dişbudak, kayın, meşe, ceviz, akşaağaç, bubinga, iroko, doussie, merbau, sapelli vb.) elde edilen kaplamalar kullanılmaktadır. Kaplama tek parça olarak kullanılabilirdiği gibi, 2 veya 3 parça kaplamanın yan yana eklenmesi ile de oluşturulabilmektedir [3]. Parkeler üzerine bazı araştırmacılar tarafından çeşitli araştırmalar yapılmıştır [12, 13]. Bu çalışmada, limba, sapelli, kestane ve iroko

odunları kullanılarak, tek ve çift kat UV vernik sistemi uygulaması ile elde edilen parkelerin renk değerleri (L^* , a^* , b^* , ΔE^* , ΔL^* , Δb^* ve Δa^*) ile yüzeye dik ve paralel parlaklık değerleri araştırılmıştır.

2. MATERYAL VE METOT

2.1. Materyal

Bu çalışmada, UV vernik sistemi ile parke üretiminde; limba (*Terminalia superba*), sapelli (*Entandrophragma cylindrosum*), kestane (*Castanea sativa* Mill.) ve iroko (*Chlorophora excelsa*) odunları tercih edilmiştir. Çalışmada kullanılan ağaç türleri; Düzce'de bulunan Arın Orman Ürünleri A.Ş.'den rastgele seçim yöntemine göre 110x12x2 cm boyutlarında olacak şekilde temin edilmiştir. Ağaç malzemeler budaksız, ardaksız, büyüme kusurları bulunmayan, düzgün lifli ve dış odun kısımlardan elde edilmiştir. Çalışmada, tek ve çift kat UV vernik parke uygulama işlemleri, Düzce İl'inde faaliyet gösteren KPS Fabrikası'nda yapılmıştır. Fabrikada iki tip üretim metodu bulunmakta olup bunlar tek ve çift kat UV vernik parke uygulaması şeklindedir. Bu iki tip uygulama hakkında bilgi Tablo 1'de verilmiştir. Uygulamalarda kullanılan kimyasallar (A43-0646 - PA UV dolgu vernik ile N93 seri - nanolacke UV son kat vernik) hakkındaki teknik bilgiler ise Tablo 2'de gösterilmiştir. Test örnekleri ağırlığı değişmez hale gelinceye kadar bir iklimlendirme odasında bekletilmiştir (%50±5 bağıl nem ve 23±2°C) [15].

Tablo 1. Tek ve çift kat UV vernik sistemi parke uygulaması

İşlemler	Tek Kat Vernik Uygulama
Kalibre zımpara (3 silindir)	80 – 120 – 220 kum
1. kat dolgu	50 gr/m ²
UV Lamba kurutma	2X80 W civalı
2. Kat dolgu	-
UV Lamba kurutma	-
Zımpara (2 silindir)	280 - 320 kum
Son kat vernik	7.5 gr/m ²
UV Lamba kurutma	2X80 W civalı
Son kat vernik	7.5 gr/m ²
UV Lamba kurutma	400 W civalı
İşlemler	Çift Kat Vernik Uygulama
Kalibre zımpara (3 silindir)	80 – 120 – 220 kum
1. kat dolgu	35 gr/m ²
UV Lamba kurutma	2X80 W civalı
2. Kat dolgu	35 gr/m ²
UV Lamba kurutma	400 W civalı
Zımpara (2 silindir)	280 - 320 kum
Son kat vernik	7.5 gr/m ²
UV Lamba kurutma	2X80 W civalı
Son kat vernik	7.5 gr/m ²
UV Lamba kurutma	400 W civalı
Vernik hattı sevk hızı 10 m/dk	

Tablo 2. Tek ve çift kat UV parke verniklerinin özellikleri

A43-0646 - PA UV dolgu vernik [5]
Renk: Şeffaf
Tanım: Epoksi akrilik reçine esaslı, ultraviyole ışın kürlenmeli dolgu verniğidir.
Uygulama Alanı: Masif parke, sunta ve MDF yüzeylere uygulanmak üzere formüle edilmiştir.
Fiziksel Özellikler: Yoğunluk (20°C, gr/cm ³) 1.15-1.20
Katı Madde: (Ağırlıkça, %) 95-97
N93 Seri - nanolacke UV son kat vernik [6]

Renk: Şeffaf
Tanım: Poliakrilik reçine esaslı, nano mineral içeren, çizilmez, nanokompozit ultra viyole kürlenmeli (UV) verniktir.
Uygulama Alanı: Masif parke, sunta, MDF ahşap yüzeylere uygulanır.
Fiziksel Özellikler: Yoğunluk (20°C, gr/cm ³) 1.09-1.15
Katı Madde: (Ağırlıkça, %) 95-100

2.2. Metot

2.2.1. Renk Ölçümlerinin Belirlenmesi

Tek ve çift kat UV vernik sistemi uygulanmış parkelerin renk ölçümleri, ışık kaynağı D65, geometri ölçümü D/8° olarak kalibre edilen Datacolor 110 Spectrophotometer (Datacolor, 288 Shenpu Road, Suzhou Industrial Park, Suzhou, China) ölçer cihazında yapılmıştır. 1976 yılında Uluslararası Aydınlatma Komisyonu (Commission Internationale de l'Eclairage (CIE)) tarafından CIELAB renk aralığı tanımlanmıştır. Bu sistemde renk, 3 boyut içinde bir nokta olarak temsil edilmektedir [7]. CIEL* a^* b^* renk sisteminde, renklerdeki farklılıklar ve bunların yerleri L^* , a^* , b^* renk koordinatlarına göre tespit edilmektedir. Burada, L^* siyah-beyaz (siyah için $L^*= 0$, beyaz için $L^*= 100$) ekseninde, a^* kırmızı-yeşil (pozitif değeri kırmızı, negatif değeri yeşil) ekseninde, b^* ise sarı-mavi (pozitif değeri sarı, negatif değeri mavi) ekseninde yer almaktadır [8]. Şekil 1.'de verilmiş olan renk alanında L^* koordinatı dikey (y) eksenini, a^* koordinatı yatay (x) eksenini, b^* koordinatı ise düşey (z) eksenini oluşturmaktadır. CIEL* a^* b^* renk sisteminde, iki renk arasındaki farkı hesaplamak için aşağıda verilen (1 nolu) formül kullanılmaktadır [7].

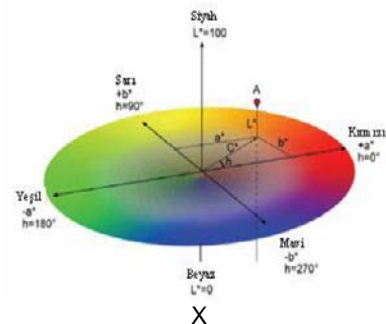
$$\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad (1)$$

$$\Delta L^* = L^*_{\text{tek ve çift katman sayısı}} - L^*_{\text{referans}}, \quad (2)$$

$$\Delta b^* = b^*_{\text{tek ve çift katman sayısı}} - b^*_{\text{referans}}, \quad (3)$$

$$\Delta a^* = a^*_{\text{tek ve çift katman sayısı}} - a^*_{\text{referans}}, \quad (4)$$

olarak hesaplanmıştır. ΔE^* 'nin düşük değerde olması, rengin değişmediğini ya da çok az değişim olduğunu göstermektedir [8]. CIEL*, a^* , b^* renk alanı Şekil 1.'de gösterilmiştir. Renk ölçümlerinin belirlenmesinde, 10x12x2 cm boyutlarında deney örnekleri kesilmiştir. Her bir grup için toplam 20 ölçüm alınmıştır.



Şekil 1. Üç boyutlu CIE L^* , a^* , b^* renk bölgeleri [9]

2.2.2. Yüzey Parlaklık Ölçümlerinin Belirlenmesi

Tek ve çift kat UV vernik sistemi uygulanmış parkelerin parlaklık ölçümleri ISO 2813'de [10] belirtilen esaslar çerçevesinde 60°'lik olarak Picogloss 562 MC (Hemer, Germany) marka parlaklık ölçme cihazı (Gloss-metre) ile yapılmıştır. Ölçümler, her bir yüzey için liflere paralel ve dik parlaklık ölçümü olacak şekilde tek ve çift kat UV vernik uygulanmış bütün örnekler üzerinden ölçüm alınarak bu değerlerin aritmetik ortalamaları için ayrı ayrı yapılmıştır. Liflere dik ve paralel yüzeye parlaklık

ölçümlerinin belirlenmesi işleminde, deney örnekleri 10x12x2 cm boyutlarında kesilmiştir. Her bir grup için toplam olarak 20 ölçüm alınmıştır.

2.2.3. İstatistiksel Analiz

Bu çalışmada, SPSS 17 istatistik paket programı kullanılmıştır.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Renk ve Parlaklık Ölçümlerinin Belirlenmesi

L^* , a^* , b^* , liflere dik parlaklık ve liflere paralel parlaklık değerleri için çoklu varyans analizi (ANOVA) yapılmış ve sonuçları Tablo 3'de verilmiştir. Tablo 3'e göre bütün testlerde ağaç türü, vernik katman sayısı faktörleri ve bu faktörlerin karşılıklı etkileşimleri anlamlı çıkmıştır ($\alpha=0.05$). L^* , a^* ve b^* değerleri için karşılaştırmaların sonuçlarını topluca görmek amacıyla, ağaç türü - katman sayısı etkileşimi düzeyinde yapılan Duncan testi karşılaştırma sonuçları Tablo 4'de verilmiştir. Tablo 4'e göre, ağaç türü - katman sayısı etkileşimi düzeyinde; L^* değeri en yüksek değer, limba odunu

kontrol örneklerinde, en düşük değer sapelli odunu örneklerinde elde edilmiş olup, en yüksek a^* değeri çift kat UV vernik uygulanmış sapelli örneklerinde, en düşük değer ise limba kontrol örneklerinde belirlenmiştir. Ölçümlerde en yüksek b^* değeri tek kat UV vernik uygulanmış iroko örneklerinde, en düşük değer sapelli odunu kontrol örneklerinde elde edilmiştir. Yüze dik ve paralel parlaklık değerleri karşılaştırmaların sonuçlarını topluca görmek amacıyla, ağaç türü - katman sayısı etkileşimi düzeyinde yapılan Duncan testi karşılaştırma sonuçları Tablo 5'de verilmiştir. Tablo 5'e göre ağaç türü - katman sayısı etkileşimi düzeyinde yüzeye dik ve paralel parlaklık değeri en yüksek, çift kat UV vernik uygulanmış limba odunu örneklerinde, en düşük yüzeye dik parlaklık değeri sapelli kontrol örneklerinde, en düşük yüzeye paralel parlaklık değeri ise iroko odunu kontrol örneklerinde elde edilmiştir. Metot kısmında belirtilen toplam renk (ΔE^*) değerine ait formül kullanılarak elde edilen ΔE^* , ΔL^* , Δb^* ve Δa^* değerleri Tablo 6'da gösterilmektedir. Tablo 6'ya göre en yüksek ΔE^* değeri tek kat UV vernik uygulanmış iroko örneklerinde, en düşük ΔE^* değeri ise tek kat UV vernik uygulanmış kestane odunu örneklerinde tespit edilmiştir.

Tablo 3. Ağaç türü ve vernik katman sayısının L^* , a^* , b^* , liflere dik parlaklık ve liflere paralel parlaklık değerleri etkisine ilişkin varyans analizi sonuçları

Test	Varyasyon Kaynağı	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kare	F Değeri	P $\alpha=0.05$
Işıklılık (L^*) değeri	Ağaç Türü (A)	3	44745.978	14915.326	17926.773	0.000*
	Katman Sayısı (B)	2	3723.059	1861.529	2237.378	0.000*
	Etkileşim (AB)	6	1657.163	276.194	331.958	0.000*
	Hata	228	189.699	0.832		
	Toplam	239	50315.899			
Kırmızı renk (a^*) değeri	Ağaç Türü (A)	3	4882.514	1627.505	18484.894	0.000*
	Katman Sayısı (B)	2	522.158	261.079	2965.288	0.000*
	Etkileşim (AB)	6	181.974	30.329	344.470	0.000*
	Hata	228	20.074	0.088		
	Toplam	239	5606.720			
Sarı renk (b^*) değeri	Ağaç Türü (A)	3	1511.525	503.842	1165.294	0.000*
	Katman Sayısı (B)	2	1979.149	989.574	2288.706	0.000*
	Etkileşim (AB)	6	370.241	61.707	142.717	0.000*
	Hata	228	98.581	0.432		
	Toplam	239	3959.496			
Liflere Dik Parlaklık	Ağaç Türü (A)	3	92.913	30.971	115.714	0.000*
	Katman Sayısı (B)	2	14498.711	7249.355	27085.072	0.000*
	Etkileşim (AB)	6	90.901	15.150	56.604	0.000*
	Hata	228	61.025	0.268		
	Toplam	239	14743.549			
Liflere Paralel Parlaklık	Ağaç Türü (A)	3	111.812	37.271	59.461	0.000*
	Katman Sayısı (B)	2	28665.615	14332.808	22866.220	0.000*
	Etkileşim (AB)	6	306.607	51.101	81.526	0.000*
	Hata	228	142.913	0.627		
	Toplam	239	29226.947			

*: Anlamlı $\alpha=0.05$

Tablo 4. Ağaç türü – vernik katman sayısı ikili etkileşimine ait ışıklılık (L^*) değeri, kırmızı renk (a^*) değeri ve sarı renk (b^*) değerlerinin Duncan testi sonuçları

Test	Ağaç Türü	Katman Sayısı	N	Aritmetik Ortalama	HG	Standart Sapma	Min.	Mak.
Işıklılık (L^*) değeri	İroko	Kontrol	20	57.35	F	1.03	55.30	58.67
		Tek	20	44.95	H	0.79	43.83	46.00
		Çift	20	43.44	I	0.51	42.25	44.67
	Kestane	Kontrol	20	66.78	E	2.04	63.67	70.37
		Tek	20	67.44	D	0.25	67.05	67.90
		Çift	20	66.53	E	0.35	65.95	67.25
	Limba	Kontrol	20	76.74	A*	0.95	73.75	78.15
		Tek	20	71.44	B	0.19	71.16	71.93
		Çift	20	68.54	C	0.27	68.02	68.99
	Sapelli	Kontrol	20	47.24	G	1.50	43.62	49.34
		Tek	20	34.67	J	0.53	34.08	35.44
		Çift	20	33.37	K	0.35	32.74	33.88

Kırmızı renk (a*) değeri	İroko	Kontrol	20	6.98	D	0.25	6.58	7.45
		Tek	20	12.13	B	0.21	11.80	12.45
Çift	20	12.04	B	0.19	11.58	12.30		
Kestane	Kontrol	20	6.07	F	0.55	5.10	6.80	
	Tek	20	6.45	E	0.09	6.30	6.61	
Çift	20	6.43	E	0.08	6.28	6.57		
Limba	Kontrol	20	0.86	I	0.32	0.51	1.51	
	Tek	20	3.52	G	0.07	3.39	3.61	
Çift	20	3.32	H	0.26	3.06	3.89		
Sapelli	Kontrol	20	11.66	C	0.49	10.98	12.62	
	Tek	20	16.12	A	0.37	15.39	16.50	
Çift	20	16.17	A*	0.21	15.78	16.47		
Sarı renk (b*) değeri	İroko	Kontrol	20	23.49	F	0.87	21.57	24.56
		Tek	20	31.36	A*	0.54	30.62	32.13
		Çift	20	29.59	B	0.30	28.81	30.26
	Kestane	Kontrol	20	21.17	I	1.38	18.60	22.69
		Tek	20	24.82	E	0.39	24.24	25.64
		Çift	20	26.73	D	0.36	25.85	27.21
	Limba	Kontrol	20	19.59	J	0.82	18.50	20.96
		Tek	20	29.33	B	0.22	28.95	29.82
		Çift	20	28.66	C	0.81	27.85	30.21
	Sapelli	Kontrol	20	19.05	K	0.44	18.26	19.51
		Tek	20	23.01	G	0.40	22.24	23.47
		Çift	20	21.71	H	0.37	21.14	22.21

N: Ölçüm sayısı, HG: Homojenlik grubu, *: En yüksek değeri ifade etmektedir.

Tablo 5. Ağaç türü – vernik katman sayısı ikili etkileşimine ait parlaklık değerlerinin Duncan testi sonuçları

Test	Ağaç Türü	Katman Sayısı	N	Aritmetik Ortalama	HG	Standart Sapma	Min.	Mak.
Lifere Dik Parlaklık	İroko	Kontrol	20	1.53	F	0.13	1.30	1.80
		Tek	20	18.10	C	0.77	16.10	18.90
		Çift	20	18.37	C	0.52	17.60	19.00
	Kestane	Kontrol	20	1.62	F	0.14	1.40	1.80
		Tek	20	18.93	B	0.61	18.00	20.10
		Çift	20	16.90	D	0.88	15.40	17.90
	Limba	Kontrol	20	3.55	E	0.24	3.00	4.00
		Tek	20	18.42	C	0.65	16.20	19.40
		Çift	20	20.28	A*	0.43	19.70	21.20
	Sapelli	Kontrol	20	1.49	F	0.14	1.20	1.70
		Tek	20	18.42	C	0.56	17.40	19.30
		Çift	20	18.85	B	0.41	18.20	19.50
Lifere Paralel Parlaklık	İroko	Kontrol	20	2.06	G	0.15	1.70	2.30
		Tek	20	24.84	D	1.07	22.40	26.30
		Çift	20	25.83	C	0.83	24.00	26.90
	Kestane	Kontrol	20	2.32	G	0.22	1.90	2.90
		Tek	20	26.74	B	1.12	24.10	28.10
		Çift	20	23.33	E	1.09	20.60	24.90
	Limba	Kontrol	20	4.36	F	0.42	3.40	5.10
		Tek	20	24.64	D	0.77	22.50	26.10
		Çift	20	28.09	A*	0.52	27.00	29.20
	Sapelli	Kontrol	20	2.23	G	0.17	1.90	2.60
		Tek	20	26.09	C	0.97	24.30	27.70
		Çift	20	27.76	A	1.07	24.70	29.20

N: Ölçüm sayısı, HG: Homojenlik grubu, *: En yüksek değeri ifade etmektedir.

Tablo 6. ΔE^* , ΔL^* , Δb^* ve Δa^* değerlerine ait veriler

Ağaç Türü	Katman Sayısı	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔE^*
İroko (<i>Chlorophora excelsa</i>)	Tek	-13.00	5.15	7.87	16.05
	Çift	-13.91	5.06	6.10	16.01
Kestane (<i>Castanea sativa</i> Mill.)	Tek	0.66	0.38	3.65	3.73
	Çift	-0.25	0.36	5.56	5.58
Limba (<i>Terminalia superba</i>)	Tek	-5.30	2.66	9.74	11.40
	Çift	-8.20	2.46	9.07	12.47
Sapelli (<i>Entandrophragma cylindrosum</i>)	Tek	-12.57	4.46	3.69	13.84
	Çift	-13.87	4.51	2.66	14.83

5. Sonuçlar

Yapılan bu çalışmada; limba, sapelli, kestane ve iroko odunları kullanılarak, tek ve çift kat UV vernik sistemi uygulaması ile elde edilen parkelerin renk ve parlaklık değerleri belirlenmiştir. Bütün ağaç türlerine uygulanmış

UV sistem parkelerde katman sayısının artması ile L^* , a^* ve b^* değerlerinin azalma görüldüğü tespit edilmiştir. Sadece kestane odununda b^* değerinde bir artış olduğu görülmüştür. Yapılan diğer çalışmalarda ise, sarıçam odununa [13] ve kayın odununa [12] uygulanan tek ve çift kat UV sistem parke verniği katmanlarında kat sayısının artması ile L^* değerinin azaldığını, a^* ve b^* değerlerinin ise arttığı bildirilmiştir. Çalışma sonuçlarına göre, farklı ağaç türlerine uygulanmış tek ve çift kat UV vernik sistem katmanlarının renk ve parlaklık değerleri üzerinde, ağaç türü, katman sayısı ve etkileşimlerin önemli olduğu görülmüştür. ΔE^* değerleri incelendiğinde, her bir ağaç türüne göre uygulanan tek ve çift katman sayısı değerleri birbirine yakın sonuçlar verdiği tespit edilmiştir. Kestane, limba ve sapelli odunları için çift katmanlı yüzeylerinin ΔE^* değerleri tek katmanlı yüzeylere kıyasla daha yüksek değerler verdiği görülmüştür. İroko odununda ise bir değişiklik görülmemiştir. En yüksek ΔE^* değeri iroko odununa uygulanan tek ve çift kat UV vernik sistemli katmanlarda bir elde edilmiştir. Bunun sebebi olarak iroko odununun kestane, limba ve sapelli odunlarına göresahip olduğu gri sarı, açık kahverengi veya altın sarısı renge sahip olmasından dolayı kaynaklandığı söylenebilir [11]. UV vernik sistemi ile parke uygulaması yapılmış iroko, limba ve sapelli örneklerinde katman sayı arttıkça liflere dik ve liflere paralel parlaklık değerlerinin de arttığı görülmüştür. Sadece kestane odununda liflere paralel ve liflere dik parlaklık değerlerin katman sayısı arttıkça bir azalma görülmüştür. Bunun, kestane odununun kaba tekstürlü ve halkalı traheli olmasında ve yeterince ışığı yansıtamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bunun diğer bir sebebi olarak, çift kat UV sistem vernik uygulamasında m^2 'ye uygulanan 35gr + 35gr dolgu verniğinin ahşap malzemedeki bütün gözenekleri doldurmasından kaynaklandığı söylenebilir. Ayrıca, iroko, limba ve sapelli odunlarının dağınık traheli bir yapıya sahip olmasının da burada etkili olduğu düşünülebilir. Yapılan araştırmalarda, sarıçam odununa [13] ve kayın odununa [12] uygulanan tek ve çift kat UV sistem parke verniğinde katman sayısının artması ile liflere dik ve paralel parlaklık (60°) değerlerinin azaldığı sonucuna ulaşılmıştır. Yapılan bu çalışmanın da literatür ile paralellik gösterdiği, bunun sebebi olarak da ağaç malzemelerin farklı anatomik yapılarla sahip olmalarından kaynaklandığı söylenebilir. Ancak, yapılan diğer bir araştırmada ise; çam, kayın ve meşe odunlarına 1 kat, 2 kat ve 3 kat olarak uygulamış olan sentetik, poliüretan ve akrilik verniklerdeki katman sayısının artması ile liflere dik ve liflere paralel parlaklık ölçüm sonuçlarının genel olarak artış gösterdiği ifade edilmiştir [10]. Sonuç olarak, toplam renk farkının yüksek çıkması istenilen durumlarda tek kat UV vernik uygulanmış iroko odunlarının kullanılması, parlaklık değerinin yüksek çıkması istenilen durumlarda ise çift kat UV vernik uygulanmış limba odunlarının kullanılması önerilmektedir.

Kaynaklar

- [1] TS EN 13489. (2004). Ahşap yer döşemeleri – çok tabakalı parke elemanları, TSE Standardı, Ankara.
[2]. İnternet: WitexParquet. URL: <http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.parkett-wohnlwelt.de%2FHersteller-witex.html&date=2016-11-03>, Son Erişim Tarihi: 21.02.2017.

- [3] Şerifoğlu, H. (2000). Şerifoğlu parke, *Art Dekor*, 84, 82.
[4] Peçatıkov, M. (2000). Sem parke, *Art Dekor*, 84, 86.
[5] İnternet: <http://www.dyo.com.tr/dyo/UrunDetay/105/pa-uv-dolgu-vernik>. (10.02.2017).
[6] İnternet: <http://www.dyo.com.tr/dyo/UrunDetay/109/na-nolacke-uv-sonkat-vernik>. (10.02.2017).
[7] Çağlar A., ve Yamanel K., Diş renginin belirlenmesinde kullanılan yöntemler, *ADO klinik bilimler dergisi*, 2 (1) 49-54, (2007).
[8] Söğütü C., ve Sönmez A., Değişik koruyucular ile işlem görmüş bazı yerli ağaçlarda UV ışınlarının renk değiştirici etkisi, *Gazi Üniversitesi Müh. Mimarlık Fak. Dergisi*, 21 (1) 151-159, (2006).
[9] Johansson D, Strenght and colour response of solid wood to heat treatment, Graduate Thesis, Luleå University of Technology, Department of Skelleftea Campus, Division of Wood Technology, Sweden, 2005.
[10] ISO 2813, Paint sand varnishes - Determination of specular gloss of non-metallic paint films at 20 degrees, 60 degrees and 85 degrees, International Organization for Standardization, (1994).
[11] Bozkurt A.Y., ve Erdin N., Odun Anatomisi, Kitap, Dilek Matbaası, 975-404-592-5, İstanbul, (2000).
[12] Ayata U, Gurleyen L, Esteves B, Gurleyen T, and Cakicier N. Effect of heat treatment (ThermoWood) on some surface properties of parquet beech (*Fagus orientalis* Lipsky.) with different layers of UV system applied, *BioResources*, 2017; 12(2), 3876-3889.
[13] Gurleyen L, Ayata U, Esteves B, Cakicier N. Effects of heat treatment (ThermoWood) on the adhesion strength, pendulum hardness, surface roughness, color and glossiness of scots pine (*Pinus sylvestris* L.) laminated parquet with two different types of UV varnish application, *Maderas. Ciencia y tecnologia* 2017; 19 (2): 213-224.
[14] Budakçı M. Ahşap verniklerinde katman kalınlığının sertlik, parlaklık ve yüzeye yapışma mukavemetine etkileri, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek lisans tezi, Ankara, 1997.
[15] TS 642 ISO 554. Kondisyonlama ve / veya deney için standart atmosferler - özellikler, T.S.E., Ankara. 1997.

EXPERIMENTAL AND FINITE ELEMENT ANALYSIS OF TEMPERATURE-TIME CURVES OBTAINED FROM THE JOMINY TEST

JOMINY DENEYİNDEN ELDE EDİLEN SICAKLIK-ZAMAN GRAFİKLERİNİN DENEYSEL VE SONLU ELEMANLAR YÖNTEMİYLE İRDELENMESİ

Erdoğan KANCA¹, Mehmet DEMİR¹, Soner YÜRÜK¹, Ali GÜNEN², Vahdettin KOÇ³, Mustafa Serdar KARAKAŞ⁴, Ersan KIRAR⁵

¹İskenderun Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Hatay.

²İskenderun Teknik Üniversitesi, Müh. ve Doğa Bil. Fak., Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Hatay.

³Adıyaman Üniversitesi, Teknik Bilimler M.Y.O. Makine ve Metal Teknolojileri Blm., Adıyaman.

⁴Selçuk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Konya.

⁵Harran Üniversitesi, Teknik Bilimler M.Y.O. Makine ve Metal Teknolojileri Blm., Şanlıurfa.

Corresponding author: ersan-kirar@hotmail.com

Özet

Bu çalışmada SAE/AISI 1050 çeliğinin Jominy alından su verme deneyi ve sonlu elemanlar modellemesi yapıldı. Deney cihazı ve ticari sonlu elemanlar modelleme yazılımı kullanılarak elde edilen zaman-soğuma eğrileri kıyaslanıp, grafiklerin örtüşmesi hedeflendi. Örtüşme elde edilene kadar ticari yazılımdaki konveksiyon katsayısı değeri değiştirildi. Örtüşme olduğu durumda ticari yazılımda elde edilen konveksiyon katsayısı, o anki süreç değişkenlerine (soğutucu sıvının debisi, sıcaklığı ve türü, test numunesinin yüzey pürüzlülüğü ve malzeme türü) bağlı gerçek konveksiyon katsayısı olarak tespit edildi. Örtüşmeyi veren modeldeki konveksiyon katsayısı 2 W/m²K değeriyle Jominy deneyindeki termal koşulların konveksiyon katsayısı olarak belirlendi.

Anahtar Kelimeler: Jominy testi, Isıl işlem, Sonlu Elemanlar Yöntemi (FEM), Konveksiyon Katsayısı

Abstract

Jominy end-quench tests on SAE/AISI 1050 steel were carried out and modeled using the finite element method. Cooling curves obtained from both experimental and commercial finite element modeling software were compared with the aim of finding a correlation. The convection coefficient was altered until overlap was achieved. The convection coefficient thus obtained through the commercial software was identified as the true convection coefficient resulting from active process variables (the coolant type, temperature and flow rate, the surface roughness of the test sample and the material type). The convection coefficient in the overlapping model was equal to 2 W/m²K and corresponded to the thermal conditions in the Jominy test.

Keywords: Jominy test, heat treatment, finite element method (FEM), convection coefficient

1. Giriş

İmalat sektöründe kaliteli hizmet sunabilmek ve diğer firmalarla rekabet edebilmek ancak uygun malzeme seçimiyle mümkündür. Bu yüzden makine imalat ve yapı sanayinde malzeme seçimi son derece önemlidir. Malzeme seçiminde ki önemli kriterlerden biri ise sertleşme kabiliyetidir [1, 2]. Sertleşme kabiliyeti veya diğer bir ifadeyle sertleşme bilirlilik; su verme işlemi ile oluşturulan sertliğin yüzeyden içe doğru dağılım özelliğidir [3]. Başka bir deyişle sertleşebilirlik, su verme işlemi sonucu yapısı martenzite dönüşen metal veya alaşımın sertleşme kabiliyetidir [1,4]. Temel sertleşebilirlik verileri, çelik tüketicileri ve ısıl işlemcilerin malzeme seçmesinde önem arz etmektedir. Bu nedenle sertleşebilirliğin saptanabileceği çok sayıda yöntem üzerinde çalışmalar yapılmıştır. Metal ve alaşımların (özellikle çeliklerin) sertleşme derinliği tayininde Grossman ve Jominy yöntemleri kullanılmaktadır. Laboratuvar şartlarında yapılması kolay ve ekonomik olduğundan Jominy en yaygın kullanılan sertleşebilirlik belirleme yöntemidir [5,6]. Bu yöntemde 25 mm çapında 100 mm uzunluğunda metal numuneler kullanılır. Numune sertleştirme (östenit) sıcaklığına kadar ısıtılır ve bir ucundan soğutma sıvısı püskürtülerek soğuması sağlanır [7]. Bir ucundan soğutulması nedeniyle numune boyunca soğutma hızları kademeli olarak değişir. Soğutucu sıvı sıcak test malzemesinin sıcaklığını düşürebilmesi için temas bölgesinden konveksiyon katsayısı doğrultusunda ısı soğurarak numunenin hızlı veya yavaş soğumasını sağlayacaktır. Konveksiyon katsayısı (h) ise test numunesinden ısı "konveksiyon" soğurulmasındaki en büyük belirsiz değişkendir [4].

$$Q_{\text{konveksiyon}} = h A (T_s - T_f)$$

Burada, ısı aktarımı katsayısı h'nin birimi W/m².K veya Btu/s.in².F'dir. h katsayısı bir termodinamik özellik değildir. Sıvı haline ve akış koşullarına yönelik basitleştirilmiş bir korelasyondur ve dolayısıyla, genellikle akış özelliği olarak adlandırılmaktadır. Konveksiyon, durağan moleküllere bitişik olduğu varsayılan bir yüzey ile çevredeki sıvı akışı arasındaki

ince bir geçiş katmanı olan bir sınır katmanı kavramına bağlanmıştır.

Mevcut jominy deney düzeneklerinde çelik numuneye genel olarak oda sıcaklığında su verilebilmekte ve deney sonucunda soğutulan uçtan diğer uca doğru sertlik değişimleri sertlik ölçme cihazları vasıtasıyla ölçülebilmektedir. Ancak bu durumun yetersiz olduğunu gören araştırmacılar Jominy test cihazının geliştirilmesi için bazı çalışmalar yapmışlardır.

Karaca (1999), çalışmasında dört farklı çeliğe jominy testi uygulamıştır. Ancak mevcut sistemlerde bulunmayan farklı basınçlar, tuzlu su çözeltisi ve su-hava karışımı gibi farklı soğutma ortamları kullanmıştır. Bu değişikliklerin farklı çelikler üzerinde farklı sertleşebilirlik etkileri gösterdiğini gözlemlemiştir [9].

Caymaz (1998), çalışmasında hali hazırda kullanılan jominy test cihazlarının eksiklerini saptamıştır. Bu eksikleri gidermek için yeni bir test cihazı tasarlamış ve imal etmiştir. İmal edilen cihazla çeliğe uç su verme deneyi yapmış ve elde ettikleri sonuçların jominy bantlarıyla uyumlu olduğunu belirtmiştir [8].

Orivri (2012), çalışmasında güvenli, kullanışlı, tek kişi tarafından yönetilebilecek olan ve ısı işlem prosesinin net bir şekilde görülebileceği bir jominy test cihazı tasarlamayı hedeflemiştir. Sonuç olarak işletme esnasında kullanılacak ekonomik, düşük bakım masraflı, dayanıklı ve CE standartlarına uygun olan bir cihaz tasarlamıştır [10].

Çakır ve arkadaşları (2013), çalışmalarında Jominy deney numunesinde meydana gelen ısı transferi ile sertleşebilirlik arasındaki ilişkiyi incelemişlerdir. Jominy deney setine termokupullar yerleştirerek sıcaklık değişimlerini anlık olarak kaydetmişlerdir [7].

Bu çalışmada, SAE/AISI 1050 çeliğinin Jominy "Alından su verme" yöntemi deneysel ve sonlu elemanlar yöntemiyle modellenmesi yapıldı. Ticari yazılım "sonlu elemanlar yöntemiyle modelleme" ve test cihazı kullanılarak elde edilen zaman-soğuma eğrileri kıyaslanıp, grafiklerin örtüşmesi hedeflendi. Örtüşme olana kadar ticari yazılımda rasgele verilen konveksiyon katsayısı değiştirildi. Örtüşme olduğu durumdaki ticari yazılıma verilen konveksiyon katsayısı, o anki değişkenlerden (soğutucu sıvının debisi, sıcaklığı ve türü, test numunesinin yüzey pürüzlülüğü ve malzeme türü) kaynaklanan gerçek konveksiyon katsayısı olarak tespit edildi.

Soğutucu sıvının debisi, sıcaklığı ve türü konveksiyon değerini etkilediği gibi test numunesinin de yüzey pürüzlülüğü ve malzeme türü de aynı şekilde etkili olacaktır. Bahsi geçen değişkenlerin konveksiyon katsayısına etkileri tam anlamıyla bilinmemektedir. Teorik hesaplamalardaki ihmal veya kabuller gerçek sonuçları oldukça etkilemektedir. Bu durumu aşmak için konveksiyon katsayısına etki eden parametrelerden biri üzerinde değişiklik yaparken diğerleri sabit tutulur ve değeri değiştirilen parametrenin sonuca etkisi irdelenir. Dolayısıyla çalışmada önerilen yöntem, ticari yazılımların ısı işlem modellemesinde ihtiyaç duydukları o anki duruma uygun (soğutucu sıvının debisi, sıcaklığı ve türü, test numunesinin yüzey

pürüzlülüğü ve malzeme türü) konveksiyon katsayısını tespit edilmesini sağlayacaktır. Bu değerlerin bilinmesi ısı işlem yapmadan yaklaşık değerleri bizlere verebilen sonlu elemanlar metodu kullanılarak yapılan modellemelerin sıhhatli kullanım alanlarını genişletecektir.

2. Materyal Metot

SAE 1050 Çeliği

Deneylerde, deney malzemesi olarak imalat sanayisinde geniş kullanım alanı olan AISI 1050 karbon çeliği kullanılmıştır. Bu malzemenin kimyasal kompozisyonu Tablo 1'de verilmiştir. Tablo 2 de ısı işlem özellikleri verilmiştir. Ham deney malzemesi şekil 3 görülen standart jominy test numunesi halinde kullanılmaktadır.

Tablo 1. AISI 1050 çeliğinin Kimyasal özellikleri

C	Si	Mn	Pmax	Smax
0.42-0.50	0.15-0.36	0.50-0.80	0.045	0.045

Tablo 1. AISI 1050 çeliği Isıl İşlem özellikleri

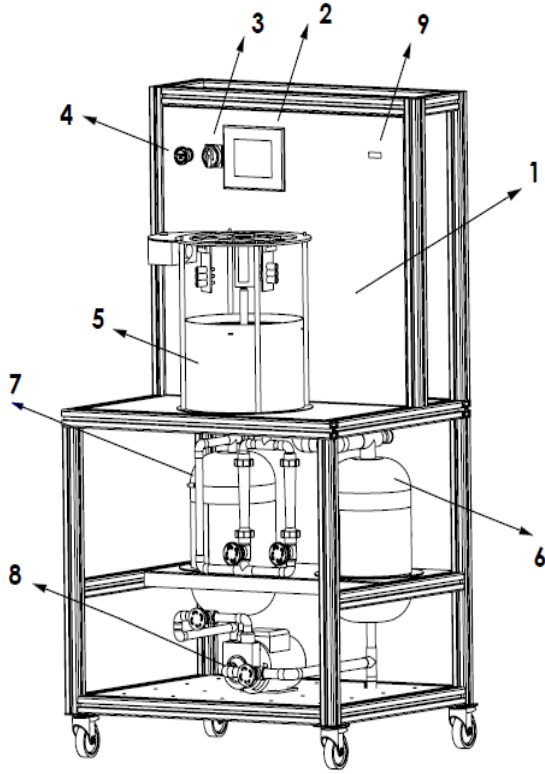
Sıcak Şekillendirme Sıcaklığı (°C)	Yumuşatma		Tavlama Sıcaklığı (°C)	Sertleştirme			Meneviş Sıcaklığı (°C)
	Şekillendirme Sıcaklığı (°C)	Tavlama Sertliği HB		Soğutma Ortamı	Su	Yağ	
850-1100	650-700	206	840-870	Sıcaklık(°C)	820-850	830-860	540-600
				Sertlik HRC	50-57	50-55	

Sonlu Eleman Modellemesi

Yapılacak olan çalışmada sonlu elemanlar yöntemine göre modelleme yapan FEM yazılımı kullanılacaktır. Yazılımın ticari bir değeri olmasına karşın Türkiye distribütörü çalışma kapsamında bahsi geçen modellemeleri ücretsiz yaparak destek verecektir. Aynı zaman da çıkan sonuçlar yazılıma gömülerek kullanım alanını geliştirilmiş olacaktır.

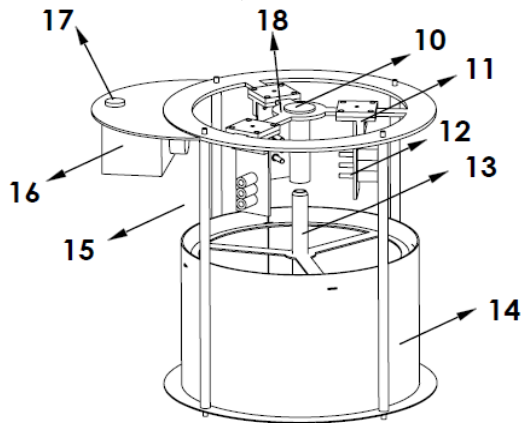
Tasarlanıp İmal Edilen Jominy Test Düzenegi

Tasarlanan test düzenegi; Değişik soğutma sıvıları (Isıl İşlem yağları, su, tuzlu su vb. gibi)kullana bilecek, Soğutma sıvılarını farklı sıcaklıklarda uygulaya bilecek, Soğutma sıvılarını farklı debilerde uygulaya bilecek, Test numunesinin işlem esnasında uç kısmından itibaren her 5mm de bir toplam dokuz bölgeden sıcaklık değerlerini an ve an alıp, sıcaklık-zaman grafiklerini çizebilecek kabiliyetleri vardır. Bahsi geçen verileri alacak şekilde tasarlanan test düzeneginin ana gövde görünümü şekil 1 de verilmiştir.



1	Ana gövde	6	Tahliye tankı
2	Kontrol ve gösterge paneli	7	Isıtma tankı
3	Ana şalter	8	Pompa
4	Acil stop	9	Termal kamera bağlantı yeri
5	Soğutma kabini		

Şekil 1 Test düzeneğinin ana gövde görünümü



10	Deney numunesi	15	Şeffaf kabin
11	Yatay dikey kızaklar	16	Termal Kamera
12	Sıcaklık ölçer (pirometre)	17	Termal kamera bağlantı yeri
13	Soğutma sıvısı çıkış borusu	18	Numune tutucu
14	Koruyucu Kilit		

Şekil 2. Deney numunesi kabini

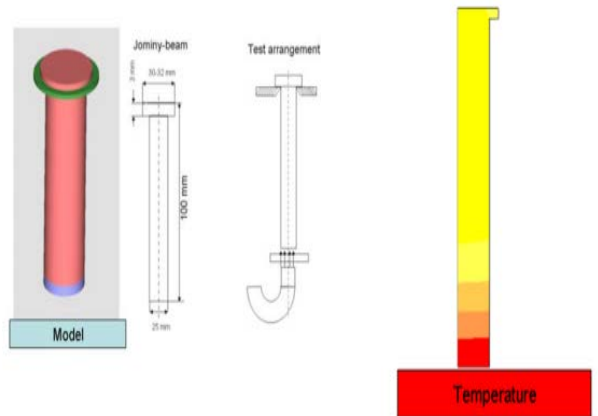
Fırında östenit sıcaklık seviyesinin üzerine ısıtılan silindirik test numunesi, şekil 2'te görülen numune tutucuya yerleştirilir. Yatay dikey yataklar üzerine belli sırayla sabitlenen pirometreler soğutma sıvısının test numunesine temas ettiği noktadan itibaren belli mesafelerin soğutma süresince zamana bağlı değişimleri anlık olarak kontrol ederek ve gösterge paneline gönderir. Ayrıca termal kamera kendi bağlantısı sayesinde ana gövdeye sabitlenip test numune üzerindeki zamana bağlı sıcaklık verilerini alternatif veri olarak kaydeder. Veri güvenilirliğini sağlamak için iki farklı yolla alınan değerler bilgisayar bağlantı portu vasıtasıyla bir bilgisayara aktarılır.

Yöntem

AlSi 1050 çeliği tavlama fırınında 1100°C sıcaklıkta 30 dakika bekletildikten sonra tasarlanıp imal edilen cihazın soğutma kabindeki bölmeye konumlandırıldı. 25 °C de saf su kullanarak 10lt/dk'lık bir akışkan debisi verecek şekilde cihazın çalışma koşulları ayarlandı. Termal kamera ve pirometreler den anlık veriler alınarak jominy test numunesinin istenen kısımlarının sıcaklık zaman grafikleri elde edildi. Malzeme uç kısmından soğumaya başlar ve baş kısmına doğru soğumaya devam eder. Malzemeden absorbe edilen ısı malzemenin soğuma hızına direk etki etmektedir.

Isıl işlem modellemesi yapabilen bir ticari yazılım olan Ansys (Transient thermal analysis) kullanılarak Jominy testi simüle edildi. Şekil 3 de görüldüğü gibi bu modelleme; o anki değişkenlerden etkilenen ve rasgele bir değer olarak programa girilen konveksiyon katsayısı sonucu enerji absorbe eden sıvının soğuttuğu test metalinin istenilen yerlerinden teorik sıcaklık ölçümlerini tespit etmektedir.

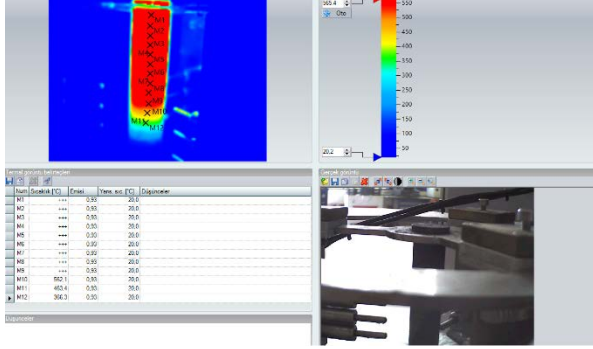
Yapılan test cihazı ile test numunesinin istenilen kısımlarının zaman-sıcaklık grafikleri çizildi. Ticari yazılımla test cihazı grafikleri kıyaslanıp, grafiklerin örtüşmesi beklenir. Örtüşme olana kadar ticari yazılımda rasgele verilen konveksiyon katsayısı değiştirildi. Örtüşme olduğu durumdaki ticari yazılıma verilen konveksiyon katsayısı, o anki değişkenlerden (soğutucu sıvının debisi, sıcaklığı ve türü, test numunesinin yüzey pürüzlülüğü ve malzeme türü) kaynaklanan gerçek konveksiyon katsayısı olarak tespit edildi.



Şekil 3. Ticari yazılım kullanılarak Jominy testi koşulları simüle edilmesi

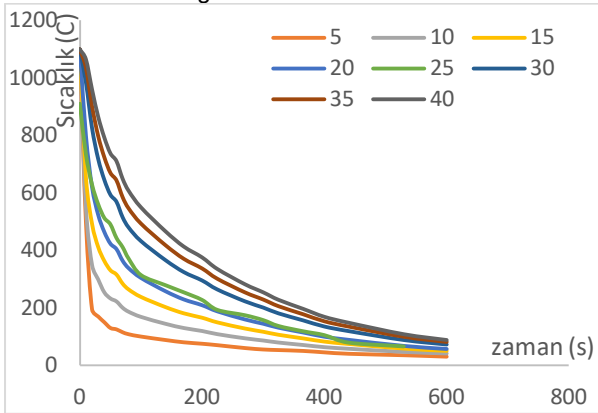
3. Çıktılar ve Tartışma

Bu cihaz; metal ve alaşımlarının sertleştirilebilirlik tayinindeki soğutucu sıvının debi, sıcaklık ve türü ile soğutulacak malzemenin yüzey pürüzlülüğü ve malzeme türünün bir fonksiyonu olan metal veya alaşımın ile soğutma sıvısı arasındaki ısı taşınım (konveksiyon) katsayısının tespit edilebilmesi için tasarlanmıştır. Cihazın mevcut sistemlerden farkı seçilen soğutma sıvısını istenilen sıcaklıkta sabit tutabilmesi en önemli avantajlarından. Ayrıca tespit edilen sıcaklık verilerinin işlenebilmesi için kontrol ve gösterge paneli ve gömülü yazılım ile kontrol edilmesidir. Bunlara ek olarak test numune üzerinde istenilen nokta ve sayıda sıcaklık verilerinin anlık ölçülmesi için pirometrelerin ve/veya termal kameranın kullanılmasıdır. Ölçülen bu değerlerin, anlık sıcaklık verileri bilgisayar bağlantı portu ile bilgisayar ortamına aktarılması ve verilerin işlenerek sıcaklık zaman grafiklerine dönüştürülmesi bir diğer avantajıdır. Şekil 4 de ilgili termal kamera görüntüleri görülmektedir.



Şekil 4. Jominy testi yapılırken çekilen termal kamera görüntüleri

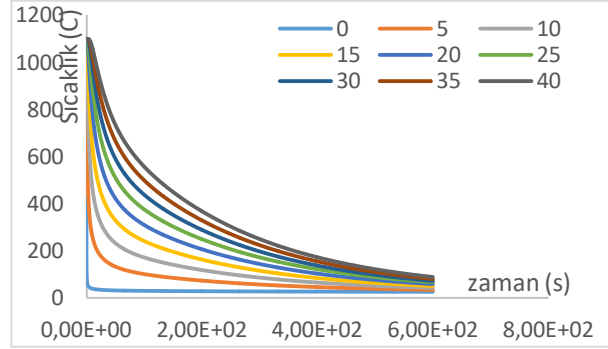
Termal kameradan elde edilen veriler kullanılarak sıcaklık soğuma grafikleri çizildi. Şekil 5 görülen eğriler soğutma sıvısının temas ettiği uç kısım sıfır alınarak yukarıya doğru mm cinsinden mesafeleri göstermektedir. Malzeme AISI 1050 çeliği tavlama fırınında 1100°C sıcaklıkta 30 dakika bekletildikten sonra 25 °C de saf su kullanarak 10lt/dak'lık bir akışkan debisi verilerek soğutuldu.



Şekil 5. Jominy deney cihazında AISI 1050 çeliği test numunesi üzerinden elde edilen soğuma eğrisi

4. Sonuç

Jominy cihazında test koşulları, ticari yazılımla (Ansys) girilerek AISI 1050 çeliğinin soğuma koşulları modellendi. Modelleme esnasında rasgele verilen konveksiyon katsayısına göre grafikler elde edildi. Bu grafikler arasından uygulama ile en iyi örtüşen sonuç grafiği Şekil 6 da verilmiştir. Şekil 5 ve Şekil 6 daki eğrilerin yaklaşık olarak örtüşmesi, jominy deney koşullarındaki soğutma parametrelerine (kullanılan soğutma sıvısı ve sıcaklığı, soğutma sıvı debisi, malzeme türü ve yüzey özellikleri gibi) ait konveksiyon katsayısının 2 W/m²K olduğunu göstermektedir.



Şekil 6. Modelleme sonrası Jominy test numunesi boyut standartları ve soğuma eğrisi

Bu cihaz ile elde edilen yöntemde kullanılan sertleşebilirlik tayin metodu ile elde edilecek veriler endüstride matematiksel modelleme yazılımlarına veri girdisi sağlayarak metal ve alaşımların ısı işlemleri alanında kullanılabilir olup sanayiye uygulanabilir yapıdadır. Yöntem kapsamında yapılacak sertleşebilirlik tayinleri daha kesin sonuçlara ulaşılacağından endüstride malzeme seçimini kolaylaştıracak ve daha ekonomik yapılabilmesini sağlayacaktır.

Kaynaklar

- [1] Köse, S., "AISI/SAE 1040-2738-304 Çeliklerin Sertleşme Kabiliyetlerinin Jominy Deneyi ile Araştırılması" Afyon Kocatepe Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, 86s, Afyon, 2008
- [2] Crafts, W., Lamont, J. L., "Çelik Seçimi ve Sertleşebilirlik" TMMOB Yayını, 275s, Ankara, 1971.
- [3] Thelning, E. K., "Steel and its Heat Treatment. Bofors Handbook" Butterworth & Co Publishers Ltd, 577s, Boxholm, 1967.
- [4] Canale L. C. F., Albano L., Totten G. E., Meekisho L., "Hardenability of Steel" Reference Module in Materials Science and Materials Engineering Comprehensive Materials Processing, 39-97, 2014
- [5] Yazdi A, Z., Sajjadi S. A., Zebarjad S. M., Nezhad S. M., "Prediction of hardness at different points of Jominy specimen using quench factor analysis method" Journal of Materials Processing Technology, 124–129, 2008
- [6] Nunura C. R. N., Santos C. A., Spim J. A., "Numerical – Experimental correlation of microstructures, cooling rates and mechanical

properties of AISI 1045 steel during the Jominy end-
quench test" *Materials & Design*, 230–243, 2015

[7] Çakır M., Özsoy A., "Jominy Numunesinde Deneysel ve Teorik Isı Transferi İle Sertleşebilirlik Arasındaki İlişkinin Araştırılması" *Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Dergisi*, Cilt 28, No 2, 251-256, 2013

[8] Caymaz, T. "Jominy Deney Cihazının Tasarım ve İmalatı" *Sakarya Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi*, 77s, Sakarya, 1998

[9] Karaca, S. Ö., "Jominy Deneyi ve Deney Parametrelerinin Deney Üzerindeki Etkileri" *Yıldız Teknik Üniversitesi, Yüksek lisans tezi*, 165s, İstanbul, 1999

[10] Orivri J. A., "Design & Manufacturing Plan of a Jominy Testing Device" *Häme University of Applied Sciences (HAMK), Yüksek Lisans Tezi*, 36s, Finlandiya, 2012

OBSERVATION CARD APPLICATION OF (OHS) OCCUPATIONAL HEALTH AND SAFETY İŞ SAĞLIĞI VE GÜVENLİĞİ (İSG) GÖZLEM KARTI UYGULAMASI

Ömer Saltuk BÖLÜKBAŞI^a, Volkan KIZILAY^a

^aİskenderun Teknik Üniversitesi, Müh. ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Metalurji ve Malz. Müh. Böl, Hatay, Türkiye

Corresponding author: osaltuk.bolukbasi@iste.edu.tr

Özet

İş sağlığı ve güvenliği kavramı ülkemizde gün geçtikçe daha iyi anlaşılmalı ve kavranmaya devam eden bir olgu olarak karşımızda duruyor. Sanayimizdeki iş kazaları tatsız sonuçlarıyla iş hayatının orta yerinde çözülmeyi bekleyen sorunlara işaret ediyor. Yayılımı ve uygulamalara yansımaları sağlanmış İSG kültürü, kaza riskini azaltır. Makineyi kullanan insanın sağlığını korumak aslında bir görevdir. Çalışmada bu düşünceden hareket edilmiştir. Güvenlik kültürünün en büyük kazanımı işyerindeki kaliteyi/çalışan memnuniyetini artırmasıdır. Sistematik çalışmalar güvenlik kültürünün oluşmasını sağlayacaktır. İSG kültürünün oluşması ve 0 kaza hedefi için disiplinli çalışma ve sürekli gelişim olmazsa olmaz gereksinimlerdir. Bu kapsamda bir demir-çelik tesisinin bir işletme ünitesindeki Emniyetsiz Davranış Gözlem Kartı (EDGK) uygulamasının kaza sayısını düşürmedeki direkt etkisi araştırılmıştır.

Anahtar kelimeler: İş Güvenliği, Emniyetsiz Davranış Gözlem Kartı, İSG Uygulamaları, EDGK

Abstract

Occupational health and safety concept to a better understanding of our country day by day and continues to be understood as a phenomenon stands before us. Our industrial accidents are pointing to the problems that are waiting to be solved in the middle of business life with unpleasant results. OHS culture which have been spread and occupationally exposed would reduce the risk of accidents. The greatest gain of safety culture is increment in the quality / employee satisfaction at the workplace. Systematic studies will ensure formation of the safety culture. Occurrence of OHS culture and zero accident target could only be achieved by well-disciplined work and continuous improvement. In this context, direct impact on reducing the number of accidents has been investigated in the implementation of the Unsafe Behavior Observation Card (UBOC) in a operating unit of the iron and steel plant.

Keywords: Job Security, Insecurity Behavior Monitoring Card, OHS Practice, EDGK

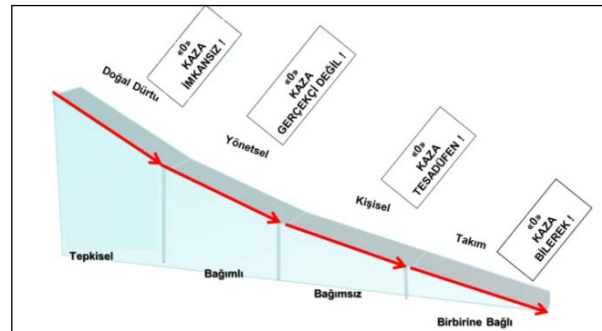
1. Giriş

Demir çelik fabrikalarında İş Sağlığı ve Güvenliği (İSG) uygulamaları İş kazaları ve meslek hastalıklarını önleme çalışmaları iş güvenliğinin temelini oluşturur [1]. Güvenliğin nasıl algılandığını; planlanma, risklerin

değerlendirilmesi ve iş yapış şekilleriyle çalışanlar belirler. Bir işletmedeki bireylerin değerleri, tutumları, bilgi, beceri ve davranışları işletmelerde oluşacak güvenlik kültürünü etkiler.

Güvenlik kültürünün olgunlaştığı yerde, güvenlik sürdürülebilir hale gelir ve yaralanma oranı sıfıra yaklaşır. İnsanlar güvenli çalışmak için gerekli aksiyonları alma konusunda yetkili olduğunu düşünür. İnsanlar birbirini destekler ve güvenlik kurallarının uygulanması için zorlar. Kararlar uygun bir seviyede verilir ve insanlar da bu kurallara uyar. Organizasyon bir bütün olarak daha yüksek kalite, daha çok verimlilik ve artan kârlılık hususlarında işler açısından önemli faydalar gerçekleştirir

Bradley eğrisi olgun bir güvenlik kültürü geliştirmek için zihniyetlerdeki değişiklikleri ve zaman içinde gerçekleşmesi gereken eylemlerin herkes tarafından anlaşılmasını kolaylaştırır.



Şekil 1. Bradley eğrisi

Topkisel aşama; insanlar sorumluluk üstlenmez. Güvenliği yönetilmesi gereken bir husus değil, şansla ilgili olduğuna ve "kazaların meydana geleceğine" inanır ve zaman içinde kazalar meydana gelir.

Bağımlı aşama; insanlar güvenliğin birilerinin hazırladığı kuralların izlenmesinden ibaret olduğuna inanır. "Eğer insanlar kuralları takip edebilseydi", kazalar azalır ve güvenlik yönetilebilirdi.

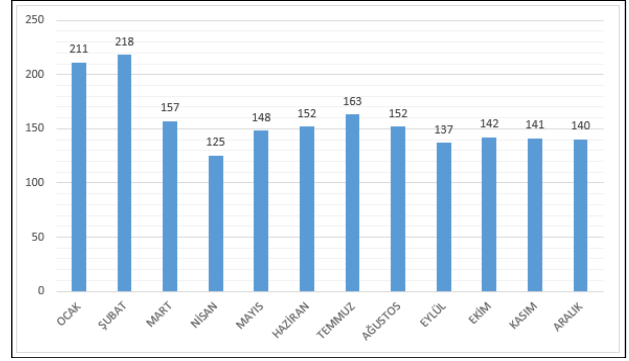
Bağımsız aşama; bireyler kendi sorumluluklarını üstlenir. İnsanlar güvenliğin kişisel bir şey olduğuna ve eylemleriyle bir fark yaratabileceklerine inanır. Bu durumda kazaların sayısı daha da düşer.

Birbirine bağlı aşama; çalışanlardan oluşan ekipler güvenlik konusunu sahiplenir, kendilerinin ve diğerlerinin sorumluluğunu üstlenir. İnsanlar düşük standartları ve risk alınmasını kabul etmez. Bakış açılarını anlamak için birbirleriyle aktif şekilde konuşurlar. Gerçek iyileşmenin sadece grup olarak

gerçekleşebileceğini ve sıfır kazalanmanın ulaşılabilir bir hedef olduğuna inanırlar. [2]

Metalurji sektöründe iş güvenliği yaklaşımı diğer sektörlerle benzerlik gösterse de sektör; 24 no'lu Ana Metal Sanayi faaliyet kolu 'ağır' olarak kabul edilir ve en çok iş kazasının olduğu sektördür [1].

Bir demir-çelik tesisinin sıvı çelik üretim işletme ünitesinde Bradley eğrisi'nde yer alan takım olma evresi yolculuğunda 0 kaza hedefine ulaşabilmek için bir basamak olarak Emniyetsiz Davranış Gözlem Kartı (EDGK) uygulaması incelenmiştir.



Şekil 2. Aylık EDGK sayıları

2. Deneysel Çalışmalar

Emniyetsiz Davranış Gözlem Kartı (EDGK) aşağıdaki emniyetsiz davranış ana başlıkları;

- Kişisel koruyucu ekipman kullanımı
- Alet-ekipman kullanımı
- Gaz tehlikesi/kapalı ortamda çalışma
- Yazılı prosedür-kural-talimata uygunluk
- Yük kaldırma-taşıma-indirme çalışmaları
- İletişim/koordinasyon
- Elle yük kaldırma
- Merdiven/iskele kullanımı
- Enerji
- Saha düzeni/tertibi
- Diğer

ve bunların alt kırınımlarını içerir, yazan ile yazılan imzaları ve diğer bilgilerinde olduğu bir form şeklinde tasarlanmıştır. Formda ayrıca örnek uygun davranış teşkil eden personele teşekkür içinde ayrı bir kısım yer almaktadır.

Güvenlik temelli kültür için gerekli olduğu yaygın şekilde kabul edilen "güvenlik kültürü" kavramında öncelikler üst yönetimin desteklemesi, gerekli özendirici ödüllerin kurum tarafından sağlanması, çalışanlara değer verilmesi, iletişimin yaygınlaştırılması, gizlilikten kaçınma, örgütsel öğrenmeye değer verilmesi şeklinde sıralanabilir [3].

Uygulamanın ilk adımında, emniyetsiz davranış gözlem kartı'nın (EDGK) sözlü ikazlar yerine yazılı ikazın güvenlik kültürünü geliştirmede uygulanacak bir araç olduğu tüm çalışanlarla paylaşılmıştır. Saha Gözlem Raporu değerlendirmesinin daha basit, önem sıralamasına göre seçilmiş az maddesi bulunan, sade ve görsellere yer verilen hali olarak tanımlanabilir. Bu raporun içerikleri konusunda kesin bir çerçeve bulunmamaktadır [4].

Ekip liderlerinin de EDGK uygulamasını canlı tutmaları amacıyla kişisel performans hedefleri oluşturulmuştur.

Tüm çalışanların bu konuda ikna edilme süreci sonrası EDGK düzenleyen kişi, karşısındakine uygunsuz davranışını açıklayıp, onu ikna ettikten sonra tekrarı olmaması içinde onunla el sıkışıp form imza altına alınmaya başlanmıştır.

Kayıt altına alınan EDGK'lar oluşturulan bir komisyon tarafından önem derecesi açısından incelenmiştir. Önemli görülen EDGK'larda ismi geçen personelin ilk amirlerine konu ile ilgili iyileştirme amaçlı bir eylem planı hazırlaması ve uygulaması talep edilmiştir.

Ayrıca EDGK'lardaki içeriğin amaca hizmet eder şekilde olmasının sağlanması amacıyla mühendis ve üst pozisyondaki diğer amirlerin oluşturduğu bir ekip tarafından belirli periyotlarla samimiyet puanlaması yapılmıştır. Tüm çalışanlarla samimiyet puanlama sonuçları paylaşılarak konunun sürekli izlendiği bilinci oluşturulmuştur.

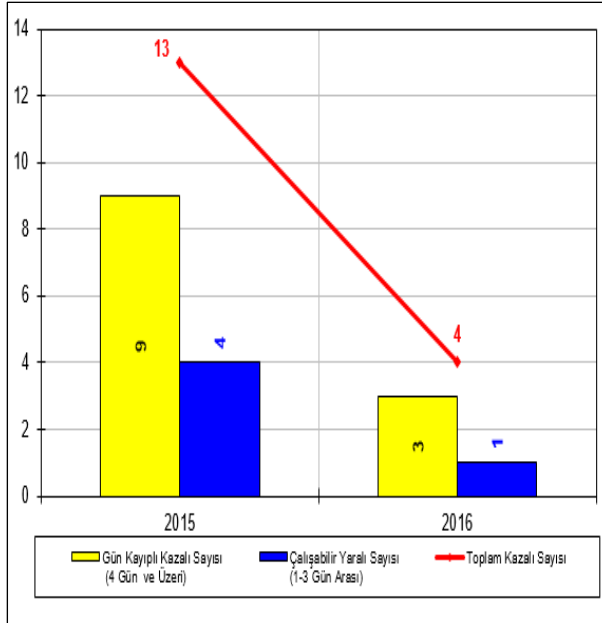
Döneme ait çalışmalar sonunda, İSG sistematiklerine katılımı, sahiplenmesi ve örnek davranışları gibi hususlar dikkate alınarak komisyonca seçilen personele takdir belgesi verilmiştir.

3. Sonuçlar ve Tartışma

Demir-çelik tesisinde 0 kaza hedefine ulaşabilmek için bir basamak olarak kabul edilen Emniyetsiz Davranış Gözlem Kartı (EDGK) uygulamasının hayata geçirilmesi sonrasındaki iyileşmelerin tespiti amacıyla aşağıda yer alan üç başlıktaki bir yıllık kaza istatistikleri incelenmiştir.

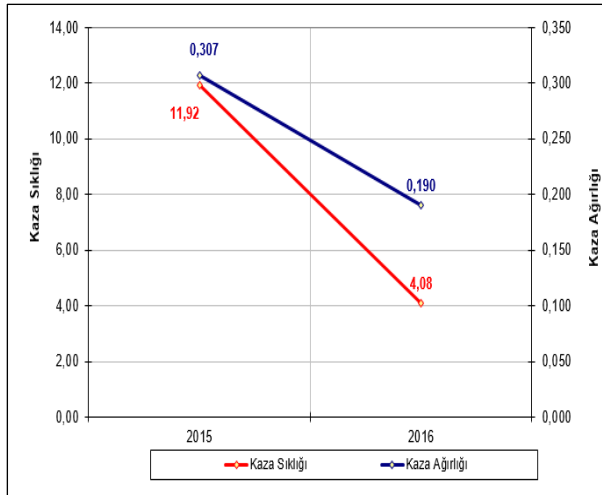
- Kaza sayısı
- Kaza ağırlık ve sıklık oranı
- İş günü kaybı

Ünitede yaşanan iş kazası sayısının 13 kazadan 4 kazaya düştüğü gözlenmiştir. Bu uygulama sonrası kaza sayısında yaklaşık %69' luk bir düşüş yaşandığı görülmüştür.



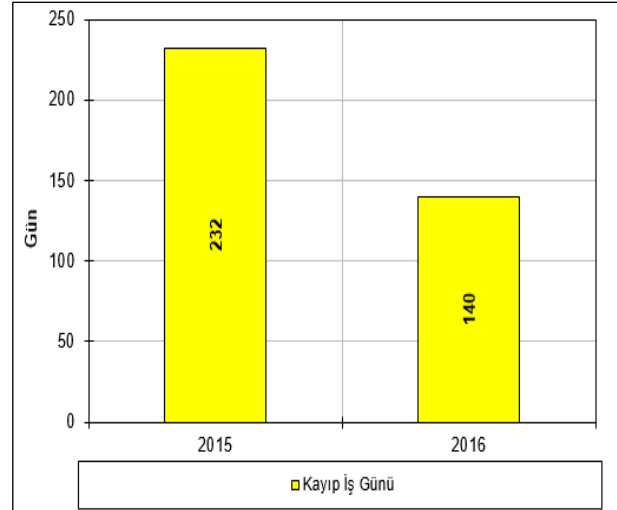
Şekil 3. Kaza sayısı

Ünitede kaza sıklık oranının 11,92' den 4,08' e düştüğü gözlenmiştir. Kaza ağırlık oranının ise 0,307' den 0,190' a düştüğü gözlenmiştir.



Şekil 4. Kaza ağırlık ve sıklık oranı

Ünitede yaşanan iş günü kaybında hızla azalarak 232 günden 140 güne düştüğü gözlenmiştir.



Şekil 5. İş günü kaybı

4. Sonuç

İş sağlığı ve güvenliği konusunda kabul edilebilir tek hedef "sıfır iş kazası" dır, bütün iş kazaları önlenebilir. Bu yolculukta istenilen hedefe ulaşmak için bir takım halinde çalışmak önemlidir. Yönetim ve çalışanların tam desteği ile hayata geçirilen sürekli gelişim gösteren disiplinli çalışmalar amaçlanan hedefe ulaşmada büyük rol oynar. İş kazalarının temel sebeplerinden biri olan emniyetsiz davranışların ortadan kaldırılabilmesi amacıyla emniyetsiz davranışlara "tepkisiz kalmama" temel ilkelerden biri olmalıdır. Emniyetsiz davranış gözlem kartı uygulamasının kazaların gözle görülür şekilde azalmasına yardımcı olduğu gözlenmiştir. İşletme türüne göre bu ve benzeri yeni uygulamalar hayata geçirilebilir. İSG uygulamalarının etkin şekilde çalışabilmesi için de sürekli canlı tutulmaları gerekir.

Referanslar

- [1] Yegin, A; Türkiye Cumhuriyeti Gedik Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü, İş Güvenliği Kültürünün İş Kazalarına Etkileri, Yüksek Lisans Tezi, 59-60, 2015.
- [2] <http://www.dupont.com.tr/urunler-ve-hizmetler/consulting-services-process-technologies/brands/sustainable-solutions/sub-brands/operational-risk-management/uses-and-applications/bradley-curve.html> Erişim tarihi: 15.09.2017
- [3]Rojhat, G; Kuşkonmaz N; Metalürji sektöründe iş güvenliği ve işçi sağlığının istatistiksel analizi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek lisans tezi metalürji ve malzeme mühendisliği anabilim dalı üretim programı, 84-85, 2012.
- [4] Doğanay,M; İş Güvenliğinde Saha Gözlem Raporları, Gediz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Endüstri Mühendisliği Anabilim Dalı İş Güvenliği ve Sağlığı Yüksek Lisans Programı, 60-61, 2015.

EXPERIMENTAL DETERMINATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF PIPE TYPE COMPOSITE MATERIALS PRODUCED WITH PARTICLE REINFORCED ADHESIVELY

PARTİKÜL TAKVİYELİ YAPIŞTIRICILARLA ÜRETİLMİŞ BORU TİPİ KOMPOZİT MALZEMELERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN DENEYSEL OLARAK BELİRLENMESİ

Hamit ADİN^a, Raşit Koray ERGÜN^a

^a Batman Üniv. Müh.-Mim. Fak. Makine Müh. Bölümü, Batman, Türkiye hamitadin@batman.edu.tr, rasiitkoray.ergun@batman.edu.tr

Özet

Bu çalışmada elyaf takviyeli kompozit boru malzemelerin mukavemet, tokluk, min ağırlık, yüksek sıcaklıkta kullanılabilirlik, yorulma mukavemeti, korozyon dayanımı, hasar toleransları ve tamir kolaylıkları gibi özelliklerinin nasıl değiştiğini gözlemlenmiştir. Kompozit boru numuneleri İZMİR İZOREEL KOMPOZİT fabrikasında üretilmiş olup verilen ölçü ve değerlere göre kesilmiştir. Elde edilen numuneler çekme deneyine tabi tutulmuştur. Verilere göre mika tozun kompozit numunede daha sağlam bir yapı oluşturmadığı gözlemlenmiştir. Yapılan deneylerde kompozit boru numunesinin içerisine mika tozu katılarak ve parametresi değiştirilerek bu parametreye uygun kompozitin mekanik performansının fazla değişmediği gözlemlenmiştir. Deneysel olarak elde edilen sonuçlar tablo ve grafik olarak sunulmuştur. Deneylerden elde edilen sonuçlar incelendiğinde; partikül katkılı yapıştırıcı kullanılmasıyla elde edilen kompozit malzemelerin çekme hasar yükünün fazla değişmediği görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Kompozit malzeme, Çekme deneyi, Mika tozu

Abstract

In this study, changes of strength, toughness, min weight, high temperature usability, fatigue strength, corrosion resistance, damage tolerances and easy repair of fiber-reinforced composite pipe materials has observed. Composite pipe samples produced in İZMİR İZOREEL COMPOSITE factory and cut according to given measures and values. The obtained samples were subjected to tensile test. It has been observed that the mica powder does not form a more robust structure on the composite sample. In the experiments, it was observed that the mechanical performance of the composite according to this parameter did not change much by adding mica powder to the composite pipe sample and changing the parameter. Experimental results are presented in tables and graphs. When the results obtained from the experiments are examined; it has seen that the tensile damage load of the composite materials obtained by using the particle additive adhesive has not change much.

Keywords: Composite material, Tensile test, Mica powder

1. Giriş

İnsanlığın ihtiyaçlarını karşılamak amacıyla gereksinim duyulan makine ve teçhizatlar için kullanım ömrü önemli bir husustur. Bu hususun sağlanmasında makinenin mekanizması kadar malzemesi de önemlidir. Bu malzeme ihtiyacı çok farklı yaklaşımların ortaya çıkmasına sebep olmuştur. Kompozit malzemelerin ortaya çıkması da bu yaklaşımın bir sonucudur [1]. Bu nedenle özellikle havacılık, otomotiv, uzay ve savunma endüstrisindeki hızlı gelişim ve artan rekabet yüksek performansla sahip ürünlerin geliştirilerek kullanılmasını gerekli kılmıştır. Bu ihtiyaca cevap vermek üzere, 1950 yılından itibaren kompozit malzemeler üretilmeye başlanılmış ve gün geçtikçe kullanım alanları giderek yaygınlaşmıştır [2]. Günümüzdeki rekabet ortamında, daha kaliteli ürünlerin daha düşük maliyetlerle piyasaya arz edilmesi gerekmektedir. Bu gereklilik endüstrideki yeni nesil malzemelerinin geliştirilerek kullanılmasını zorunlu kılmaktadır. Endüstrideki birçok mühendislik uygulamalarında daha hafif, daha rijit ve daha yüksek dayanımlı malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır [3]. Teknolojinin artan bir ivmeyle ilerlemesi sonucu, günümüzde, mevcut malzemelerin performansı, ağırlaşan çalışma şartları karşısında yetersiz kalabilmektedir [4].

Kompozit malzemeler; genel itibarıyla kendini meydana getiren malzemelerin en iyi özelliklerini yansıtacak şekilde biçimlendirilirler. Bu nedenle; hafiflik ve yüksek mukavemet istenen yerlerde metaller yerine kompozit malzemeler kullanılmaktadır.

Kompozit malzemeler oluşturularak daha yüksek mukavemet, daha iyi rijitlik, daha iyi korozyon ve aşınma direnci, hafiflik, yüksek yorulma ömrü, ve ısıya dayanıklılık gibi özellikler kazanılabilir. Gerçekte tüm bu özellikler aynı anda sağlanamaz. Kullanım alanlarına göre ihtiyaç duyulan özellik artırılır. Böylece; uygun kompozit malzemeler kullanılan matriks ve fiberin özelliklerini taşıyacak şekilde elde edilebilir.

Meguid ve ark. [5], epoksi yapıştırıcı içerisine farklı oranlarda karbon nanotüp ve alüminyum nanopowder takviyesi yaparak, nanopartikül takviyesinin bağlantıların statik mukavemetine etkisini incelemişlerdir. Deneyler sonucunda, yapıştırıcı içerisine katılan nanopartikül oranının, bağlantıların çekme ve kayma mukavemetlerinde oldukça önemli bir parametre olduğu belirtilmiştir.

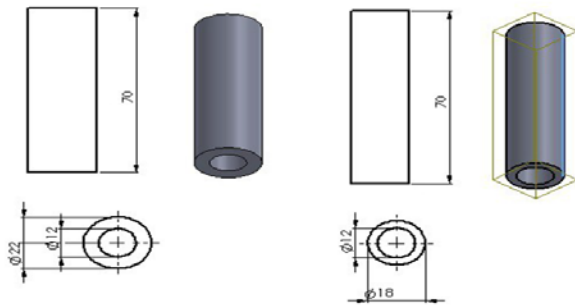
Srivastava [6], epoksi yapıştırıcı içerisinde % 3 oranında çok duvarlı karbon nanotüp takviyesi yaparak çekme deneyleri yapmışlardır. Deneyler sonucunda nanopartikül takviyeli epoksi yapıştırıcı kullanılan bağlantıların statik mukavemetleri nanopartikül takviyesi yapılmayan bağlantılara göre daha yüksek bulunmuştur. Epoksi yapıştırıcı içerisinde belirli oranlarda kattıkları SiC ve Al₂O₃ nanopartiküllerinin bağlantının çekme mukavemetine etkisini incelemişlerdir. Deneyler sonucunda epoksi yapıştırıcı içerisinde nanopartikül takviyesinin bağlantının maksimum çekme dayanımını dikkate değer şekilde arttırdığı tespit edilmiştir.

Günümüzde kompozit malzeme üretim atölyelerinde çeşitli metotlarla kompozit plakaların istenilen boyutlara getirilmesi için kesme işlemi yaparken artık tozlar meydana gelmektedir. Bu tozlar gerek ekonomik, gerekse çevresel yönden önemli etkilere sahiptir. Bu tozların sanayinin çeşitli dallarında değerlendirilmesi mümkündür.

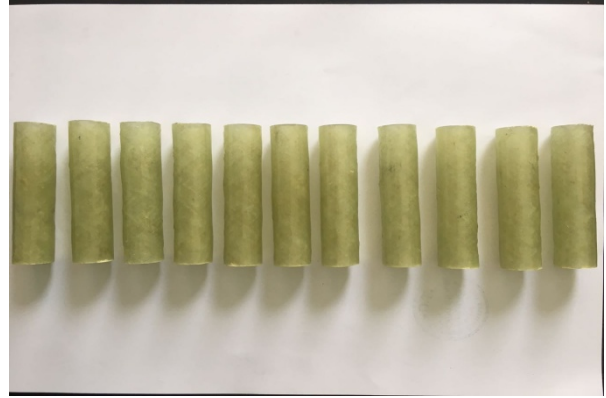
Bu çalışmada esas amacımız elyaf takviyeli kompozit boru malzemesinin mukavemet, tokluk, min. ağırlık, yüksek sıcaklıkta kullanılabilirlik, yorulma mukavemeti, korozyon dayanımı, hasar toleransları ve tamir kolaylıkları gibi özelliklerinin nasıl değiştiğini gözlemlemektir. Hazırladığımız kompozit boru numuneleri İZMİR İZOREEL KOMPOZİT fabrikasında üretilmiş istediğimiz ölçü ve değerlere göre kesilmiştir. Elde edilen numuneler çekme deneyine tabi tutulmuş ve mika tozunun kompozit numunede daha sağlam bir yapı oluşturduğu gözlemlenmiştir. Bu deneylerde toz katkılı ve toz katkısız olan kompozit boru malzemelerinin mekanik özellikleri deneyler ile test edilmiştir. Bu sonuçlara göre optimum değerler elde edilmeye çalışılmıştır. Yapılan deneylerde kompozit boru numunesinin içerisine mika tozu katılarak ve katılım yüzdeleri değiştirilerek bu parametreye uygun kompozitin mekanik performansının değiştiği gözlemlenmiştir. Deneysel olarak elde edilen sonuçlar tablo ve grafik olarak sunulmuştur.

2. Materyal ve Metot

Deneysel çalışmalarda kullanılmak üzere cam fiber kompozit tozları ve kompozit malzeme üretiminde kullanılan fiberler İzmir'de yerleşik bulunan İzoreel firmasında üretilerek istediğimiz ölçü ve değerlere göre kesim işlemleri yapılmıştır. Tozlu ve tozsuz numuneler Şekil 1'de verilen ölçülerde üretilmiştir. Şekil 2'de ise deney numunelerinin toplu gösterimi verilmiştir.



Şekil 1. Tozlu ve Tozsuz Numune Teknik Resimleri



Şekil 2. Deney Numunelerinin Toplu Gösterimi

2.1. Çekme Deneyleri

Çekme deneyleri, malzemelerin statik yük altındaki mekanik özelliklerini belirlemek ve malzemelerin özelliklerine göre sınıflandırılmasını sağlamak amacıyla uygulanan mekanik deneylerdir. Bu deneyler, malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemek amacıyla standartlara uygun hazırlanan deney numunelerinin, genellikle kopuncaya kadar, çekilmesini kapsamaktadır. Plaka üretimi gerçekleştirildikten sonra standartlara göre belirlenen ölçülerde her bir üretim yöntemi ile üretilen plakalardan 5'er adet çekme numunesi olmak üzere toplamda 10 adet deney numunesi çekme deneyine tabi tutulmuştur. Çekme deneyleri; 250 kN'lık Shimadzu universal çekme cihazında yapılmıştır. Çekme deneylerinde alt çenenin sabit, üst çenenin de hareketli tüm numunelerde kopma meydana gelinceye kadar deney devam etmiştir. Deneyler; oda sıcaklığında, % 50 mutlak nemde ve 1 mm/dk'lık çekme hızında gerçekleştirilmiştir. Sağlıklı bir deney sonucu elde edebilmek için her bir tip numuneden beşer adet olmak üzere toplam on numune çekme deneyine tabi tutulmuştur. Çekme deneyi resimleri Şekil 3'de verilmiştir. Hasarlı numuneler ise Şekil 4'te verilmiştir.



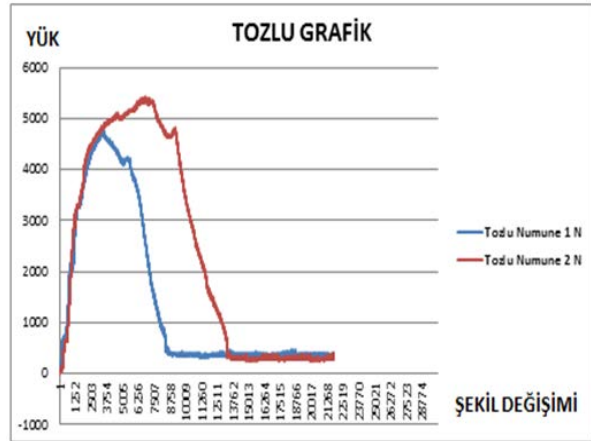
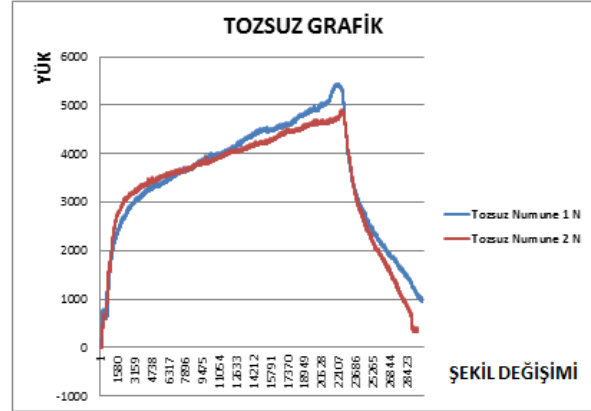
Şekil 3. Çekme Deneyi Resimleri



Şekil 4. Örnek Hasarlı Numuneler

3. Bulgular

Kompozit malzemenin hasar yükünü ve mekanik özelliklerini artırabilmek amacıyla, yapısal yapıştırıcı ara yüzüne uygulanan partikül boyuttaki mika tozlu kompozit malzemelerin çekme deneyleri yapılmıştır. Şekil 5'te çekme deneyinden elde edilen hasar yüklerinin sonuçları grafik halinde gösterilmiştir. Her iki grafikte de hasar yüklerinin ortalama değerleri alınmıştır. Şekil 5 incelendiğinde, toz partikül katılmamış kompozit malzemelerde ortalama hasar yüklerinin 5000 N olduğu görülmüştür. Takviye amacıyla mika tozları katılmış olan kompozit malzemelerin hasar yüklerinin ortalama 5000 N civarında olduğu gözlemlenmiştir. Şekil 5'te görüldüğü gibi her bir hasar yükünün ortalama hasar yüküne çok yakın olduğu görülmüştür. Kompozit malzemeye mika tozlarının ilave edilmesi malzemenin hasar yükü gibi mekanik özellikler arasında yer alan çekme dayanımında önemli bir etkiye yol açmamıştır. Partikülsüz kompozit malzemelerin daha sünek yapıda oldukları gözlemlenmiştir.



Şekil 5. Partikülsüz ve Partiküllü Numunelerin Çekme Deneyi Sonuçları

4. Sonuçlar

Elyaf takviyeli kompozit boru malzemesinin mukavemet, tokluk, min ağırlık, yüksek sıcaklıkta kullanılabilirlik, yorulma mukavemeti, korozyon dayanımı, hasar toleransları ve tamir kolaylıkları gibi özelliklerinin nasıl değiştiği gözlemlendi. Bu çalışmada hazırladığımız kompozit boru numunelerini İZMİR İZOREEL KOMPOZİT fabrikasında üretilmiş olup bizim verdiğimiz ölçü ve değerlere göre kesilmiştir. Elde edilen numuneler çekme deneyine tabi tutulmuştur. Kompozit malzemeye mika tozlarının ilave edilmesi malzemenin hasar yükü gibi mekanik özellikler arasında yer alan çekme dayanımında önemli bir etkiye yol açmamıştır. Bu deneylerde toz katkılı ve toz katkısız olan kompozit boru malzemelerinin mekanik özelliklerini deneyler ile test edilmiştir. Bu sonuçlara göre optimum değerler yakalanmaya çalışılmıştır. Yapılan deneylerde kompozit boru numunesinin içerisine mika tozu katılarak ve parametresi değiştirilerek bu parametreye uygun kompozitin mekanik performansının çok fazla değişmediği gözlemlenmiştir.

İmalat mühendisliğinde yeni yapılan çalışmalar ile birlikte partikül ve toz katkılı üretilen kompozit malzemeler üretilmeye başlanmıştır. Toz ve partikülün malzemenin mekanik özelliklerinde artış gösterdiği tespit edilmiştir. Bir başka deneyde gördüğümüz alüminyum alaşımına ağırlıkça 0,02 oranlarda katılan alümina ve silisyum karbür partiküller ile üretilen düşük maliyetli kompozit malzemelerin burada kompozitin akma dayanımını yaklaşık olarak 310 MPA dan 410

MPA a çıkarttığı tespit edilmiştir. Bu verilerin de gösterdiği gibi üretim alanında artık partikül ve toz katkılı kompozit malzemelerin mukavemetlerinde ve mekanik özelliklerinde artış meydana gelmiştir.

Kaynaklar

- [1] Okkaloğlu, M., Pekbey, Y., Aktaş, A. (2014). Yapıştırıcı ile Birleştirilmiş L Tipi Kompozit Köşe Bağlantılarında Çekme Dayanımının Artırılması, *Mühendis ve Makina*, 55(649), 50-57.
- [2] Türkmen, İ., Köksal, N.S. (2013). Cam Elyaf Takviyeli Polyester Matrisli Kompozit Malzemelerde (CTP) Elyaf Tabaka Sayısına Bağlı Mekanik Özelliklerin ve Darbe Dayanımının İncelenmesi," *C.B.Ü. Fen Bil. Dergisi*, 17-30.
- [3] Uygur, İ. Saruhan, H. (2004). Alüminyum Esaslı Metal Matris Kompozit Malzemelerin Mekanik Özellikleri, *SAU Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 8, 167-174.
- [4] Çiftçi, A. (1996). Tekstil Boyama ve Baskısında Kullanılan Yardımcı Maddeler, *Sümer Yayın*, Bursa, 2-5.
- [5] Meguid, S.A., Sun, Y., (2004). On the tensile and shear strength of nano-reinforced composite interfaces, *Materials and Design*, 25, 289–296.
- [6] Srivastava, V.K., (2011). Effect of carbon nanotubes on the strength of adhesive lap joints of C/C and C/C–SiC ceramic fibre composites, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 31, 486-489.

BIOMIMETIC DRY ADHESIVES BİYOMİMETİK KURU YAPIŞTIRICILAR

Fazliye Karabörk^a, Ahmet Akdemir^b

^a Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölüm, Aksaray, Türkiye, fazliyekarabork@hotmail.com

^b Necmettin Erbakan Üniversitesi, Uzay ve Havacılık Fakültesi, Konya, Türkiye, aakdemir@konya.edu.tr

Özet

Geko kertenkelesi ayağının mükemmel yapışma kabiliyeti son zamanlarda araştırmacıların ilgisini çekmiştir. Geko ayağının yapışma ve ayrılma mekanizmalarının anlaşılması ve biyomimetik (gekodan esinlenen) fibriler dizilerin üretim yöntemlerinin geliştirilmesinde önemli ilerlemeler kaydedilmiştir. Araştırmacılar, bazı polimerleri ve karbon nanotüpleri kullanan hiyerarşik yapılara sahip çeşitli geko ayak yapısı benzeri dizileri üretmişlerdir. Özellikle, üstün mekanik, kimyasal ve elektriksel özelliklere sahip dikey olarak hizalanmış karbon nanotüp (VA-CNT) dizilerinin biyomimetik yapıştırıcılar için umut verici bir aday olduğu gösterilmiştir. Bu çalışmada; geko yapışma mekanizması, biyomimetik kuru yapıştırıcılar ve fibriler yapıştırıcıların imalat yöntemleri özetlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Biyomimetik, Kuru yapıştırıcı, Geko, Karbon nanotüp

Abstract

Gecko's excellent adhesion ability has recently received considerable interest of researchers. Significant progress has been made in understanding the attachment and detachment mechanisms of gecko and the development of fabrication methods of biomimetic (gecko inspired) fibrillar arrays. Researchers have fabricated various gecko-like foot hair arrays which have hierarchical structures using some polymers and carbon nanotubes. Especially, vertically aligned carbon nanotube (VA-CNT) arrays with additional superior mechanical, chemical, and electrical properties have been shown to be promising candidates for biomimetic adhesives. In this study, the mechanism of gecko adhesion, gecko inspired adhesives and fabrication methods of fibrillar adhesives are summarized.

Keywords: Biomimetic, Dry adhesives, Gecko, Carbon nanotube

1. Giriş

Çok uzun yıllardan beri ve çok farklı alanlarda kullanılıyor olmalarına rağmen, yapıştırıcılar hala temel araştırma konularından birisi olmaya devam etmektedir. Bu duruma, yapıştırıcılarla ilgili malzeme ve tasarım teknolojilerindeki gelişmelerin yanı sıra, doğada bulunan yapışma stratejilerinin, bilinen geleneksel teknolojilerden oldukça farklı olması ve araştırmacılar merak uyandırması neden olmaktadır. Doğada, yapışkan viskoelastik sıvılar kullanmadan yüzeylere yapışacak alternatif bir çözümün varlığı, geko

kertenkelesinin ayak yapısının incelenmesiyle ortaya çıkmıştır.

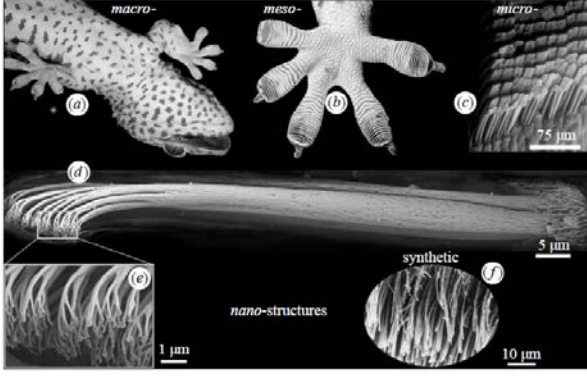
Kimyasal yapıştırıcıların ve geleneksel basınca duyarlı bantların aksine, geko ayak parmak yapısı; güçlü ve tekrarlanabilir yapışma, mükemmel dayanıklılık ve kendi kendini temizleme özelliklerine sahiptir. Geko, pürüzlü veya pürüzsüz, ıslak veya kuru, kirleticiler olsun veya olmasın, öngörülemez yüzey koşulları dahil hemen hemen her yüzeye tırmanabilir ve manevra yapabilir. Gekonun sıra dışı tırmanma yeteneği, spatula adı verilen milyarlarca nano boyutlu dallar ve seta adı verilen beta keratin esaslı milyonlarca mikrofibrilden oluşan hiyerarşik ayak parmak izi yapısından kaynaklanır. Bu hiyerarşik fibril yapının taklit edilmesi, tırmanma robotları, yeniden kullanılabilir bantlar, biyomedikal bandajlar ve askeri araçlarda hızlı yama onarımlarının dahil olduğu çeşitli uygulamalarda yararlı olabilecek yeni bir yapıştırıcı sınıfının geliştirilmesine yönelik çalışmalara yol açmıştır.

Bu makalede, biyomimetik yapışma teknolojileri ile bazı polimerler ve özellikle karbon nanotüp (CNT) esaslı biyomimetik kuru yapıştırıcılar konusu ve konu ile ilgili yapılan çalışmalar ele alınmıştır.

2. Biyomimetik Yapışma Teknolojileri

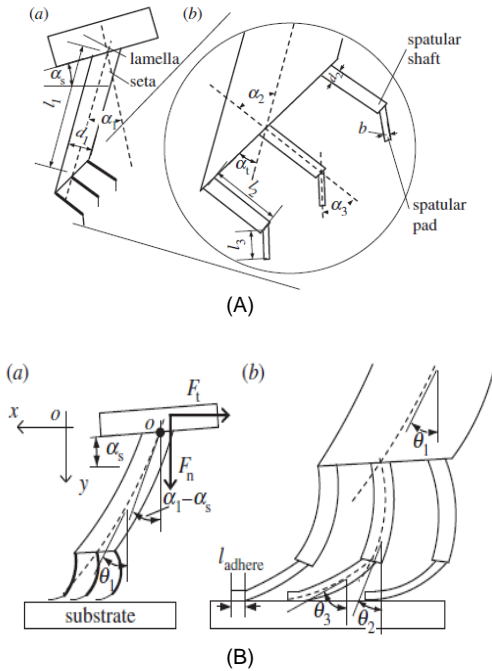
Araştırmacılar tarafından fibriler mikroyapılara sahip, geko kertenkelesi, örümcek, böcek gibi hayvanlardaki tırmanma performansları ve dikey yüzeylerde tekrarlanabilir tutunma davranışları kopyalanarak geliştirilen biyomimetik yapıştırıcılar, son yıllarda ilgi odağı olan konular arasındadır.

Gekonun Şekil 1'de verilen ayak yapısı incelendiğinde her parmağında yaklaşık yirmi sıra lamelin varlığı görülmektedir. Bu lameller üzerinde seta grupları yer alır, mm²'de yaklaşık 3600 kümelenmiş seta grubu (Şekil 1c) vardır. Her bir seta yaklaşık 110 µm uzunluğa ve 4-6 µm'lik bir çapa sahiptir (Şekil 1d). Her setanın ucunda yüzey ile teması sağlayan, yönlendirilmiş nano yapılar oluşturan dallanmış 100-1000 spatula yapı vardır (Şekil 1e) ve mm²'de yaklaşık 14.400 seta bulunur. Geko seta, çoğunlukla beta-keratin ve bir miktar alfa keratin bileşenlerinden oluşur [1-3].



Şekil 1. Geko yapışma sisteminin hiyerarşik yapısı. a) Cam bir yüzeye tırmanan gekonun görüntüsü. b) Mezoölçekte seta yapısını gösteren gekonun ayak görüntüsü. c) Grid benzeri bir yapıda düzenlenmiş setanın mikroölçekte görüntüsü. d) Tek bir geko setanın SEM görüntüsü. Setalının ucunda oluşan tek tek keratin fibriller e) Tek bir setanın ucundaki spatulaların nano ölçekli dizilimi. f) Polimidden üretilen sentetik spatula [2].

Bir geko kertenkelesinin iki ön ayağı 227 mm^2 alanı ile yüzeye paralel $20,1 \text{ N}$ kuvvet üretebilir. Bu değer tek bir seta için $6,2 \mu\text{N}$ ortalama bir kuvvet ve $0,090 \text{ N/mm}^2$ ortalama kesme gerilmesine karşılık gelir [2]. Gekonun yüzeye bağlanma ve ayrılmasının, setanın benzersiz yapısal tasarımıyla mekanik olarak kontrol edildiği artık bilinmektedir.



Şekil 2. (A) Geko seta sisteminin geometrik modeli a) Lamel üzerinde büyüyen eğimli seta. b) Yakınlaştırılmış spatula shaft ve spatula pedi. (B) Geko seta sisteminin mekanik modeli. a) Dış yük uygulandığında seta deforme olur ve b) spatula pedi ile rijit yüzey arasında yan temas oluşur [4].

Gekonun mekanik davranışını açıklamak için çok sayıda hiyerarşik model oluşturulmuştur. Yapılan çalışmalarda; yapışma kuvveti üzerine yüzey pürüzlülüğünün etkileri, spatulanın uç kısmı ile temas noktası arasındaki etkileşim, yapışma kuvveti üzerine spatulanın yüzeyden açılı ayrılmasının etkileri ele alınmıştır. Wu ve arkadaşları yaptıkları çalışmada,

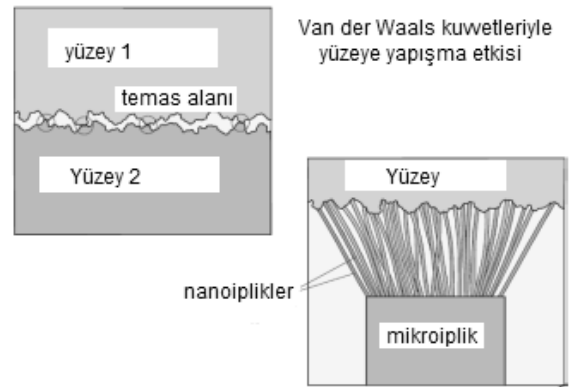
gekonun yapışma sisteminin hiyerarşik bir modelini oluşturmuşlar ve tek bir lamel, lamel üzerinde gelişen tek bir seta kümesi ve her kümeyi sonlandıran spatulalar için Şekil 2 A ve B'de görülen geometrik ve mekanik modelleri oluşturmuşlardır [4].

3. Geko Yapışma Mekanizması

Geko kertenkelesinin yüzeye tutunma davranışı konusunda ilk çalışmaları yapan Haase (1900) yirminci yüzyılın başında, gekoda tutunmanın yüke bağlı olduğunu ve ayak parmağının eksenli boyunca en uçta yalnızca bir yönde ortaya çıktığını ifade etmiştir. Aynı zamanda, geko yapışmasının molekülerarası kuvvetler yardımıyla olduğunu öne süren ilk kişi olmuştur. Bununla birlikte, geko yapışması için öne sürdüğü; sıvı yapıştırıcı (tutkal), vakum, birbirine geçme, sürtünme, statik elektrik, kılcal kuvvetler ve Van der Waals yapışması gibi çeşitli mekanizmalar son yıllara kadar tartışılmıştır. Son iki mekanizma hariç hepsi 1970'lerde reddedilmiş ve geko yapışmasının detayları yeni çalışmalarla detaylı olarak ortaya konulmuştur [2].

Geko kertenkelesinin yapışma mekanizması çoğu kaynakta sadece adezyon olarak ifade edilmesine rağmen aslında burada ifade edilen adezyon; sürtünme ve adezyonun bir kombinasyonudur.

Geko, ayak tabanının konumunu, yönlenmesini sürtünmeden yararlanacak şekilde düzenler. Yukarı doğru bakan ayak parmakları, geko için en uygun sürtünme konumunu sağlama pozisyonudur (spatulaları yüzey üzerinden kaldırmak yerine yüzey boyunca sürükleyerek sürtünme oluşturur). Ayrıca karşılıklı gelen bacaklardaki ayak parmaklarının konumunu da sürtünme etkisi oluşturacak şekilde yönlendirir ve bu durumdan özellikle ters pozisyonda iken daha çok yararlanır [5].



Şekil 3. Van der Waals kuvvetleriyle geko yapışma mekanizması

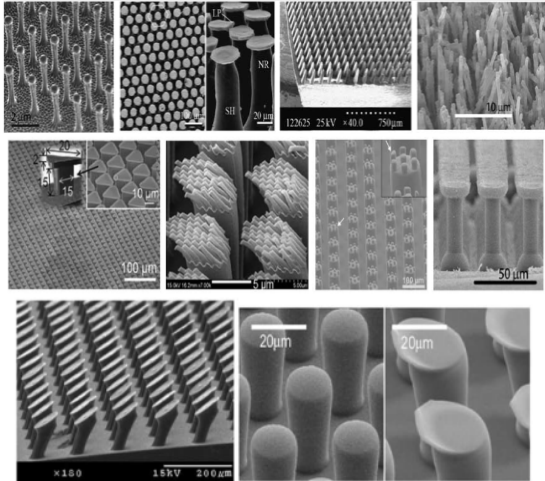
Geko adezyonu esasında birden fazla etkiyi içerir, bunlar [5]:

a) *Van der Waals kuvvetleri*: Atomlar veya moleküller içinde elektronlar asimetric dağılırsa artı ve eksi elektriksel yük merkezleri çakışmaz, bunun sonucu elektriksel kutuplaşma meydana gelir (dipol oluşumu). Van der Waals kuvvetleri zıt işaretli iki kutup arasındaki çekme kuvvetlerinden kaynaklanır. Kısa mesafeli moleküler etkileşim kuvveti olarak düşünülebilir. Geko adım atarken ayak tabanını yüzeye bastırır ve hafifçe

geriye çeker. Böylece spatulaların zeminle maksimum düzeyde teması sağlanır. Diğer bir ifadeyle, spatulalar yüzeydeki çıplak gözle görünmeyen mikroskobik girinti ve çıkıntılara sıkıca tutunurlar. Böylece, ayak ile yüzey arasında moleküler düzeyde Van Der Waals kuvveti oluşur (Şekil 3).

b) Kılcal (kapillar) kuvvetler: Kılcal kuvvetler, iki yüzey arasında oluşan, emilen bir suyun moleküler tabakasının yüzey geriliminin yarattığı, çekici kuvvetlerdir. Bir geko hidrofilik bir yüzeye tırmanırken, gekoyu yerinde tutmak için kılcal kuvvetler van der Waals kuvvetleri ile birleşir. Ancak, hidrofobik yüzeylerde van der Waals kuvvetleri birinci derecede önemli rol oynamaktadır.

c) Temasın bölünmesi: Geko yapışkan sisteminde temas bölme kavramı, tek bir temas yerine çok sayıda küçük temas sağlandığında gözlenen yapışma artışına doğrudan bir açıklama getirmektedir. Arzt ve arkadaşları tarafından geliştirilen bir teori, temasdaki nihai uçların boyutunun hayvanın kütlesi ile ters orantılı olduğunu göstermiştir. Gekoda bu uç boyutu ~ 100 nm iken bir sinekte 2 µm civarındadır [6].



Şekil 4. Polimer fibriler yapılarıdaki farklı uç şekilleri [7]

Fibriler yapışma sistemlerinde yapışma mekaniği, yeterli miktarda yapışma elde edebilmek için dallanmış bir yapı ve çok sayıda temasın sağlanmasına dayanır. Temel etkileşim van der Waals kuvveti gibi gözükmeyle birlikte yukarıda ifade edilen mekanizmalar etkileşimde önemli rol oynarlar. Bunların yanında adezyon için uç geometrisi (geniş bir temas alanı ve eğimli uç yapısı) de son derece önemlidir (Şekil 4). Van der Waals etkileşiminin etkin olduğu boyutlar (1 ila 100 nm) için uç geometrisinin etkisi ihmal edilebilirken yapılan çalışmalarda, sentetik geko yapışma sistemlerinin çoğu 1-100 µm aralığında olduğu için uç geometrisinin etkisinin çok daha önemli olduğu ifade edilmektedir. Yüzeyin durumu yapışmayı etkileyen bir diğer faktördür; yapışma, yüzey pürüzlülüğünün azalmasıyla birlikte artar, yumuşak ve esnek yüzeyler yapışmayı artırır.

4. Geko Benzeri Sentetik Yapıştırıcılar

Van der Waals kuvveti, büyük ölçüde yüzey kimyasından bağımsızdır ve yüzeyler arasındaki mesafeye oldukça bağlıdır; bu nedenle, geko

yapışmasının kimyadan daha çok geometriye bağlı olduğu söylenebilir. Bu keşif, çeşitli materyallerden sentetik geko yapıştırıcıların imal edilmesinin yolunu açmıştır. Geko seta yapısında bulunan keratin proteinleri, geko benzeri yapıştırıcıların üretimi için şart değildir; örneğin, Autumn ve arkadaşları (2002), nano ölçekte sınırlı geko benzeri yapışma sergileyen ilk prototip sentetik geko spatula üretmek için silikon ve polyester kullanmışlardır [2,8].

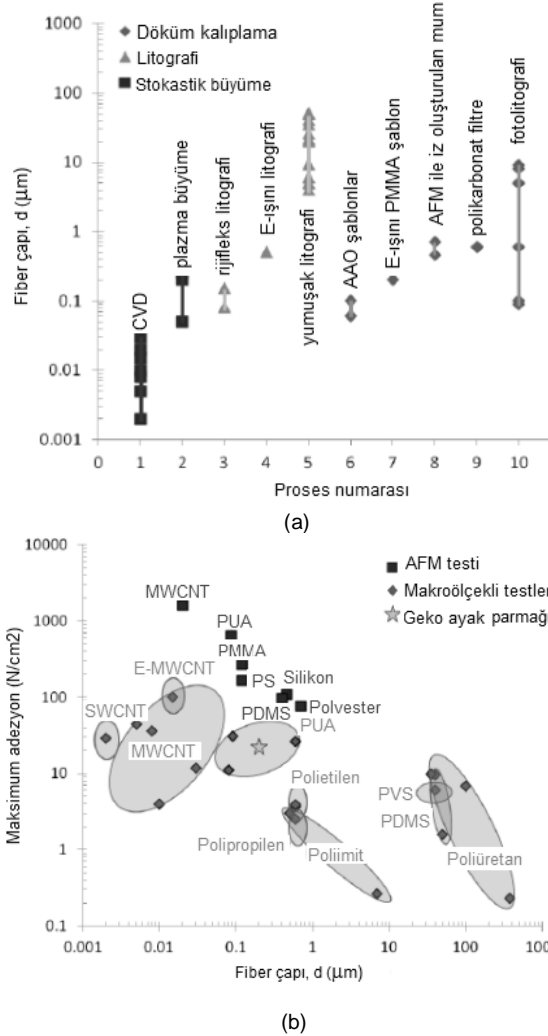
Fibriler yapılı kuru yapıştırıcıların biyomimetik tasarımı, ilgili biyolojik sistemin anlaşılmasıyla sağlanabilir. Bu çerçevede biyomimetik yapıştırıcı tasarımında amaç, Autumn tarafından tanımlanan; anizotropik bağlanma, yüksek çekme-önyükleme (pulloff-preload) oranı, düşük ayırma kuvveti, malzemeden bağımsızlık/Van der Waals yapışması ve kendi kendini temizleme gibi geko yapışma sisteminin fonksiyonel özelliklerini sağlamaktır [9]. Bu özelliklere ulaşabilmek için ilk yaklaşım, geko ayak yapısının geometrik özelliklerini taklit ederek buna yakın bir tasarım yapma esasına dayanır. Bu yaklaşımda dört farklı aşama vardır; i) serbest duran dikey olarak hizalanan mikro/nano-fibriler dizileri yapma, ii) çeşitli uç şekilleri oluşturma, iii) anizotropik geometri dahil; açılı fibril saplar, eğimli uçlar veya her ikisini elde etme ve iv) hiyerarşinin oluşturulması.

Polimerler ve karbon nanotüpler, biomimetik yapıların oluşturulabileceği iki ana malzeme türü olarak ortaya çıkmıştır. Üretim ve sentez teknikleri; i) yukarıdan aşağıya yaklaşımlar; şablon destekli mikro/nano döküm kalıplama ve farklı litografik yöntemler ve ii) aşağıdan yukarıya yaklaşımlar; CNT'ler ve polimerler için stokastik büyüme olarak sınıflandırılabilir [10-14].

Şekil 5 a'da, elde edilen karakteristik fiber boyutlarına göre fibriler yapışkan yapıların oluşturulma metodları özetlenmiştir. Döküm kalıplama işleminde, en küçük özellikler seçilen özel kalıplama şablonları tarafından önceden belirlenir; şablonların negatif gözeneklerinin mikroölçekli ya da nanoölçekli olduğu yerlerde fotolitografi ile desenlendirilen silikon devre levhaları yaygın şekilde kullanılır [15,16]. Doğrudan litografik yöntemler içinde, yumuşak litografi daha yaygın kullanılır, çünkü büyük ölçekli üretim için geleneksel fotolitografiye kıyasla maliyet avantajına sahiptir [17]. Ancak, litografik yöntemler, nano boyuta geçilirken polimerik masterların mekanik bütünlüklerinin kaybedilmesi gibi bir dezavantaja da sahiptir [18]. Daha ince fiberler, fotolitografi ve elektron ışınli litografi gibi daha pahalı ve zaman alıcı litografik yöntemler uygulayarak elde edilebilir [19]. Stokastik büyüme metodu ile geko spatuladan yaklaşık 100 kat daha küçük nano boyutlu fibril yapılar üretilmektedir. Tek cidarlı ve çok cidarlı CNT dizileri, geleneksel plazma güçlendirme ve düşük basınçlı CVD prosesleri ile sentezlenmiştir. [12,20,21].

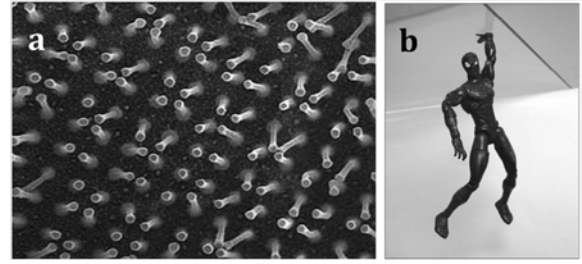
Şekil 5 b, polimer ve CNT esaslı yapıştırıcılardan makro ve nano ölçekte elde edilen maksimum yapışma mukavemetinin fiber çapına göre değişimini göstermektedir. AFM testleri tek tek fibrillerin yapışma mukavemetini gösterirken, makro ölçekli testler tüm yapının yapışma performansını gösterir. Genel olarak lif boyutu daha küçükse, AFM testleri yapışma mukavemetinin daha yüksek olduğunu ortaya koymuştur. Makro ölçekli testler; fibriler dizilerin ortak

etkisi, paketleme yoğunluğu, fiber uyumluluğu, destek malzemeleri ve ön yüklenme gibi diğer faktörlerin ortak etkisini ortaya koymuştur. Şekilden de açıkça görülmektedir ki, CNT'ler hem nano hem de makro ölçekli ölçümlerde en yüksek yapışma değerlerini vermiştir [22].



Şekil 5. a) Çeşitli üretim ve sentez metotları ile elde edilen karakteristik fiber/tüp çapları. CVD: kimyasal buhar biriktirme, AAO: anodik alüminyum oksit, b) Şekil 6. Çeşitli polimer malzemeler için maksimum yapışma mukavemetinin fiber çapına göre değişiminin geko yapışma mukavemeti ile karşılaştırılması. SWCNT: tek cidarlı karbon nano tüp; MWCNT: çok cidarlı karbon nano tüp; E-MWCNT: karışık çok cidarlı karbon nano tüp; PUA: poliüretan akrilat; PVS: polivinil siloksan; PDMS: polidimetilsiloksan; PMMA: poli (metilmetakrilat) PS: polisitren. [22]

Elektron ışını litografisi ve oksijen plazmayla kuru aşındırma kullanılarak üretilen poliimit yapıştırıcı bant Şekil 6'da görülmektedir. 15 cm büyüklüğünde ve 40 g ağırlığındaki oyuncak bu bantla cam bir yüzeye yapıştırılmış ve 0,5 cm² temas alanında 100 g yük taşıma kapasitesine sahip olduğu kaydedilmiştir [23].



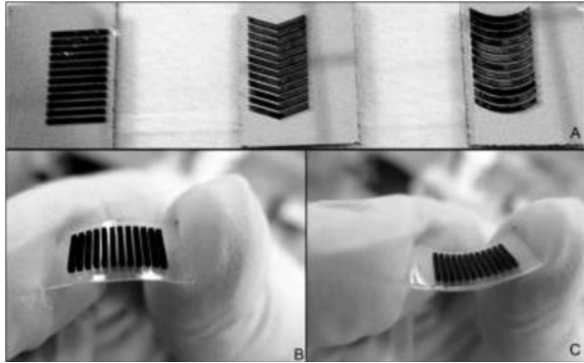
Şekil 6. (a) Poliimit ipikçiklerden üretilen geko yapıştırıcı bantı ve b)bu bant kullanılarak cam bir yüzeye yapıştırılan örümcek adam oyuncacı [23]

5. Dik Hizalanmış Karbon Nanotüp (VA-CNT) Yapıştırıcılar

CNT'ler, polimerik kuru yapıştırıcılara hatta doğal geko ayak yapısına kıyasla, gelişmiş fibriler yapışkanların üretilmesi için kullanılabilmesini sağlayacak çeşitli avantajlara sahiptir. Tekrarlı kullanılabilirlik için büyük yapışal ve mekanik dayanım, düşük/yüksek sıcaklık uygulamaları için kararlılık ve yüksek ısı iletkenlik, iletken yapıştırıcılar ve elektrotlar için mükemmel elektriksel ve elektrokimyasal özellikler bu avantajlardan bazılarıdır [24]. Karbon nanotüp dizilerinin sentezinde kullanılan aşağıdan yukarıya yaklaşımlar, benzeri polimer malzemelere göre geometrik kontrollere çok fazla izin vermektedir. Dik hizalanmış karbon nanotüp (VA-CNT) dizileri, genellikle farklı en/boy oranına, CNT katmanlarının sayısına ve paketleme yoğunluğuna izin veren kontrollü koşullar altında kimyasal buhar birikimi (CVD) yöntemi ile bir altlık üzerinde büyütülür. VA-CNT'lerin büyütülmesinde kullanılacak olan altlıklar için yüksek erime noktalı yarı iletkenler (örneğin Si) ve izolatörler (örneğin kvartz) optimum malzemeler olarak öne çıkmaktadır. Bununla birlikte, bir VA-CNT dizisi ile silikon alt tabakalar arasındaki zayıf arayüzey bağları, tutarsız davranışa ve düşük yapısal kararlılığa neden olabilir, bu da VA-CNT dizilerinin kuru yapıştırıcı olarak ömrünü azaltır. Ayrıca, tüm hiyerarşik fiber yapıların yönlendirildiği ve aynı şekilde dağıtıldığı sağlam ve esnek geko ayak parmaklarıyla karşılaştırıldığında, silikon alt tabaka sert, gevrek ve kırılğan olabilir; bu durum VA-CNT esaslı kuru yapıştırıcı malzemelerin uyumluluğunu azaltır. Bu nedenle, gekodan esinlenilmiş kuru yapıştırıcı uygulamalarını etkinleştirmek için büyüme altlıklarından esnek alt tabakalara VA-CNT dizilerinin aktarılması için kapsamlı bir yöntemin geliştirilmesine ihtiyaç vardır. Son zamanlarda, VA-CNT'lerin farklı alt tabakalara aktarılması için birkaç yöntem geliştirilmiştir. Abdelhalim ve ark., bir püskürtme biriktirme yöntemi kullanarak esnek yüzeylerde yüksek kaliteli kararlı CNT filmlerinin imalatını yapmışlar ancak elde edilen CNT'ler rasgele yönlendirilmiş morfoloji göstermişlerdir. Kang ve ark. VA-CNT dizisini transfer etmek için bir polidimetilsiloksan polimerini ara madde olarak kullanmışlardır, ancak bu işlemin verimliliğinin düşük olduğu ve geliştirilmesi gerektiği ifade edilmiştir. Ayrıca, özellikle VA-CNT dizilerinin polimer esaslı transfer teknikleriyle ilgili olan önceki çalışmalar, transfere odaklanmış, transfer edilen VA-CNT dizileri için mekanik performans yeterince araştırılmamıştır [25].

Konu ile ilgili yoğun çalışmalar yapılmasına rağmen, gekodan ilham alan farklı geometrilere sahip yapıştırıcıların çoğu, mikro-setadan nano-spatulaya geçiş hiyerarşisine ve malzemesine odaklanmış, lamel ve destekleyici (scansor-gekonun ayak tabanı) bölümler mimetik yapıştırıcıların tasarımı sırasında nadiren ele alınmıştır. Tian ve arkadaşları lamel derisinin ve özelliklerinin (örneğin rijitlik) dizilerin etkin ve kontrollü bir şekilde yüzeye tutunması ve ayrılmasına önemli ölçüde katkıda bulunduğunu göstermişler ve tutunduğu yüzeyden spatulaları kaldıramamayı sağlamak için hibrid, üç eklemlili, geko benzeri lamel yapıyı üretmişlerdir [26].

Li ve arkadaşları, karbon nanotüpün kavisli bir lamel gibi büyüdüğü, geko ayağını taklit eden, tamamen yeni bir düzenli dizilmiş karbon nanotüp yapışkan yüzey tasarlamışlardır. Yaptıkları çalışmada, geko lamellerinin geometrik parametrelerinin analizi yardımıyla, yeni tasarlanan biyomimetik yapıyı elde etmek için fotolitografi, elektron ışını katalizörü depolaması ve kimyasal buhar çöktürme teknolojilerini birleştirerek kullanmışlardır (Şekil 7A). Daha sonra bu CNT dizisini, bir geko ayak parmağı taban yapısına (scansor) benzeyen yumuşak polimer astara aktarmışlardır (Şekil 7B). Normal gerilmeyi, kayma gerilmesini ve sürtünmeyi sistematik olarak ölçerek kavisli şeklin kaymadaki sürtünmeyi ve anizotropik kuvvet dağılımını etkileyebileceğini göstermişlerdir.



Şekil 7. Geko ayağı benzeri düzenlenmiş CNT yapıştırıcı yüzeyler: A. Farklı eğri şekillere sahip, Termal CVD CNT (soldan sağa: doğrusal, testere dişi, dairesel). B. Yumuşak bir polimer üzerine transfer edilmiş CNT kuru yapıştırıcı [27]

Matris malzemesi olarak çeşitli plastikler ve CNT kullanılarak farklı yöntemlerle geliştirilen geko benzeri yapıştırıcıların performansları Tablo 1'de karşılaştırılmıştır. CNT esaslı yapıştırıcılarda oldukça yüksek yapışma performansı ve güçlü mekanik özelliklerin elde edilebildiği, ancak bu tür yapıştırıcılarda yüksek bir yapışma kuvveti için her zaman yüksek bir ön yüklemeye gerekmesi ve iplikçiklerin yüzeyden ayrılmasının oldukça zor olması bu yapıların dezavantajlarıdır.

6. Sonuçlar

Son yıllarda geko kertenkelesinden ilham alınarak keşfedilen ve geliştirilmeye çalışılan biyomimetik yapıştırıcıların, yeni bir mühendislik malzemesi olarak, ortaya konulan avantajlarıyla, büyük bir potansiyele sahip olduğu son derece açıktır. Ancak geko yapışma davranışıyla ilgili bilinenler hala akademik düzeyde ve

sadece bazı yüzeylerdeki (pürüzsüz ve sert) teması ile sınırlıdır. Daha yaygın hale gelmesi ve kullanılabilmesi için, şu ana kadar yapılan çalışmalarda ihmal edilen; viskoelastisite, yumuşak malzemelerle temas, kaba yüzeylerle temas, kendi kendini temizleme gibi bazı konuların ele alınması ve çalışılması gerekmektedir.

Tablo 1. Fibriler yapıştırıcıların karşılaştırılması (cam yüzeyde)

Malzeme	Modül (GPa)	90° Soyuma testi (N/m)	Çekme (pull-off) (N)	Kesme (N)	Alan (mm ²)	Normal ön yüklemeye (N/cm ²)	Referans
Geko							
beta keratin	2	~0	1	10	100	<0.01	[28]
beta keratin	1.5	-	~0	0.27	0.5	<0.05	[29]
Sert polimer dizileri							
poliimid	2	-	0.53	~0	196	0.25	[30]
polipropilen	1	< 0.1 N/cm	~0	4	240	0.05	[29]
parilen	2.8	-	0.7	-	100	1	[31]
PMMA	2.8	-	~0	3	100	<1	[32]
Karbon nanotüp							
Si üzerinde CNT	1000	-	~5	~2.5	16	125	[20]
Si üzerinde CNT	1000	-	~3	~16	16	125	[12]
Polipropilen üzerinde MWCNT	1000	-	-	45	100	50	[33]
Yumuşak polimer							
poliüretan	3 MPa	-	5	10	100	-	[34]
Poliüretan akrilat	19.8 MPa	-	15	78	300	0.3	[35]
PVS	3 MPa	~1	0.4	-	7	2	[36]
PDMS	1.75M Pa	-	0.5	1.7	100	0.25	[37]

Bahsedilen konuların geliştirilmesi halinde, gekodan ilham alınarak geliştirilen yapıştırıcıların hangi alanlarda kullanılabileceğine dair birkaç örnek şu şekilde verilebilir. Halen geliştirilmekte olan uygulamalara bakıldığında, tıbbi yapıştırıcıların büyük bir potansiyele sahip olduğu ve tırmanan robotların geliştirilebileceği açıkça görülmektedir. Tüketici ürünlerinde, geko yapıştırıcılar giyimde cırt-cırt tutturucuların ve fermuarların yerini alabilir, ayrıca tırmanma eldivenleri gibi spor malzemeleri olarak kullanılabilir. Yapışmanın tekrarlı sağlanabilmesi, kontrol edilebilir yapısı ve yüksek bağlanma kuvveti, biyomimetik yapıştırıcılar için daha etkileyici uygulama alanları ortaya koyabilecek; belki geçici veya acil inşaat işleri için bir bağlantı elemanı olarak işlev görebilecektir.

Kaynaklar

- [1] Schleich, H.H. and Kastle, W, Ultrastrukturen an Gecko-Zehen (Reptilia: Sauria:Gekkonidae), Amphib.-Reptil, 7, 141–166, 1986.
- [2] Autumn, K. and Gravish, N, Gecko adhesion: evolutionary nanotechnology, Phil. Trans. R. Soc. A, 366, 1575–1590, 2008.
- [3] Zhou, M; Pesika, N; Zeng, H; Tian, Y; Israelachvili J, Recent advances in gecko adhesion and friction

- mechanisms and development of gecko-inspired dry adhesive surfaces, *Friction*, 1, 114–129, 2013.
- [4] Wu, X; Wang, X; Mei, T; Sun, S, Mechanical analyses on the digital behaviour of the Tokay gecko (Gekko gecko) based on a multi-level directional adhesion model, *Proc. R. Soc. A*, 471:20150085,2015.
- [5] Northen, M.T., A Micro/Nano-Fabricated Gecko-Inspired Reversible Adhesive, Doctoral thesis, University Of California, 2006.
- [6] Arzt, E; Gorb, S; Spolenak, R, From micro to nano contacts in biological attachment devices. *Proc. Natl Acad. Sci. USA* 100, 603–606, 2003.
- [7] Mengüç, Y. and Sitti, M., *Gecko-Inspired Polymer Adhesives*, Polymer Adhesion, Friction, and Lubrication, First Edition. Edited by Hongbo Zeng. Published by John Wiley & Sons, Inc. 2013.
- [8] Autumn, K. et al. Evidence for van der Waals adhesion in gecko setae. *Proc. Natl Acad. Sci. USA* 99, 252-256, 2002.
- [9] Persson, B.N.J, *Mrs Bulletin*, 32, 486, 2007.
- [10] Northen, M.T; Turner, K. L, *Nanotechnology*, 16, 1159, 2005.
- [11] Northen, M.T; Turner, K. L, *Sensors and Actuators A-Physical*, 130, 583, 2006.
- [12] Qu, L; Dai, L; Stone, M; Xia, Z; Wang, Z.L, Carbon nanotube arrays with strong shear binding-on and easy normal lifting-off, *Science*, vol. 322, 238-242, 2008.
- [13] Murphy, M.P; Aksak, B; Sitti, M, *Small*, 5, 170, 2009,.
- [14] Jeong, H.E; Lee, J.K; Kim, H.N; Moon, S.H; Suh, K.Y, *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 106, 5639, 2009.
- [15] Kim, S; Sitti, M, *Applied Physics Letters*, 89, 2006.
- [16] Yoon, H; Jeong, H.E; Kim, T.I; Kang, T.J; Tahk, D; Char, K; Suh, K. Y, *Nano Today*, 4, 385, 2009.
- [17] Xia, Y.N; Whitesides, G.M, *Annual Review of Materials Science*, 28, 153, 1998.
- [18] Delamarche, E; Schmid, H; Michel, B; Biebuyck, H; *Advanced Materials*, 9, 741, 1997.
- [19] Geim, A.K; Dubonos, S.V; Grigorieva, I.V; Novoselov, K.S; Zhukov, A.A; Shapoval, S.Y, *Microfabricated adhesive mimicking gecko foot-hair*, *Nature Materials*, 2, 461, 2003.
- [20] Qu, L. and Dai, L., *Gecko-Foot-Mimetic aligned single-walled carbon nanotube dry adhesives with unique electrical and thermal properties*, *Advanced Materials*, 19, 3844-3849, 2007.
- [21] Ge, L; Sethi, S; Ci, L; Ajayan, P.M; Dhinojwala, A, *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 104, 10792, 148, 2007.
- [22] Hu, S. and Xia, Z., *Rational Design and Nanofabrication of Gecko-Inspired Fibrillar Adhesives*, *small*, 8, 2464–2468, 2012.
- [23] Han, Z; Mu, Z; Wei, Y; Wen, L; Niu, S; Zhang, J; Ren, L, *Biomimetic multifunctional surfaces inspired from animals*, *Adv. Colloid Interface Sci.*, 234,27-50, 2016.
- [24] Hu, S; Xia, Z., and Dai, L., *Advanced gecko-foot-mimetic dry adhesives based on carbon nanotubes*, *Nanoscale*, 5, 475, 2013.
- [25] Li, Y; Zhang, H; Yao, Y; Li, T; Zhang, Y; Li, Q., and Dai, Z., *Transfer of vertically aligned carbon nanotube arrays onto flexible substrates for gecko-inspired dry adhesive application*, *RSC Adv.*, 5, 46749, 2015.
- [26] Tian, Y; Wan, J; Pesika, N; Zhou, M, *Bridging nanocontacts to macroscale gecko adhesion by sliding soft lamellar skin supported setal array*, *Scientific Reports* 3, Article number: 1382, (2013).
- [27] Li, Y; Zhang, H; Dai, Z; Toth, G; Kordas, K; Yao, Y; Zhang, Y; Li, Q, *Proceedings of the 5th International Conference on Nanotechnology: Fundamentals and Applications Paper No. 119*, 2014, Prague, Czech Republic.
- [28] Autumn, K; Liang, Y.A; Hsieh, S.T; Zesch, W; Chan, W.P; Kenny, T.W; Fearing, R. and Full, R.J., *Adhesive force of a single gecko foot – hair*, *Nature*, 405, 681 – 5, 2000.
- [29] Lee, J; Majidi, C; Schubert, B; Fearing, R.S., *Sliding induced adhesion of stiff polymer microfiber arrays: 1. Macroscale behaviour*, *Journal Royal Society, Interface*, 5, 835-844, 2008.
- [30] Davies, J; Haq, S; Hawke, T. and Sargent, J.P., *A practical approach to the development of a synthetic Gecko tape*, *Int. Jnl. of Adhesion and Adhesives*, doi:10.1016/j.ijadhadh.2008.07.009.
- [31] Kustandi, T.S; Samper, V.D; Yi, D.K; Ng, W.S; Neuzil, P. and Sun, W. *Self-assembled nanoparticles based fabrication of gecko foot-hair-inspired polymer nanofibers*, *Advanced Functional Materials*, 17, 2211-2218, 2007.
- [32] Jeong, H.E; Lee, S.H; Kim, P. and Suh, K.Y. *High aspect-ratio polymer nanostructures by tailored capillarity and adhesive force*, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 313-314, 359-364, 2008.
- [33] Maeno, Y. and Nakayama, Y. *Geckolike high shear strength by carbon nanotube fiber adhesives*, *Appl. Phys. Lett.*, 94, 012103, 2009.
- [34] Murphy, M.P; Aksak, B; Sitti, M, *Gecko-inspired directional and controllable adhesion*, *Small*, 5, 170–175, 2009.
- [35] Jeong, H.E; Lee, J.-K; Kim, H.N; Moon, S.H. and Suh, K.Y., *A non transferring dry adhesive with hierarchical polymer nanohairs*, *Proc. Nat. Acad. Sci. Mar.* 20, 2009.
- [36] Gorb, S; Varenberg, M; Peressadko, A. and Tuma, J, *Biomimetic mushroom-shaped fibrillar adhesive microstructure*, *Journal of The Royal Society Interface*, doi:10.1098/rsif.2006.0164, 2006.
- [37] Parness, D; Soto, N; Esparza, N; Gravish, M; Wilkinson, K; Autumn and Cutkosky, M, *A microfabricated wedge-shaped adhesive array displaying gecko-like dynamic adhesion, directionality and long lifetime*, *Journal of the Royal Society, Interface* March 18, 2009. doi: 10.1098/rsif.2009.0048

A COMPARATIVE STUDY OF THE LEVITATION FORCE MEASUREMENTS IN Ba-Ca-Cu-O SUPERCONDUCTOR

Ba-Ca-Cu-O SÜPERİLETKENLERİNDEKALDIRMA KUVVETİ ÖLÇÜMLERİNİN KARŞILAŞTIRMALI ÇALIŞMASI

Şahin Ünlüer^a, İbrahim Karaca^b

^a Bor Vocational School, Niğde Ömer Halisdemir University, 51240 Niğde, Turkey, E-mail: sunluer@ohu.edu.tr

^b Department of Physics, Niğde Ömer Halisdemir University, 51240 Niğde, Turkey, E-mail: i.karaca@ohu.edu.tr

Özet

Yeni nesil ulaşım sistemleri içerisinde Maglev sistemi oldukça çekicidir. Bu anlamda, Ba-Ca-Cu-O süperiletkeninin kaldırma kuvveti ölçümleri alansız (ZFC) ve alan altında soğutma (FC) işlemleri ile araştırıldı. Nano Sn katkısının $Ba_2Ca_3Cu_{6-x}Sn_xO_y$ ($x = 0.0; 0.5; 1.0; 1.5; 2.0$) malzemelerinin manyetik akı kapasitesi üzerindeki etkileri araştırıldı. Hem ZFC hem de FC sonuçları literatürle uyum içerisindedir. Bu sonuçlar kaldırma kuvvetinin uzaklıkla doğrusal olmayan bir ilişkiye sahip olduğunu göstermektedir. FC işleminde, her bir ölçümde iki çevrim vardır. Literatürde olduğu gibi FC, ZFC verilerinden daha büyük kuvvet değerlerine sahiptir.

Anahtar kelimeler: Ba-Ca-Cu-O süperiletkeni; SnO; düşük-sıcaklık fazı; XRD; SEM.

Abstract

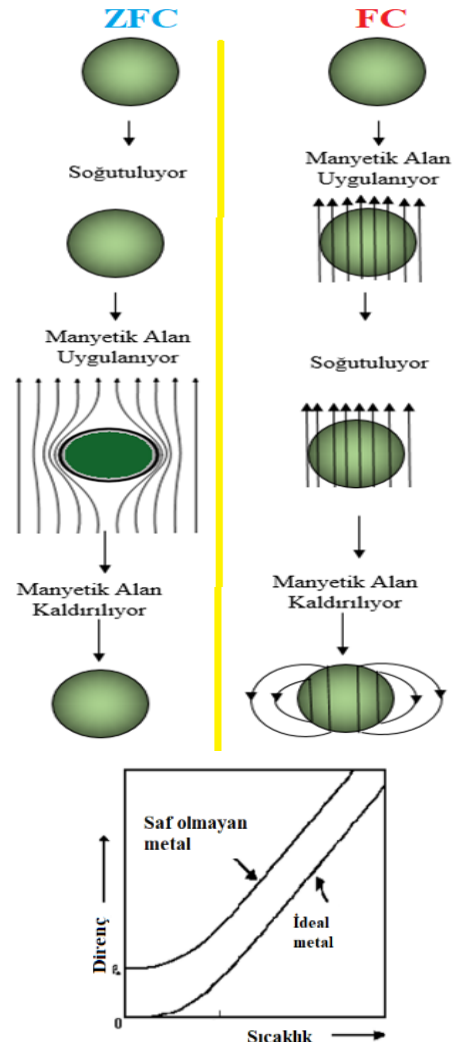
Maglev has an attractive field in then extgeneration transportation. Meanwhile, the levitation forces measurements of Ba-Ca-Cu-O superconductor via Field-cooled (FC) and zero-fieldcooled (ZFC) process were investigated. The nano Sn dopanteffect on the magnetic flux capacity of $Ba_2Ca_3Cu_{6-x}Sn_xO_y$ ($x = 0.0; 0.5; 1.0; 1.5; 2.0$) samples has been investigated. The both ZFC and FC results are compatible with the literature. They have shown a nonlinear relationship between the levitation force and distance. Inthe FC process, there are two loops in each measurment. FC has greater force values than ZFC data, as in the literature.

Keywords: Superconducting Levitation Force; Ba-Ca-Cu-O superconductors; Fieldcooled(FC); Zero fieldcooled(ZFC); Nano Dopant.

1. Giriş

1911 yılında H.K. Onnes tarafından süperiletkenlik saf civanın oda sıcaklığından yaklaşık 4 K' e kadar soğutulmasıyla keşfedilmiştir. Bu da gösteriyor ki süperiletkenlik açısından malzemenin soğutulma işlemi birinci derecede öneme sahiptir. 1933 yılında Meissner tarafından süperiletkenlerde Manyetik alanın dışarlanması özelliğinin keşfedilmesi (bu özellik Meissner etkisi olarak adlandırılmıştır) süperiletkenlik açısından ikinci derecede öneme sahip olan malzemenin manyetik geçişini tanımlamasıdır. Bu

ideal iletken ile süperiletkenin farklılıklarını ortaya koyan iki farklı soğutma işlemidir, yani bunlar alansız soğutma (ZFC) ve alan altında soğutma (FC) işlemleridir. Bu iki farklı işlem ideal iletken ve süperiletken için şematik olarak Şekil 1 ve 2' de verilmektedir.



Şekil1 İdeal iletken için alansız(ZFC) ve alan altında(FC) soğutma işlemi (Bu çizimler Rose-Innes 'in kitabındaki şekilden esinlenilmiştir).

Maglev sistemi yarım asırdır ulaşımda sağlamış olduğu konfor ve teknoloji bakımından oldukça dikkat çekici olmuştur. Maglev sistemi tamamen süperiletkenlerin temel özelliklerinden biri olan Meissner özelliğine benzer şekilde gözlenen manyetik kaldırma kuvveti esasına dayanır. Bu kuvvet temelde karşımıza itici ve çekici kuvvetler olmak üzere iki farklı şekilde karşımıza çıkmaktadır. Manyetik kaldırma kuvveti ölçümü ise araştırmacılar tarafından genellikle statik ölçüm yöntemi tercih edilmekle beraber az da olsa dinamik ölçüm yöntemi de tercih edilmektedir. Ayrıca bu ölçüm yöntemleri için alansız ve alan altında soğutma işlemleri uygulanarak süperiletkenlerin özellikleri pek çok araştırmacı tarafından kullanılan inceleme yöntemleridir

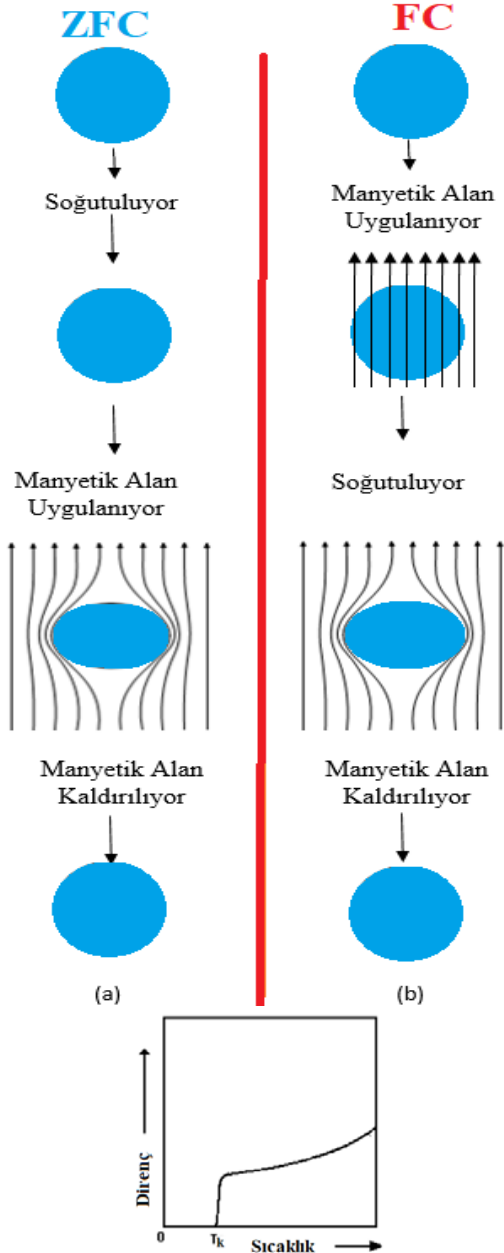
Bu çalışmada $Ba_2Ca_3Cu_{6-x}Sn_xO_y$ ($x = 0.0; 0.5; 1.0; 1.5; 2.0$) için alansız ve alan altında manyetik kuvvet ölçümleri ile incelemesi gerçekleştirildi.

2. Sonuçlar ve Tartışma

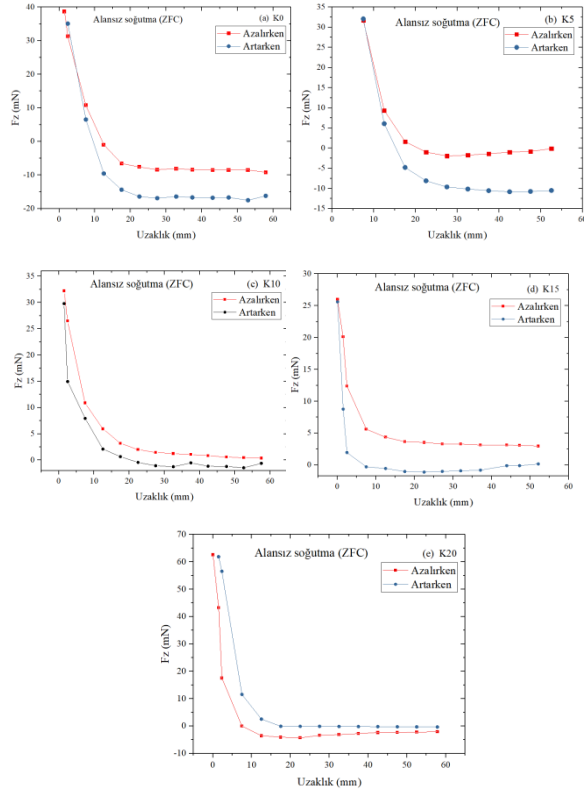
Ba-Ca-Cu-O süperiletkenleri için alansız soğutma (ZFC) altında Manyetik kuvvetin uzaklık ile değişimi Şekil 3 (a) K0 (b) K5 (c) K10 (d) K15 ve (e) K20 de verilmektedir. Şekil 3 (a-e) den de görüleceği gibi malzemelerin tamamında histeretik davranış görülmektedir. Bu histerezis bölgesinin yani tuzaklanan akı miktarının en büyük olduğu bölge Şekil 3.a 'da K0 malzemesinde görülmektedir. Kalay katkı miktarı arttıkça bu histerezis bölgesinin daraldığı ve tuzaklanan akı miktarının azaldığı görülmektedir. Başka bir deyişle alansız soğutma işleminde artan kalay miktarı, malzemelerin akı tuzaklama kabiliyetinin olumsuz şekilde etkilenmesine sebep olarak azalmasına yol açmıştır.

Ba-Ca-Cu-O süperiletkenleri için alan altında soğutma (FC) ile Manyetik kuvvetin uzaklık ile değişimi Şekil 4 (a) K0 (b) K5 (c) K10 (d) K15 ve (e) K20 de verilmektedir. Şekil 4 den de görüleceği gibi alan altında soğutma işlemi ile alınan her bir manyetik kaldırma kuvvetinin uzaklıkla değişimi en az iki tam çevrim içerecek şekilde yalmıştır. Alan altında soğutmanın temel etkisi olarak birinci çevrimden sonra elde edilen her malzemenin kendi özelliğine bağlı olan tuzaklanan manyetik akı miktarıyla doğrudan ilişkili olarak manyetik kaldırma kuvveti değerleri artmaktadır. Bu özellik yapılan tüm ölçümlerde benzer şekilde görülmektedir. Bu da literatür ile uyum içerisinde.

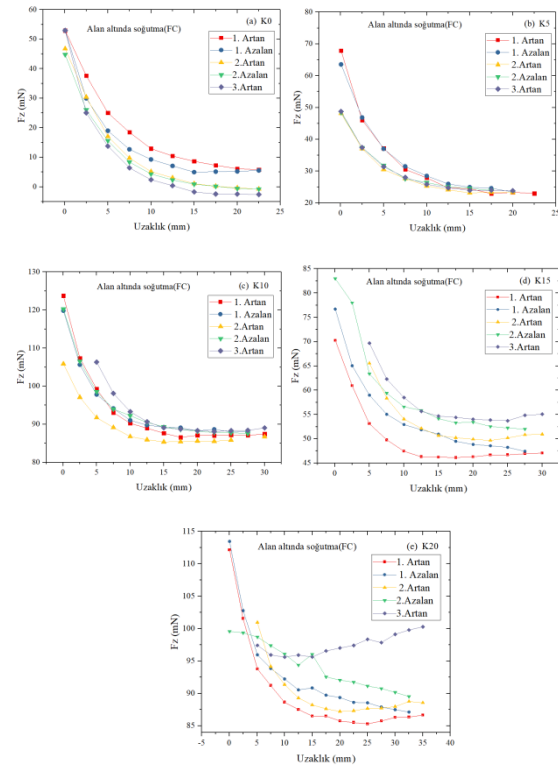
Ölçüm sonuçlarını karşılaştırmak için ikinci çevrime ait uzaklık azalırken kuvvet değerleri üzerinden karşılaştırma yapıldığında K0 malzemesinde bu değerler yaklaşık olarak en düşük 0 mN iken en büyük değeri 44 mN, K5 malzemesinde bu değerler yaklaşık olarak en düşük 25 mN iken en büyük değeri 48 mN, K10 malzemesinde bu değerler yaklaşık olarak en düşük 90 mN iken en büyük değeri 120 mN, K15 malzemesinde bu değerler yaklaşık olarak en düşük 50 mN iken en büyük değeri 84 mN, K20 malzemesinde bu değerler yaklaşık olarak en düşük 88 mN iken en büyük değeri 98 mN olarak almaktadır. Bu sonuçlar alan altında soğutma işleminde artan kalay katkısı miktarının tuzaklanan akı miktarı ile doğrudan ilişkili olan manyetik kaldırma kuvvetinin olumlu etkilendiğini göstermektedir. Ayrıca bu sonuçlar artan kalay miktarıyla birlikte çevrim başlangıç manyetik kaldırma kuvveti değerinin olumlu şekilde etkilenecek daha yüksek değerler aldığı bölgelere doğru kaydığı görülmektedir.



Şekil2 Süperiletken için alansız(ZFC) ve alan altında(FC) soğutma işlemi(Bu çizimler Rose-Innes 'in kitabındaki şekilden esinlenilmiştir).



Şekil 3 (a) K0 (b) K5 (c) K10 (d) K15 (e) K20 Süperiletkenleri için alansız soğutma (ZFC) ile Manyetik kuvvetin uzaklık ile değişimi.



Şekil 4 (a) K0 (b) K5 (c) K10 (d) K15 (e) K20 Süperiletkenleri için alan altında soğutma (FC) ile Manyetik kuvvetin uzaklık ile değişimi.

Yapılan bu çalışmada alansız ve alan altında soğutma ile elde edilen ölçüm sonuçları kalay katkısının Ba-Ca-Cu-O süperiletkenlerinin akı tuzaklama özelliğini artırdığı dolayısıyla kritik akım yoğunluğunu da olumlu yönde etkileyeceği beklenmektedir. Bu özelliklerinden dolayı Ba-Ca-Cu-O süperiletkenleri pek çok farklı uygulama alanlarında kullanılabilmesi açıktır.

Teşekkür

Bu çalışma, Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi BAP Birimi tarafından FEB2016/25 nolu, BAGEP projesi kapsamında desteklenmiştir.

Kaynaklar

- [1] Onnes, H.K. (1911) The Resistance of Pure Mercury at Helium Temperatures. Commun. Phys. Lab. Univ. Leiden, 12, 1.
- [2] Kareem A. Jasim, Tariq J. Alwan and Ilham K. Onees, Preparation and Physical Properties of Doped Bi_{2-x}Sb_xSr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ} Superconductors, ZANCO Journal of Pure and Applied Sciences, ZJPAS (2016), 28 (s6); s22-s26
- [3] Y.Y. Xue, Y.Y. Sun, I. Rusakova, D.K. Ross, Z.L. Du, N.L. Wu, Y. Cao, L. Gao, B. Hickey, C.W. Chu, Phase identification of the new 126 K Ba–Ca–Cu–O Superconductor, Physica C 294 ,1998. 316–326.

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF COATING THICKNESS ON THE COATING PROPERTIES OF HVOF SPRAYED WC/Co COATING TO AISI 420 STAINLESS STEEL

AISI 420 PASLANMAZ ÇELİKLER ÜZERİNE HVOF YÖNTEMİ İLE WC/Co KAPLANMASINDA KAPLAMA ÖZELLİKLERİNE KAPLAMA KALINLIĞININ ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Ümit ZEYBEK^a, Osman ASI^b

^aKastamonu Üniversitesi, Abana Sabahat Mesut Yılmaz MYO, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, Kastamonu, Türkiye, E-posta: uzeybek@kastamonu.edu.tr

^bUşak Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Uşak, Türkiye, E-posta: osman.asi@usak.edu.tr

Özet

Bu bildiride AISI 420 paslanmaz çelik altlık üzerine farklı kalınlıklarda WC/Co tozu HVOF (Yüksek hızlı oksijen yakıt) püskürtme yöntemi ile kaplanmıştır. Numunelere 150µm, 250µm ve 350µm (yuvarlatılmış ortalama kalınlık değeri) kalınlıkta kaplama yapılmıştır. Kaplamalar NiCr bağlayıcı ve bağlayıcı olarak üretilmiştir. Metalografik numune hazırlığından sonra optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile kaplama mikroyapıları incelenmiş, mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. Kaplama kalınlığının kaplama özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Ayrıca NiCr bağlayıcı tabakanın, kaplama üzerine etkisi incelenmiştir. AISI 420 paslanmaz çeliğin HVOF yöntemi ile farklı kalınlıklarda WC/Co kaplamasında, kaplama kalınlığı arttıkça kaplama sertliğinin arttığı, NiCr bağlayıcı numunelerin bağlayıcı numunelere göre daha düşük sertliğe sahip olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Anahtar kelimeler: AISI 420, HVOF, WC/Co, NiCr

Abstract

In this study, AISI 420 stainless steel base plate was coated using WC/Co sprayed HVOF (High Velocity Oxygen Fuel) process at different coating thicknesses. Each sample was coated using coating thickness values of 150µm, 250µm and 350µm (rounded average thickness). Samples were produced with and without using NiCr as binder. Following the metallographic preparation of the samples, their microstructures were analyzed using optical microscope and scanning electron microscope (SEM) and their microhardness measurements were taken. The effect of coating thickness on coating properties was analyzed. Moreover, the effect of NiCr binding layer on the coating was explored. It was found that coating hardness of AISI 420 stainless steel subjected to WC/Co sprayed HVOF process increases as the coating thickness increases, and that samples with NiCr binder have a lower hardness value when compared to those without NiCr binder.

Keywords: AISI 420, HVOF, WC/Co, NiCr

1. Giriş

Makine parçaları birlikte çalışırken temas yüzeyleri arasında oluşan sürtünme, aşınma, yüksek sıcaklık vb. gibi sebeplerden dolayı yüzey kayıpları meydana gelmektedir. Bunun gibi yüzey olayları parça boyutlarının değişmesine, tolerans dışına çıkmasına ve parçaların birbirleriyle uyumlu çalışmamasına neden olmaktadır. Aşınma ve korozyona karşı dayanıklı tamamen özel malzemelerden bileşenler oluşturulabilir. Ancak bu çok pahalı bir çözüm yöntemidir. Yüzey olaylarına karşı, düşük maliyetli ve seri üretme kabiliyetine sahip olan kaplamalar mühendislik çözümleri olarak ortaya çıkmıştır [1].

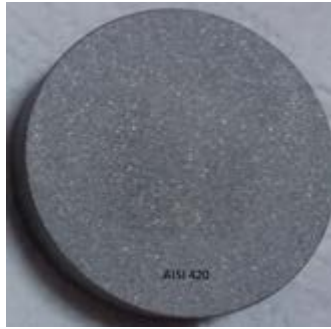
Martenzitik paslanmaz çelikler; karbon miktarı %0,1 den fazla olan çelik grubuna girer. Isıl işlem uygulanabilir olup orta seviyede korozyon direnci gösterirler. Hacim merkezli tetragonal kafes yapısına sahiptir. Manyetiktir. Miller, pimler uygulama alanlarıdır. ASTM 410, 420, 440A, 440C vs. çelikler bu guruba girer [2].

Yüksek hızda oksijen-yakıt püskürtme yöntemi 1970 lerin sonunda 1980 lerin başında alternatif olarak geliştirilmiş bir kaplama türüdür. 2005 yılından bu yana önemli derecede gelişme göstermiş olup günümüzün en önemli kaplama türlerinden biridir. Gaz yakıt ve sıvı yakıt olmak üzere iki çeşittir. Gaz yakıtlı türlerinde propilen, propan, doğal gaz, hidrojen kullanılırken sıvı yakıtlı türlerinde kerosen ve Jet-A (Gazyağı) gibi sıvı yakıtlar kullanılmaktadır [3]. Çalışma prensibi, toz ortamında bulunan kaplama malzemesinin, taşıyıcı gaz yardımıyla püskürtme tabancası içerisindeki yanma odasına taşınmasıdır. Yakıt ile oksijen püskürtme tabancası içerisinde karıştıktan sonra dışarıya püskürtülür. Püskürtme tabancası ağızında gerçekleşen yanma işlemi ile yarı ergimiş hale gelen toz malzeme, sahip olduğu yüksek kinetik enerji ile birlikte kaplanacak malzeme üzerine yayılır [4]. HVOF yöntemi ile yüksek bağ mukavemetine sahip, porozitesi (gözeneklilik) düşük, yoğunluğu yüksek, aşınma ve korozyon direnci yüksek olan kaplamalar elde edilir. Bu sistemde sıcaklık 3000-3500 K'e kadar çıkabilmektedir Gaz hızı 2000 m/s yi aşarken, partiküllerin hızı 400-800 m/s arasında değişebilir. Bu hızlara sahip olması kaplamanın kalitesini arttırmaktadır. Ayrıca gaz çıkış hızının yüksek olması sebebiyle +133 dBA' ya kadar çıkabilen gürültüye sebep olmaktadır. Bu sebepten dolayı işlem süreci, işçi sağlığı ve iş güvenliği açısından kapalı kabinlerde yapılmalıdır [5]. Pompa, valf, piston, mil, rulman gibi birçok makine elemanlarının

kaplanmasında kullanılan bir yöntemdir [6]. Bu yöntem için en çok tercih edilen kaplama materyali tungsten karbürdür. Yöntemde yanma sıcaklığının düşük olması nedeniyle yüksek oranlı karbür kaplamalar ortaya çıkarır [7].

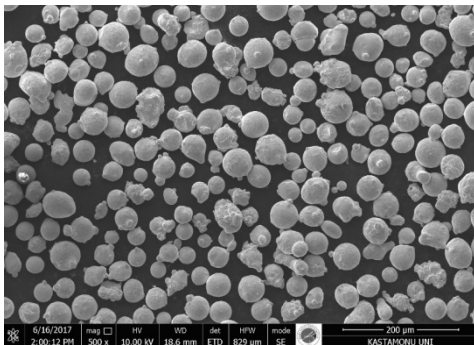
2. Materyal ve Metot

Numuneler $\varnothing 50 \times 10$ mm boyutlarında üretilmiştir. Kaplama işlemi esnasında kaplama tozlarının altlık malzemesine iyi derecede yapışmasını sağlayabilmek için yüzey tiner ile iyi bir şekilde temizlenmiştir. Temizlik işleminden sonra yüzeyde oksidasyon olmaması için $70-80^{\circ}\text{C}$ arasında ısıtma işlemi yapılmıştır. Ardından kaplama tozlarının, altlık malzemesi yüzeyine iyi bir şekilde yapışmasını sağlayabilmek için yüzeyi pürüzlendirmek amacıyla kumlama işlemi yapılmıştır. Kumlama işlemi sonrası yüzey pürüzlülüğü $Ra=5.286 \mu\text{m}$ değeri elde edilmiştir [8]. Kumlama yapılmış altlık parçasına ait görüntü Şekil 1' de gösterilmiştir.

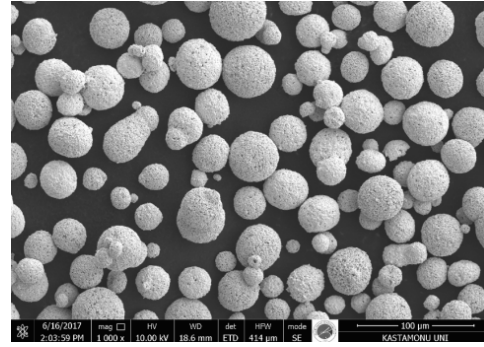


Şekil 1. AISI 420 Altlık malzemelerinin kumlama sonrası görüntüsü

Kumlama işlemi sonrasında numunelerin yarısı NiCr bağlayıcı ile kaplanmıştır. Yarısı ise bağlayıcısız bir şekilde WC/Co ile kaplanmıştır. NiCr bağlayıcı tozunun SEM görüntüsü Şekil 2'de, WC/Co kaplama tozunun SEM görüntüsü ise Şekil 3'de gösterilmiştir.



Şekil 2. NiCr 80/20 bağlayıcı tozunun SEM görüntüsü (500X)



Şekil 3. WC/Co 88/12 kaplama tozunun SEM görüntüsü (1000X)

Numunelerin kaplama işlemleri Metser Kaplama LTD. ŞTİ. firmasında MEC marka Hipojet 2700 modeldeki kaplama cihazı ile yapılmıştır. HVOF yöntemi ile yapılan kaplama işlemi sırasında uygulanan kaplama parametreleri Çizelge 1' de gösterilmiştir.

Çizelge 1. HVOF yöntemi kaplama parametreleri

WC-Co 88/12 Kaplama Parametreleri	
Tüp Çıkış Basınç Değerleri	
Oksijen Basıncı (bar)	17
Asetilen Basıncı (bar)	10
Hava Basıncı (bar)	6
Toz Debisi (g/dak)	38
Sprey Mesafesi (mm)	250
Akış Miktarı (Debi)	
Oksijen (LPM)	250
Asetilen (LPM)	60
Hava (LPM)	800

3. Deneysel Çalışmalar

Altı adet AISI 420 paslanmaz çelik üzerine bağlayıcı ve bağlayıcısız olarak $150\mu\text{m}$, $250\mu\text{m}$ ve $350\mu\text{m}$ kalınlıklarında WC/Co kaplanmış numuneler Çizelge 2' deki gibi numaralandırılmıştır.

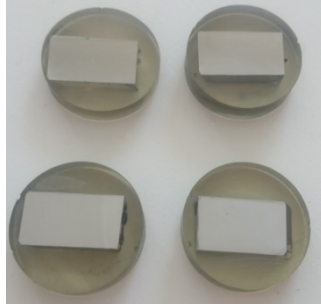
Çizelge 2. Numune Numaralandırma Listesi

Numune Numarası	Altık Malzemesi	Kaplama Kalınlığı (μm)	Bağlayıcı Tabakası
1	AISI 420	150	Var
2	AISI 420	150	Yok
3	AISI 420	250	Var
4	AISI 420	250	Yok
5	AISI 420	350	Var
6	AISI 420	350	Yok

3.1. Metalografik Numune Hazırlama

Numunelerin deney cihazlarında uygun bir şekilde kullanılabilmesi için kesme işlemi gerçekleştirilmiştir. Kesme işlemi Metkon marka Metacut-M model kesme

cihazı ile yapılmıştır. Numuneler istenilen ölçülere getirildikten sonra bakalite alma işlemi için Ø30 mm çapında kalıplara yerleştirilmiştir. Epoksi ve reçineden oluşan karışım, kalıba yerleştirilen numunelerin hemen üzerine geçecek şekilde doldurulmuştur. Yaklaşık 12 saat bekletildikten sonra kalıplardan çıkartılmıştır. Zımparalama ve parlatma işlemleri Metkon marka zımparalama ve parlatma cihazında yapılmıştır. Zımparalama işleminde sırası ile 120-240-400-600-800-1000-1200 (mesh) numaralı diskler kullanılarak yüzey düzgünleştirme yapılmıştır. Parlatma işleminde 3µm elmas aşındırıcı kullanılmıştır. Metalografik hazırlık sonrası numunelerin görüntüsü Şekil 4'te gösterilmiştir.



Şekil 4. Metalografik hazırlık sonrası numune görüntüsü

3.2. Mikrosertlik Ölçümü

Vickers sertlik ölçümü, çoğunlukla yüksek sertlikteki malzemelerin ölçümler için kullanılmaktadır. Kaplamaların oluşturduğu yüksek sertlik değerlerini ölçmek için bu yöntem seçilmiştir. HMV-SHIMADZU marka cihaz kullanılmıştır. Bağlayıcı katmana sahip olan bir deney numunesi için; çekirdek yüzeyinden, çekirdek-bağlayıcı katmanı sınırından, bağlayıcı-kaplama katmanı sınırından ve kaplama katmanı üzerinden olmak üzere dört adet sertlik ölçümü yapılmıştır. Bağlayıcı katmana sahip olmayan deney numuneleri için; çekirdek yüzeyinden, çekirdek-kaplama katmanı sınırından ve kaplama katmanı üzerinden olmak üzere üç adet sertlik ölçümü yapılmıştır. Sertlik ölçümü için her numuneye 10 saniye boyunca 100 g yük uygulanmıştır.

3.3. Optik Mikroskop ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Görüntülerinin İncelenmesi

Optik mikroskop ve SEM görüntüleri incelemelerinde altlık malzeme, altlık malzeme ile bağlayıcı katman geçişi, bağlayıcı katmanı, bağlayıcı katman ile kaplama katman geçişi ve kaplama katmanı görüntüleri araştırılmıştır. Ayrıca kaplamanın yapısı, kaplama ile yüzey arasındaki ilişki ve tabakaların içyapıları incelenmiştir. SEM ile görüntüleme yüksek vakum altında 10kV voltajda yapılmıştır.

4. Deneysel Bulgular

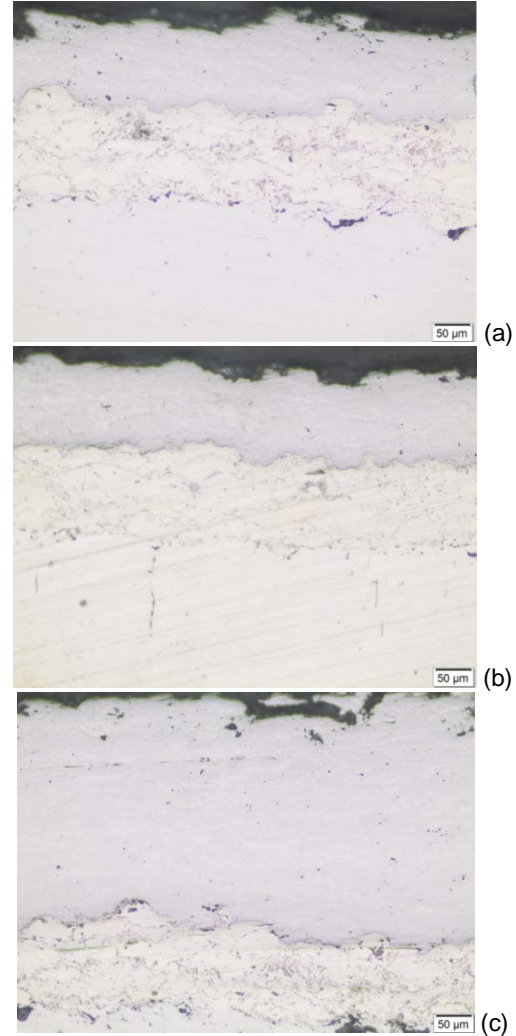
4.1. Mikrosertlik Ölçümlerinin Sonuçları

Vickers sertlik ölçümleri sonucu Çizelge 3' te gösterilen değerler elde edilmiştir.

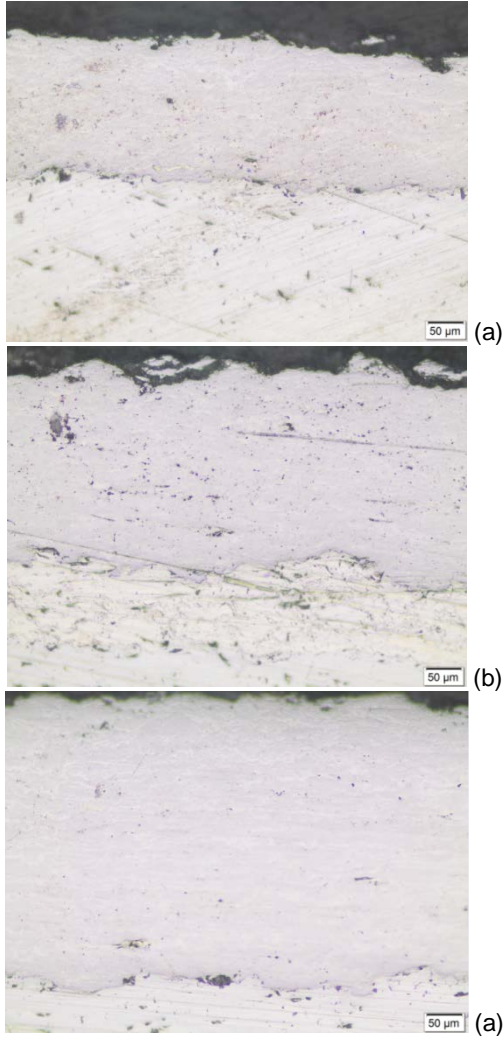
Çizelge 3. Mikrosertlik Sonuçları

Numune Numarası	Altlık Malzemesi	Kaplama Kalınlığı (µm)	Bağlayıcı Tabakası	Çekirdek Sertliği (HV)	Çekirdek-Bağlayıcı Sınırı Sertliği (HV)	Bağlayıcı-Kaplama Sınırı Sertliği (HV)	Çekirdek-Kaplama Sınırı Sertliği (HV)	Kaplama Sertliği (HV)
1	AISI 420	150	Var	258	316	447	-	989
2	AISI 420	150	Yok	249	-	-	412	1171
3	AISI 420	250	Var	236	292	455	-	1151
4	AISI 420	250	Yok	188	-	-	589	1310
5	AISI 420	350	Var	245	357	323	-	1170
6	AISI 420	350	Yok	226	-	-	289	1211

4.1. Optik Mikroskop Görüntüleri

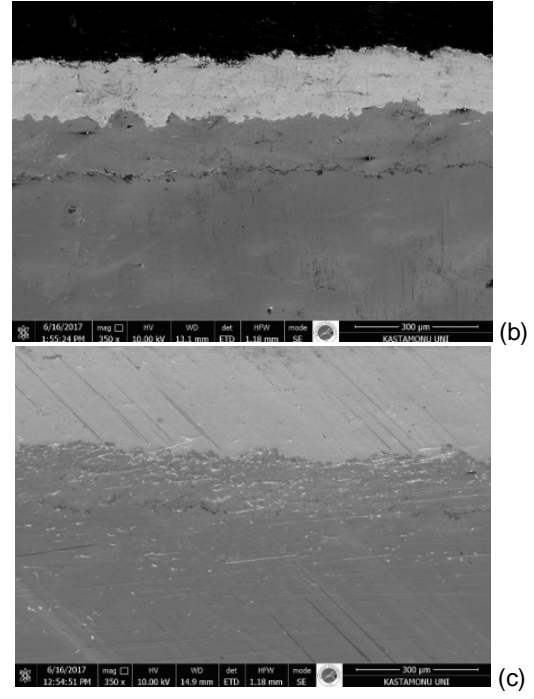
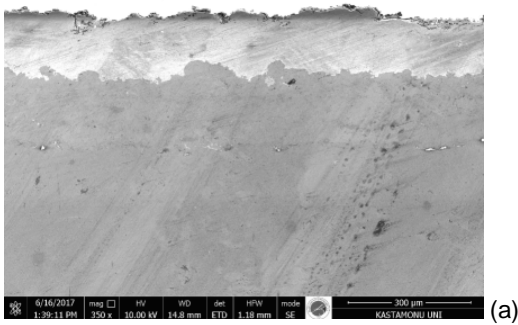


Şekil 5. AISI 420 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcı kaplamanın optik mikroskop görüntüleri 50µm büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.

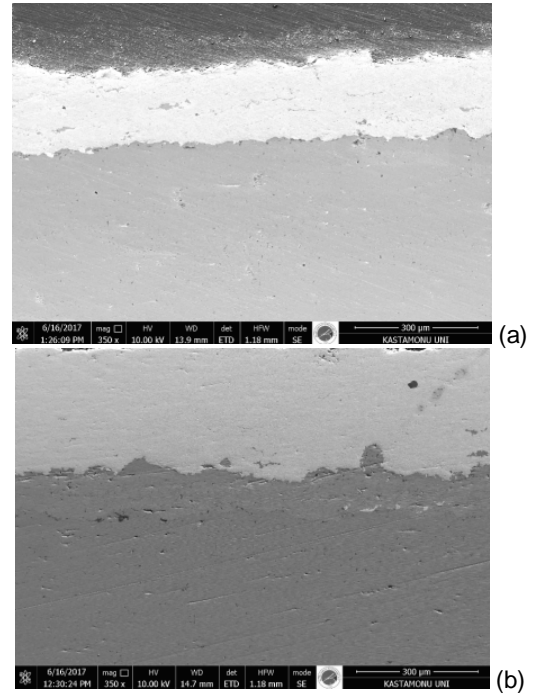


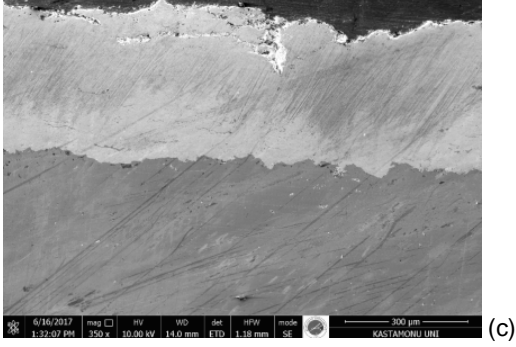
Şekil 6. AISI 420 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcısız kaplamanın optik mikroskop görüntüleri 50µm büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.

4.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Görüntüleri



Şekil 7. AISI 420 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcı kaplamanın SEM görüntüleri 350X büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.





Şekil 8. AISI 420 paslanmaz çelik üzerine NiCr ara bağlayıcısız kaplamanın SEM görüntüleri 350X büyütme, a) 150µm kaplama kalınlığı, b) 250µm kaplama kalınlığı, c) 350µm kaplama kalınlığı.

4. Sonuçlar

Bu çalışmada AISI 420 paslanmaz çelik altlık üzerine HVOF yöntemi ile NiCr bağlayıcılı ve bağlayıcısız olarak farklı kalınlıklarda kaplanmış numunelerin özellikleri incelenmiştir. Mikrosertlik ölçümleri, optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu incelemeleri ile aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- Numunelerin sertlik değerleri ile ilgili Çizelge 2' deki sonuçlar elde edilmiştir.
- Çizelge 2'deki sonuçlar doğrultusunda kaplama kalınlığı arttıkça kaplama sertliğinin arttığı gözlemlenmiştir.
- Aynı kalınlıkta kaplama katmanına sahip NiCr bağlayıcılı numunelerin, NiCr bağlayıcısız numunelere göre daha düşük sertliğe sahip olduğu tespit edilmiştir.
- Farklı kaplama kalınlığına sahip bağlayıcılı numuneler için; çekirdek sertliği, çekirdek-bağlayıcı katmanı sınır sertliği, bağlayıcı-kaplama katmanı sınır sertliği ve kaplama katmanı sertliği değerlerinin sırası ile düzgün bir şekilde arttığı ortaya çıkmıştır.
- Optik mikroskop ve SEM görüntüleri incelendiğinde elde edilen görüntülere göre, genel olarak kaplama yüzeylerinde çatlaklara rastlanılmamıştır. Numuneler, iyi bir mekanik yapışma görüntüsü sergilemiştir.

Teşekkür

Bu çalışmada kullanılan numunelerin HVOF yöntemi ile kaplama yapılmasında yardımcı olan METSER KAPLAMA LTD. ŞTİ.' ye teşekkür ederiz. Ayrıca deneysel çalışmalarda yardımlarını esirgemeyen Kastamonu Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı yönetici ve çalışanlarına teşekkür ederiz.

Kaynaklar

[1] YEŞİL, Ö., Kaplama malzemesi ve kaplama kalınlığının flame sprey yöntemi ile kaplanmış

malzemelerin elektrik iletkenliğine etkisi, Yüksek lisans tezi, Uşak Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, UŞAK, 64-76, 2012.

[2] İnternet: Sarıtaş Paslanmaz Çelik Merkezi, Kurumsal Katalog, <http://www.saritas.com.tr/>, 2017.

[3] DAVIS, J. R.(ed.), Handbook of Thermal Spray Technology, ASM International: Materials Park, OH, 1-175, 2004.

[3] PAWLOWSKI, L., "Thermal Spraying Techniques", The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings, John Wiley and Sons Ltd, England, 67-107, 2008.

[4] MİNİSKER, M. A., "Termal sprey yöntemiyle oluşturulan kaplamaların mekanik özelliklerinin incelenmesi", Yüksek lisans tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İSTANBUL, 2009.

[5] İnternet: Sakarya Üniversitesi Termal Sprey Araştırma ve Uygulama Laboratuvarı, 2017, HVOF, <http://www.teslab.sakarya.edu.tr/tr/icerik/10716/42049/hvof>

[6] DAVIS, J. R.(ed.), Handbook of Thermal Spray Technology, ASM International: Materials Park, OH, 1-175, 2004.

[7] İnternet: Metser Kaplama LTD.ŞTİ, <http://metserkaplama.com>, 2017.

[8] ZEYBEK Ü., Paslanmaz Çelikler Üzerine HVOF Yöntemi ile WC Kaplamasının Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek lisans tezi, Uşak Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, UŞAK, 2017.

INVESTIGATION OF SURFACE AND MECHANICAL PROPERTIES OF ENAMEL COATINGS

EMAYE KAPLAMALARIN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Şengül DANIŞMAN^a, Ayşe SEVÜK^b

^aErciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi 38090, Kayseri, Turkey sdanisman@erciyes.edu.tr

^bFEMAŞ Metal Sanayi ve Ticaret A.Ş.38090, Kayseri, Turkey ayse.sevuk@ferre.com.tr

Özet

Emaye kaplamalar; kaplanacak malzemeye ısı genleşme olarak uyumlu, korozyonu engelleyen, aşınma dayanıklılığı sağlayan, yalıtkan, büyük çoğunlukla metal malzemelere kaplanan bir tür seramik kaplamadır. Emayeyi diğer kaplama malzemelerinden ayıran önemli özellikleri ; Sert ve pürüzsüz olması, çizilmeye ve aşınmaya dayanımı, yüksek sıcaklık ve şok direncidir. Bu özellikleri, emaye uygulama metodu ve ön işlemler etkilemektedir.

Bu çalışmada beyaz eşya sektöründe kullanılan emaye kaplanmış çelik panellerin yüzey ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Çalışma FEMAŞ tesislerinde kaplanan altı farklı grup numune üzerinde gerçekleştirilmiştir. Emaye kaplı numunelerin kaplama kalınlıkları, sertlikleri, yüzey pürüzlülükleri ve yapışma dirençleri incelenmiştir. Pürüzlülük artışının artan nanosertlik değerleri ile paralel olduğu görülmüştür. Sertliği etkileyen en önemli faktörlerden biri astar emaye kaplamasıdır. Astar emaye sertliği 864 HV değerine ulaşmaktadır. Astar emayede pürüzlülüğün artması yapışma direncini artırmıştır. Üst kat emaye kaplamalarının sertlik değerleri içerisinde toz emaye uygulamasının yaş emaye uygulamasından daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Yapışma dirençleri mukayese edildiğinde ise toz emaye kaplamaların yapışma kabiliyetlerinin yaş püskürtme emaye uygulamasından daha iyi olduğu ortaya çıkmıştır.

Anahtar Kelimeler: Emaye, sertlik, pürüzlülük, yapışma direnci

Abstract

The enamel coating is a type of ceramic coating that is compatible with thermal expansion to the material to be coated, resistant to corrosion and abrasion, and is mostly coated with metal materials. Important features distinguishing enamel from other coating materials: Hard and smooth, scratch and abrasion resistance, high temperature and shock resistance. These properties affect the enamel application method and pre-treatment.

In this study, the surface and mechanical properties of enamelled steel panels used in the white goods sector were examined. The study was carried out on six different groups of samples coated in FEMAŞ plants. The coating thicknesses, surface roughness, hardness, adhesion resistance of enamel coated samples were investigated. It was seen that the increase in roughness was in parallel with the increasing nanohardness values. One of the most important factors affecting hardness is lining enamel coating. The primer enamel hardness reaches 864 HV. The increase in roughness on the primer enamel has increased the adhesion resistance. It has been determined that the application of powder enamel in the hardness values of the upper layer enamel coatings has higher hardness than wet enamel application. When the adhesion resistance are compared, it has been found that the adhesion properties of the powder enamel coatings are better than the wet spray enamel application.

Keywords: Enamel, hardness, roughness, adhesion resistance

1.GİRİŞ

Emaye, oksit yapıdaki inorganik bileşenlerden oluşan, metal taban üzerine bir veya birkaç kat uygulanarak 500-870°C pişirme sıcaklıklarında ergitilerek metal taban üzerine yapışması sağlanan camsı görünüme sahip bir kaplama malzemesidir [1]. Emaye kaplamanın ilk örnekleri yaklaşık 3000 yıl önce ortaya çıkmış olmasına rağmen mekanik ve tribolojik davranışları hakkında birçok araştırmaya ihtiyaç duyulmaktadır. 1. Dünya savaşının başlamasıyla, demir çelik üretiminde büyük artış meydana gelmiş ve bu da emaye üretiminde çok büyük artışa neden olmuştur. Eski tip granit emaye daha fazla talep görmemiş birçok yeni formülasyon ve üretim metodu ortaya çıkmıştır. Altlık malzeme hazırlama yöntemleri olan kumlama, asitle aşındırma yöntemleri ve emaye pişirme yöntemlerinde önemli gelişmeler meydana gelmiştir. Artan talebi karşılayabilmek için sürekli emayeleme fırını, otomatik kontrollü konveyör hatları kullanılmaya başlanmıştır. Bunun sonucu olarak kusurlu mal üretimi, kabul şartları daha da sertleşmesine rağmen düşmüştür. Gizli emaye formleri, firmaların ayakta kalmalarını sağlayan çok

önemli bir sır olmuştur [2]. Günümüze kadar birçok bilimsel çalışma yapılmasına rağmen bu alanda herşey çözülebilmiş değildir ve tam olarak anlaşılabilmesi için daha derin bilimsel çalışmalara ihtiyaç vardır [3].

Emaye, beyaz eşya sektöründe, pişirici cihazlarda, yüksek sıcaklığa maruz kalan fırın kazanı(şase), tepsi ve ocaklarda yaygın kullanım alanına sahiptir. Emaye kaplamanın kendinden beklenen fonksiyonları yerine getirebilmesi için en önemli özellik emaye ve metal arasında iyi bir yapışma sağlamaktır. Yapışma mekanik, kimyasal ve elektrokimyasal tepkimelerin birleşim mekanizmaları ile sağlanır[4].

Emayenin hammaddesi olan "frit", kendisini oluşturan anorganik maddelerin 1000-1500°C'de ergitilip, hızlı soğutulması ile elde edilen camsı granül yapıdadır[1]. Emayede en iyi koşulları elde etmek için farklı frit bileşenleri ve ek ilaveler kullanılması gerekir[5]. Ek ilaveler, emayenin çeliğe yapışma mukavemetini arttırmak ve emayeye istenilen farklı özellikleri vermek için emaye yapısına eklenmektedir [6].

Emayenin ana bileşeni, yer kabuğunda en çok bulunan mineral olan silikattır (SiO₂). Silikatlar, doğada %99 saflık oranının üzerinde kristalize halde kuvars olarak bulunurlar. Ayrıca silikat (SiO₂), feldspat, kil ve mika gibi mineral gruplarının içinde de bulunabilir. Silikatın ergime noktası çok yüksektir. Çelik ile kıyaslandığında termal genişleme katsayısı çok düşüktür. Ayrıca silikatın çeliğe yapışması sıfırdır. Bu nedenle, emayeye farklı bileşenlerde katılmalıdır [7].

Emayeye amorf yapı kazandırmak ve mekanik dayanımını artırmak için refrakter (refractories) adı verilen bileşenler katılır. Bu bileşenlere alümina (Al₂O₃) ve demir(III) oksit (Fe₂O₃) örnek verilebilir. Alümina (Al₂O₃), emayenin sertliğini artırır. Ayrıca alümina emayenin ısıya karşı dayanıklılığını, kimyasallara karşı direncini ve aşınma mukavemetini artırmaktadır [9,12,13].

Emayenin termal genişleme katsayısının düşürülmesi veya metalin termal genişleme katsayısının ve elastik modülünün yükseltilmesiyle, daha yüksek basma kalıntı gerilmesine sahip emaye kaplamalar elde etmek mümkündür. Yüksek basma kalıntı gerilmesine sahip ince emaye kaplamalar daha esnek bir yapıya sahiptir, daha fazla şekil değiştirebilmektedir[10].

Bu çalışmada kullanılan kaplamalar Femaş Metal Sanayi ve Ticaret A.Ş tesislerinde yapılmıştır. Emaye kaplama yapılan altı farklı grup numune üzerinde yüzey ve mekanik özellikleri incelendi. Numunelerin kaplama kalınlıkları, yüzey pürüzlülükleri incelenerek mekanik özelliklere etkisi araştırıldı. SEM elektron mikroskop görüntüleri ve XRD analiz sonuçları incelenerek karşılaştırmalar yapıldı.

2. DENEYSEL ÇALIŞMA

2.1 Kaplama Metodu ve Numunelerin Hazırlanması

Metal ve emaye arasında kuvvetli yapışma direnci sağlamak için kaplama uygulama metodu önemlidir. Emaye kaplama prosesi pişirme yöntemine göre üç sınıfa ayrılır; iki kat iki pişirim, iki kat tek pişirim, tek kat tek pişirim[10]. Metal yüzeyine önce astar emaye daha sonra üst kat emaye uygulanır. İlk olarak uygulanan astar emayeler ana metale yeterli bağlanmayı ve yapışmayı sağlar. Bu alanda emaye uygulama teknolojileri oldukça gelişme göstermiştir. Bazı durumlarda yeterli yapışma astar emaye olmadan da elde edilebilir. Bunun için özel çelikler kullanılmalı ya da metallere ön yüzey işlemi uygulanmalıdır [11].

Üst kat emayeler kullanım amaçlarına göre kendi aralarında çeşitli gruplara ayrılırlar. En çok kullanılan üst kat emayeler opak titan beyazlarıdır. Bu emayeler kendiliğinden, hiçbir boya katılmaksızın beyaz olarak kaplanan emayelerdir. Beyaz emayeler genel olarak çift kat tek pişirim uygulanmakla beraber, sektörde yaygın olarak kullanılan siyah renkli emayeler tek kat tek pişirim olarak uygulanır[5]. En önemli iki teknik yaş emaye(sprey) ve elektrostatik toz emayedir.

Yaş emaye işleminde elde edilen film kalınlığı, püskürtme zamanını değiştirmekle ayarlanabilir. Kaplama yapılırken kaplanacak malzeme uygun açılarla tutacaklara yerleştirilir. Kapalı bir kap içerisinde sürekli karıştırılan emaye basınçlı hava yardımıyla parça üzerine manuel ya da otomatik olarak püskürtülür. Çok karmaşık şekilli parçalara da emaye kaplama yapılır. Elektrostatik toz emaye yönteminde ise kabin yakınında bulunan toz emaye kabininden, hava akımı ile elektrostatik püskürtme tabancasına iletilen parçacıklar elektrik yükü kazanırlar ve ters elektrik kutbu bağlanan malzemeye yapışarak kaplama işlemi yapılır[8,14].

Emaye kaplamaların pişirme sıcaklıkları 830-850°C civarında ve pişirme süreleri ise 4-10 dakika arasındadır. Bu değerler emayenin kimyasal bileşimine göre değişmekle beraber, proses şartları kullanılan taban malzeme ve emayenin uygulama sonrası kalite kontrol testleri sonuçlarına göre belirlenmektedir. Emaye kaplamaların kalitesini etkileyen özellikler; uygulama metodu, emayenin kalınlığı, yüzey görünümü, hizmet ömrü, çevre arasındaki etkileşim, renk sınırı, parlaklık, astar kat emayede ara yüzeyde iyi yapışması gibi [12,13,14].

Bu çalışmada emaye uygulama yöntemleri olarak yaş emaye (sprey) ve elektrostatik toz emaye yöntemi karşılaştırıldı. Deney numuneleri olarak DC04EK normu çelik malzeme seçildi. Numuneler (12x3cm) boyutlarında olacak şekilde 0,7 mm kalınlığındaki çelik sacdan lazerle kesilerek hazırlandı. Numuneler kaplama öncesi ön temizleme işlemlerinden geçirildi. Sacların emaye kaplanabilmesi için yüzeylerin temiz, yağsız passız olması gerekmektedir. Bu amaçla emaye

kaplanacak sac numunelere alkali temizleme(alkalite6-8 Ridoline1022R), sıcak soğuk durulama ve kurutma işlemleri uygulandı. Daha sonra astar ve ikinci kat emaye uygulaması yapıldı. Tablo-1 de elektrostatik toz emaye kaplı numunelerin listesi, Tablo 2 de yaş emaye kaplı numunelerin kod ve kimyasal bileşimleri bulunmaktadır.

Tablo-1 Elektrostatik toz emaye kaplamalı numunelerin kimyasal bileşimi

ELEKTROSTATİK TOZ EMAYE KAPLAMA NUMUNELERİ		
NUMUNE KODU	RENK	KİMYASAL BİLEŞİM
S	SİYAH	Fe, Si Mn,Na,Ni,Co,..oksidasyonları
B	BEYAZ	Si, Ti, Na,K, Al Mg,..oksidasyonları
KRT	KREM	Zn,Si, Ti, Na,K,..oksidasyonları

Tablo-2 Yaş emaye kaplama numunelerinin kimyasal bileşimi

YAŞ EMAYE KAPLAMA NUMUNELERİ		
NUMUNE KODU	RENK	KİMYASAL BİLEŞİM
M	MAT SİYAH	Ca,Mg,Ti,Al..oksidasyonları
K	KIRÇILLI GRI	Fe, Si,Cr,Na, Al, Ti..oksidasyonları
KRY	KREM	Sb,Na,Ti,Si Al ..oksidasyonları

2.2 Kaplamaların Yüzey ve Mekanik Özellikleri

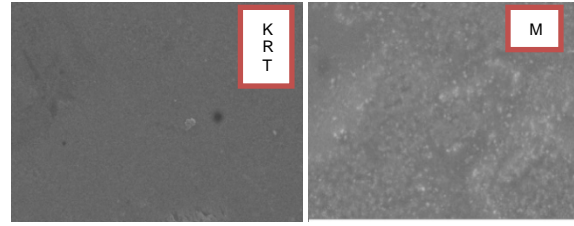
2.2.1 Kaplama Kalınlığı, Yüzey Pürüzlülüğü

Numunelerin kaplama kalınlığı PosiTest DFT3.0 cihazı ile ölçüldü. Ölçüm sayısı olarak yüzeyde en az 15 kalınlık değeri alınarak ortalama kaplama kalınlıkları elde edildi. Yüzey pürüzlülükleri Mitutoyo SurfTest marka profilometri cihazıyla yapıldı. Her numuneden en az 6 ölçüm alınarak ortalama pürüzlülük (Ra) değerleri mikrometre cinsinden hesaplandı.

2.2.2 Kaplamaların Yüzey Sertliği

Kaplamaların sertlik ölçümleri Struers marka mikrosertlik cihazı ile 100 gr yük kullanılarak vickers sertlik değeri cinsinden bulundu. Kaplamaların ayrıca elastiklik modüllerini bulmak için CSEM marka nanosertlik cihazı kullanılmak suretiyle vickers sertlikleri ve Oliver-Parr yöntemiyle elastiklik modüllerini tespit edildi. Kaplama yüzeylerinde en az 3 farklı noktadan sertlik değerleri ölçülerek ortalama sertlik değerleri

bulunmuştur. Tablo-3'de numunelerin ortalama sertlik değerleri ve elastik modülleri verilmektedir. Şekil-1 de ölçümlerde kullanılan KRT ve M numunesine ait SEM görüntüsü verilmektedir.



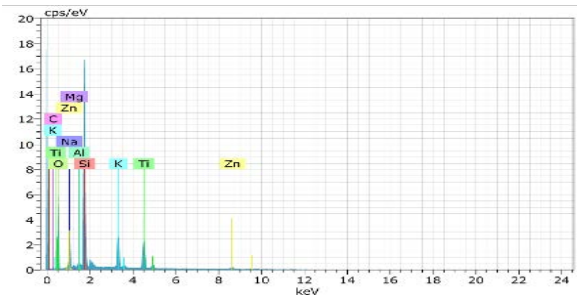
Şekil-1 KRT ve M numunesine ait SEM görüntüsü

Tablo-3 Numunelerin ortalama sertlik ve elastiklik modülü değerleri

NUMUNE	ort E	ortHv
S2	82,15	864,45
K2	73,84	779,15
KRT2	72,843333	747,56667
M2	125,76667	742,51
B2	67,220667	657,82667
KRY2	61,176667	613,68667
SC2	106,65	188,69

Tablo-3 den taban malzeme ve kaplamaların sertlik ve elastiklik modülü değerleri incelendiğinde en yüksek sertlik değeri 864,45 HV ile siyah astar emaye kaplamada görülmektedir. Astar emayenin en yüksek sertliğine karşılık elastiklik modülü de 82,15 GPa olarak bulunmuştur.

Şekil-2 de KRT kaplamaya ait EDX analizinde kaplamanın elementel bileşimleri hassas olarak belirtilmiştir. bu analizler her kaplama grubu için yapılmıştır.



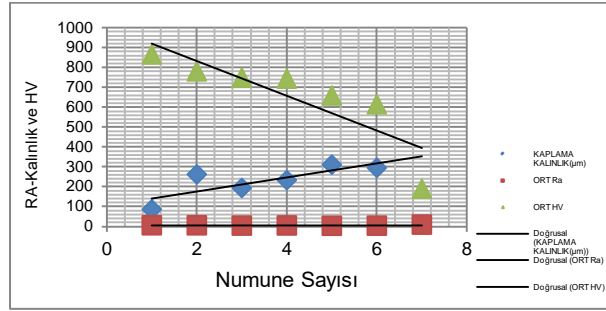
Şekil-2 KRT numunesine ait EDX analizi

KRT numunesinin EXD analizine göre %wt Si 25.56,

O 44.93, Na 8.21 Ti 7.19 olarak belirlenmiştir.

Kaplama kalınlığı, vickers sertliği, kaplama kalınlığı ve yüzey pürüzlülük değerleri karşılaştırılarak incelenmiştir.

Şekil-3 de Kaplama kalınlığı ve pürüzlülük ile vickers sertlik değişimi görülmektedir. Yapılan analizlerde kaplama kalınlığının artması ile sertlik değerlerinde azalma olduğu görülmektedir.



Şekil-3 Kaplama kalınlık ve pürüzlülük ile vickers sertlik değişimi

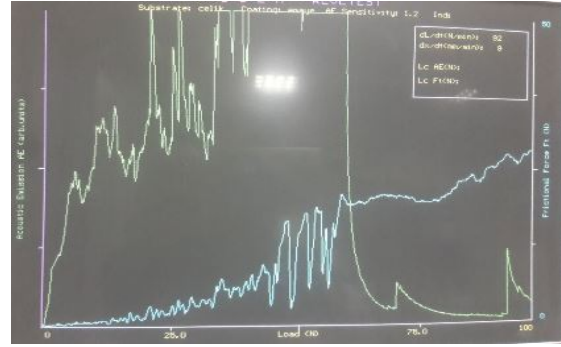
Kaplama türleri için kalınlık ve sertlik ilişkisi benzer çıkmıştır. Literatür de kalınlık arttıkça iç gerilmeler artmaktadır, sertlik düşüşü bu duruma bağlı olduğu değerlendirilmiştir [15].

Şekil- 3 de pürüzlülük ile sertlik ilişkisi incelendiğinde ise pürüzlülük arttıkça sertlik değerlerinin arttığı görülmüştür. Toz emaye yaş emayeye göre daha pürüzlü olup sertliği de daha yüksek olarak bulunmuştur. Bunun sebebi yapışma direncinin pürüzlü yüzeylerde daha yüksek olmasındandır. Kaplama kalınlığı düşük ve pürüzlülük yüksekse yapışma kabiliyeti artmaktadır. En pürüzlü numune ve düşük sertliğe sahip numune taban malzemedir. Astar emaye sacın sertliğini ve pürüzlülüğünü artırmakta ve üst kat emaye kaplamalara uygun atlık özelliği taşımaktadır.

2.2.3 Kaplamaların Yapışma Direnci

Kaplama kalınlığı ve pürüzlülük ile vickers sertlik değişimi görülmektedir. Yapılan analizlerde kaplama kalınlığının artması ile sertlik değerlerinde azalma olduğu görülmektedir.

Şekil-5 de ise aynı numuneye ait optik mikroskopta alınan çizik görüntüsü yer almaktadır.



Şekil-4 B2 numunenin çizik test analizi sonucu sürtünme kuvveti ve akustik emisyon değişimi



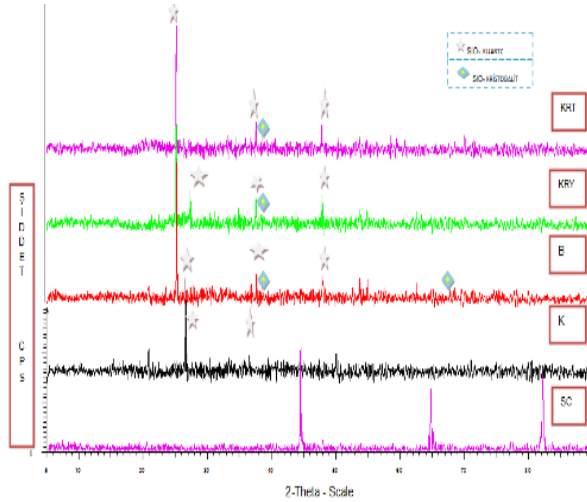
Şekil-5 B2 numunenin çizik test sonrası yüzeyde ilk kaplamanın kalktığı(a) ve kaplamanın tamamen kalktığı(b) optik mikroskop görüntüleri

Optik mikroskop görüntüsünde koyu renkte görülen kısımlarda üst kat kaplamanın kalktığı ve astar kaplamanın ortaya çıktığı görülmektedir. Çizik testi 100 N yük altında yapılmıştır. Çizik mesafesi boyunca belli hızda yükün artmasıyla kaplamanın yapışma kabiliyeti azalmış ve şekil 5-b'de görüldüğü gibi kaplama tamamen kalkmıştır. Yapışma direnci değerlendirilirken ilk atmaların başladığı kritik yük değerleri ile tamamen üst kat kaplamanın kalktığı kritik yük değerleri mukayese edilmiştir.

Kritik yük değerleri karşılaştırıldığında en yüksek yapışma değerinin B ve KRT kodlu numunelerde olduğu ortaya çıkmıştır. Yaş ve toz emaye uygulamaları karşılaştırıldığında toz emayenin daha iyi yapışma kabiliyeti olduğu tespit edilmiştir. Tek kat astar emayede yapışma kabiliyetinin de oldukça yüksek olduğu görülmüştür. Bu astar emayenin pürüzlülüğünün yüksek olmasına da dayandırılabilir.

2.2.4 XRD Analizi

XRD yöntemiyle kaplamaların faz yapıları belirlenmiştir. Şekil-6 da KRT-KRY-B-K-SC (taban malzeme) numunelerine ait XRD analiz sonucu görülmektedir.



Şekil-6 XRD Analizi

XRD analiz sonuçlarına göre, kaplamaların belirli kristal yönlenmesine sahip olduğu ve en güçlü piklerin kuartz SiO₂ fazına ait olduğu ve düşük oran da kristobalit fazının olduğu tespit edilmiştir. S ve M kodlu numunelerde yapı amorf olarak belirlenmiştir.

3. SONUÇ

Bu çalışmada farklı emaye kaplama uygulaması gerçekleştirilen numunelerin kaplama kalınlıkları, yüzey pürüzlülükleri, sertlikleri, yapışma dirençleri incelenmiştir. Pürüzlülük ile sertlik değişimleri incelendiğinde pürüzlülük artışının numunelerin sertlik değerleri ile paralel olduğu sertlik değerlerinin de artış gösterdiği görülmüştür. Astar emaye sertlik üzerinde etkili olmuştur. Astar emaye sertliği 864 HV değerine ulaşmaktadır. Astar emayede pürüzlülüğün artması yapışma direncini de artırmıştır. Üst kat emaye kaplamalarının sertlik değerleri içerisinde toz emaye uygulamasının yaş emaye uygulamasından daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Yapışma dirençleri çizik test cihazı ile ölçülmüş olup toz emaye kaplamaların yapışma kabiliyetlerinin yaş püskürtme emaye uygulamasından daha iyi olduğu ortaya çıkmıştır.

4. KAYNAKLAR

- [1]. **Çavuşoğlu, A.** (2011). Emaye okulu ders notları, *II. International Ceramic, Glass, Porcelain Enamel, Glaze and Pigment Congress*, **11**, 13-36.
- [2]. **Andrews, A. I.**, (1961). Porcelain Enamels: The preparation, application, and properties of enamels, University of Illinois, Illinois.
- [3] **Zucchelli, A., Dignatici, M., Montorsi, M., Carlotti, R., Siligardi, C.**, (2012). Characterization of vitreous enamel- steel interface by using hot stage ESEM and nano-indentation techniques, Bologna, Italy

[4] **Dietzel, A. H.** (1981). Emallie rung wissenschaftliche grundlagen und grundzüge der technologie, *Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, Newyork*.

[5] **Eppler, R. A. ve Eppler, D.**, (2000), Glazes and Glass Coatings, The American Ceramic Society Westerville, Ohio.

[6] **Ambu, R., Zucchelli, A., Minak, G.**, (2010). Residual stres evaluation in vitreous enameled steel sheets by digital images analysis of microstructures, Italy.

[7] **Hossain, A., Ahmed, A. N., Khan, A. A.**, (2014). Vitreous enamel coating on mild steel substrate: characterization and evaluation, *International Journal of Scientific & Engineering Research*, Volume 5, Issue 2, February.

[8] **Wang, D.**, (2008). Effect of crystallization on the property of hard enamel coating on steel substrate, China.

[9] **Roether, J. A., Boccaccini, A. R.**, (1998). Dispersion-reinforced glass and glass-ceramic matrix composites, *Handbook of Ceramic Composites* London.

[10] **Faust, W. D.**, (1994). Enamels, Porcelain or Vitreous, *Encyclopedia of chemical technology 4th ed. Vol. 9. Edited by Kirk-Othemer, John Wiley & Sons*, New York.

[11] **Hoeke, J. V.** (2011). Emaye okulu ders notları, *II. International Ceramic, Glass, Porcelain Enamel, Glaze and Pigment Congress*, **11**, 186-191

[12] **Uhlmann, D.R. ve Kredeil, N.J.**, (1983), Glass Science and Technology Volume 1, Academic Pres, New York, Londra)

[13] **Kuchinski FA.** (1993) Corrosion resistant thick films by enamelling. In: Wachtman JB, Haber RA, editors. Ceramic films and coatings. Park Ridge (NJ): Noyes Publications; p. 77-130.

[14] **Tang Z, Wang F, Wu W.** (2000) Effect of Al₂O₃ and enamel coatings on 900 °C oxidation; 276:70-5.

[15] **Erdem GÜNGÖR** (2015) termik santrallerin döner tip hava ısıtıcılarında kullanılan ısı değiştirici plakalar için emaye kaplama optimizasyonu (YÜKSEK LİSANS TEZİ) *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul*.

THE INFLUENCE OF CUTTING CONDITION ON SURFACE ROUGHNESS IN TURNING OF AUSTENITIC STAINLESS STEELS AISI 304

AISI 304 ÖSTENİTİK PASLANMAZ ÇELİĞİNİN TORNALANMASINDA KESME PARAMETRELERİNİN YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜNE ETKİSİ

Mahir AKGÜN^a, Barış ÖZLÜ^a, Halil DEMİR^b Hasan Basri ULAŞ^c

^a Aksaray Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Aksaray
mahirakgun@aksaray.edu.tr – barisozlu@aksaray.edu.tr

^b Karabük Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, İmalat Mühendisliği, Karabük
hdemir@karabuk.edu.tr^b

^c Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi, bulas@gazi.edu.tr

Özet

Bu çalışma tornalama yöntemiyle AISI 304 östenitik paslanmaz çeliğinin işlenmesinde, kesme parametrelerinin yüzey pürüzlülüğüne ve takım aşınmasına etkisinin deneysel olarak araştırılmasını yansıtmaktadır. İşleme parametreleri olarak dört farklı kesme hızı (120, 150, 180, 210 m/dk), üç farklı ilerleme hızı (0.10, 0.20, 0.30 mm/dev), kuru kesme şartlarında ve talaş derinliği (1, 2, 3 mm) olarak belirlenmiştir. Elde edilen yüzey pürüzlülük değerlerinin kesme hızından oldukça etkilendiği görülmektedir. Ayrıca talaş derinliğinin artması ile yüzey pürüzlülük değerleri azalmıştır. En düşük yüzey pürüzlülük değeri 150 m/dk kesme hızında ve 3 mm talaş derinliğinde 0,424 µm olarak ölçülmüştür. Yüksek kesme hızlarında kesici takım ucundaki küçük kırılmalar ve BUE görülmüştür.

Anahtar kelimeler: AISI 304 Çelik, İşlenebilirlik Yüzey Pürüzlülüğü

Abstract

The present study experimentally investigates the effect of tool wear and machined surface roughness of cutting condition on the machinability of austenitic stainless steels (AISI 304) through turning method. The tests were performed at dry cutting conditions using four different cutting speeds (120, 150, 180, and 210 m/min), three different feed rates (0.10, 0.20, 0.30 mm/rev), and at three different depths of cut (1, 2, 3 mm). It was seen that the surface roughness values obtained are quite influenced by the cutting speed. In addition, surface roughness values have been reduced by increasing the depth of chip. The lowest surface roughness value was measured as 0.424 µm at a cutting speed of 150 m / min and a depth of cut of 3 mm. Chipping at the cutting tool tip and BUE were observed at high cutting speeds.

Keywords: AISI 304 Steel, Machinability Surface Roughness

1. Giriş

Özellikle Korozyon direnci gerektiren makine parçalarının imalatında kullanılan AISI 304 östenitik

paslanmaz çeliği, deformasyon sertleşme hızı, yüksek tokluk ve düşük ısıl iletkenlik özelliğine sahiptir ve yüksek sıcaklıklarda üstün mekanik özelliklerini koruya bilirler. Buna ek olarak Asitlere dayanıklı olan bu çelikler genellikle gıda ve kimya endüstrisi ile tıbbi cihazların yapımında kullanılırlar [1,2].

Üretim yöntemlerini önemli ölçüde etkilemekte olan takım aşınması doğrudan takım ömrünü etkilemektedir. Takım aşınmasını en aza indirebilmek için kesme parametrelerinin ve takım geometrisinin doğru seçilmesi gerekir. İşleme koşullarının ve kesme parametrelerinin doğru seçilmesi takım ömrünü artmasına neden olur ki buda işleme verimliliğini artırır [3].

Talaşlı imalat işlemlerinde, bir makine parçasının kullanım yerine göre son geometrisi, boyutları ve yüzey kalitesi oluşturulur. Talaşlı imalat sonucu elde edilen yüzey pürüzlülüğü malzemenin kalitesini belirleyen önemli bir imalat parametresidir. Birbirleriyle temas halinde çalışan makine parçalarının istenilen işlevi uzun süreli ve minimum enerji harcayarak gerçekleştirmesi yüzey pürüzlülüğüne ve parçanın boyut hassasiyetine bağlıdır. Yüzey kalitesi; yorulma dayanımını, korozyon direncini ve malzemenin tribolojik özelliklerini büyük oranda etkiler. Bu sebeple, yüzey pürüzlülüğünün ölçümü ve karakterize edilmesi talaşlı imalat işlemlerinin kesme parametrelerinin ve işleme koşullarının belirlenmesi için önem taşımaktadır [4,5].

AISI 304 östenitik paslanmaz çeliğinin işlenebilirliğinin belirlenmesi için yapılan birçok çalışma vardır. Swapnagandha S. ve diğerleri yaptıkları çalışmada, AISI 304 östenitik paslanmaz çeliklerin yüksek hızda tornalanmasında, kesme parametrelerinin, kesme kuvvetine kesme sıcaklığına ve bitirme yüzeyine etkisini araştırmışlardır. Kesme hızının artmasıyla hem yüzey pürüzlülük değerinin hem de kesme kuvvetlerinin azaldığını belirlemişlerdir. Ayrıca ilerleme miktarının artması ile yüzey pürüzlülük değeri ve kesme kuvvetlerinin de arttığını tespit etmişlerdir [6]. AISI 304 çeliklerin tornalanmasında EP katkılı karma bitkisel esaslı kesme sıvılarının performansını yüzey pürüzlülüğüne tornalama kuvvetlerine ve takım aşınmasına etkisini bağlı olarak araştırmışlardır. Geliştirilen bitkisel esaslı kesme sıvılarının kesme kuvvetini, takım aşınmasını ve yüzey pürüzlülüğünü azaltmadaki performansının referans olarak kullanılan

ticari kesme sıvısından daha iyi olduğunu belirlemişlerdir [7]. AISI 304 paslanmaz çeliğinin frezelenmesinde, TiN/TiCN/TiN kaplamalı kesici uçların performansını belirlemeye çalışmışlardır. Kesme hızının artması ile takım ömrünün önemli ölçüde azalmasına neden olduğunu tespit etmişlerdir. Yüksek ilerleme miktarlarında BUE oluşmuştur [8]. AISI 304 östenitik paslanmaz çeliklerin farklı kesme parametreleri ile tormalanmasında oluşan kalıcı gerilmeleri araştırmışlardır. Farklı kesme parametreleri ile işlenen deney numunesi üzerinde yapılan ölçümler neticesinde yüzeydeki basma kalıcı gerilmelerinin belirli bir derinlikten sonra sıfıra doğru yaklaştığı ve daha derinlere inildikçe çekme kalıcı gerilmelerine dönüştüğünü tespit etmişlerdir [9]. AISI 304 ve AISI 316 östenitik paslanmaz çeliklerinin tormalanmasında, kesici takım kaplamasının, kesme hızının ve iş parçası malzemesinin, kesme kuvvetleri ve yüzey pürüzlülüğü üzerindeki etkilerini araştırmıştır. Kesme hızının kesme kuvvetlerinde önemli derecede bir değişikliğe neden olmadığı ancak işlenmiş yüzey pürüzlülüğünü önemli derecede etkilediği görülmüştür. Artan kesme hızı ile yüzey pürüzlülük değerleri belirli bir kesme hızı değerine kadar azalmış ancak bu değerden sonra artan kesme hızı ile artış eğilimi gösterdiğini tespit etmiştir [10].

Son yıllarda, farklı paslanmaz çeliklerin işlenmesinde oluşan kesme kuvvetleri ve yüzey pürüzlülüğü üzerinde, kesme parametrelerinin etkilerinin incelendiği birçok deneysel çalışmaların yapıldığı görülmektedir. Bu çalışmanın amacı imalatla kullanılan AISI 304 östenitik paslanmaz çeliğinin işlenebilirliğinin anlaşılmasına yardımcı olmak için görüş ve sonuç sunmaktır.

2. Materyal Metot

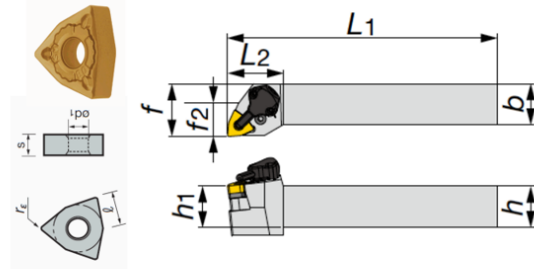
İşlenebilirlik deneyleri, AISI 304 östenitik paslanmaz çelik malzemeyi tormalamak suretiyle yapılmış olup malzemenin kimyasal bileşimi Çizelge 2'de verilmiştir. İş parçası malzemeleri 250 mm uzunluğunda ve 50 mm çapındadır. Deneyler esnasında soğutma sıvısı kullanılmamıştır. Silindirik iş parçası malzemesi üzerindeki işlenebilirlik deneyleri Hannsa YTH 10700 CNC torna tezgâhı kullanılarak yapılmıştır. Kullanılan CNC torna tezgâhının iş mili, değişken kademesiz hızla sahip olup 3000 m/dk'ya kadar çıkabilmektedir ve gücü 10 kW'tır.

Çizelge 1. İş Parçası Malzemelerinin Kimyasal Bileşimleri

	C	Si	S	P	Mn
AISI 304	0.062	0.352	0.0240	0.022	1.763
	Ni	Cr	Mo	Cu	Fe
	8.250	18.260	0.0740	0.2390	70.960

Kesici takım olarak, ticari kalite CVD yöntemiyle kaplanmış sementit karbür kesici takım kullanılmıştır. Kullanılan kesici takım Tungaloy firması tarafından ISO'ya göre WNMG 080404-SM takım geometrisindedir. Bu kesici takım kalitesi üretici firma tarafından paslanmaz çeliklerin işlenmesi için tavsiye edilmiştir ve T6030 şeklinde kodlanmıştır. İşleme deneylerinde kullanılmak üzere "PWLNL2525M08-CHP" kodlu takım tutucu Tungaloy firmasından tedarik edilmiştir. Kesici uç ve takım tutucusu Şekil 1'de

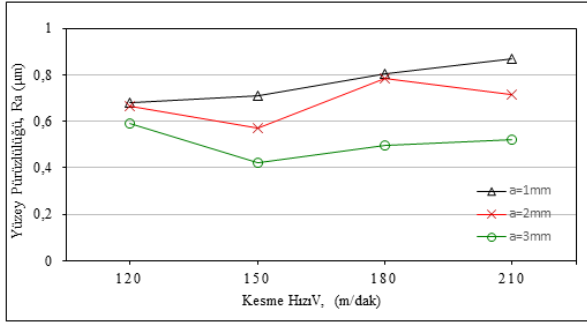
gösterilmiştir. Kesme deneyleri, ISO 3685 dikkate alınarak belirlenmiş kesme parametreleri (kesme hızı, ilerleme hızı, kesme derinliği) kullanılarak yapılmış olup deneylerin her biri için yeni kesici takım kullanılmıştır [11]. Mitutoyo SurfTest SJ-210 model yüzey pürüzlülük cihazı ile işlenmiş yüzeyler üzerinde yüzey pürüzlülüğü ölçmeleri gerçekleştirilmiştir. Yüzey pürüzlülük ölçümleri ISO 4288'e uygun olarak, örnekleme uzunluğu (λ) ve ölçme uzunluğunun (L) tespitinde ilgili kurallara uyulmuştur [12]. Ölçümler iş parçası eksenine paralel olacak şekilde işlenmiş yüzeyde üç farklı noktada yapılmıştır. Ölçümler sonucu bulunan değerlerin aritmetik ortalaması alınarak ortalama yüzey pürüzlülük (R_a) değerleri hesaplanmıştır.



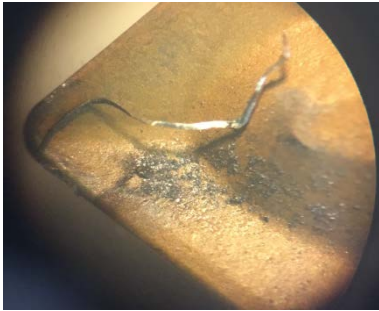
Şekil 1. İşlenebilirlik deneylerinde kullanılan kesici uç ve takım tutucu [13]

3. Deneysel Sonuçları ve Tartışma

Östenitik paslanmaz çelikler, sünekliklerinin yüksek olması, yüksek deformasyon sertleşme eğilimleri ve düşük ısıl iletkenlik özelliklerinden dolayı işlenebilirlikleri zordur. Şekil 2 AISI 304 paslanmaz çeliği için iş parçası ortalama yüzey pürüzlülük değerini (R_a) göstermektedir. Bu değerler her bir iş parçası ve her bir kesme hızı için yapılan üç ölçümün ortalamalarıdır. İş parçası ortalama yüzey pürüzlülüğü grafiğine göre, elde edilen yüzey pürüzlülük değerlerinin kesme hızından oldukça etkilendiği görülmektedir. Ayrıca talaş derinliğinin artması ile yüzey pürüzlülük değerleri azalmıştır. En düşük yüzey pürüzlülük değeri 150 m/dk kesme hızında ve 3 mm talaş derinliğinde 0,424 μ m olarak ölçülmüştür. 150 m/dk kesme hızında yapılan deneylerde farklı talaş derinliklerinde elde edilen yüzey pürüzlülük değerlerine göre talaş derinliğinin artmasıyla yüzey pürüzlülük değeri % 30 oranında azalmıştır. Şekil 3 de 150 dev/dk kesme hızında 3 mm talaş derinliğinde 0,1 mm/dev ilerleme hızında yapılan deneyler sonrası kesici uç ve oluşan talaşın görüntüleri verilmiştir. Yüksek krom ve nikel muhtevasına sahip AISI 304 paslanmaz çelikler diğer karbonlu veya alaşımli çeliklerden daha yüksek sünekliğe ve daha düşük ısıl iletkenliğe sahiptir. Bu nedenle bu malzemeyi şekillendirebilmek için yüksek enerjiye ihtiyaç vardır. Artan talaş derinliği ile yüzey pürüzlülük değerlerindeki azalma, kesici takım talaş yüzeyinde takım-talaş temas alanındaki sıcaklığın artmasıyla, takım talaş yüzeyindeki akma bölgesinde yapışan malzemenin kayma dayanımının azalmasıyla açıklanabilir [14,15]. Şekil 4'de 210 m/dk kesme hızında yapılan deneyde kullanılan kesici ucun ve çıkan talaşın görüntüleri verilmiştir.



Şekil 2 AISI 304 paslanmaz çeliğin 0,1 mm/dev ilerleme hızında işlenmesi sonucu elde edilen yüzey pürüzlülük değerlerinin talaş derinliğine ve kesme hızına göre değişimleri

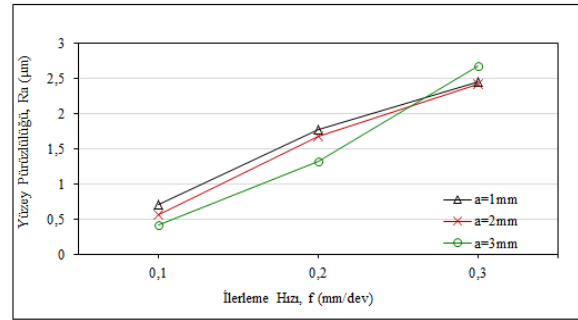


Şekil 3. 150 m/dk kesme hızında 3 mm talaş derinliğinde 0,1 mm/dev ilerleme hızında yapılan deneyler sonrası kesici uç ve oluşan talaşın görüntüleri

En yüksek yüzey pürüzlülük değeri 210 m/dk kesme hızında 1 mm talaş derinliğinde ve 0,1 mm/dev ilerleme hızında yapılan deneyde 0,869 μm olarak elde edilmiştir. Kesme hızındaki artışla yüzey pürüzlülüğünün artması, yüksek kesme hızlarında kesici takım ucundaki muhtemel küçük kırılmalarla ve talaşın yüzeye sarılması ile açıklanabilir. Şekil 4 de 210 m/dk kesme hızında 1 mm talaş derinliğinde 0,1 mm/dev ilerleme hızında yapılan deneyler sonrası kesici uç ve oluşan talaşın görüntüleri yer almaktadır.



Şekil 5 AISI 304 paslanmaz çeliğin 150 m/dk kesme hızında sonucu elde edilen yüzey pürüzlülük değerlerinin ilerleme hızına göre değişimleri



Şekil 5 AISI 304 paslanmaz çeliğin 150 m/dk kesme hızında sonucu elde edilen yüzey pürüzlülük değerlerinin ilerleme hızına göre değişimleri göstermektedir.

İlerleme hızındaki artışa bağlı olarak elde edilen yüzey pürüzlülük değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. En yüksek yüzey pürüzlülük değeri 3 mm talaş derinliğinde ve 0,3 mm/dev ilerleme hızında 2,688 μm olarak ölçülmüştür. En düşük yüzey pürüzlülük değeri 3 mm talaş derinliğinde 0,1 mm/dev ilerleme hızında 0,424 μm olarak belirlenmiştir. Şekil 6 da 150 m/dk kesme hızında 3 mm talaş derinliğinde 0,1 mm/dev ilerleme hızında yapılan deneyler sonrası kesici uç ve oluşan talaşın görüntüleri yer almaktadır.



Şekil 6. 150 m/dk kesme hızında 3 mm talaş derinliğinde 0,1 mm/dev ilerleme hızında kesici uç ve oluşan talaşın görüntüleri

4. Sonuçlar

AISI 304 östenitik paslanmaz çeliği üzerinde tornalama ile yapılan işlenebilirlik deneylerinden elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir:

- ✓ Artan kesme hızı ile yüzey pürüzlülük değerleri belirli bir kesme hızı değerine kadar azalmıştır ancak bu değerden sonra artan kesme hızı ile artış eğilimi göstermiştir.
- ✓ Talaş derinliğinin artması ile yüzey pürüzlülük değerleri azalmıştır. En düşük yüzey pürüzlülük değeri 150 m/dk kesme hızında ve 3 mm talaş derinliğinde 0,424 µm olarak ölçülmüştür.
- ✓ İlerleme hızının artması ile yüzey pürüzlülük değerleri artmıştır.

Kaynaklar

- [1]. Sandvik-Coromant Co. Inc., "Modern Metal Cutting – A Practical Handbook", İsveç, 1997.
- [2]. Savaşkan, T., " Malzeme Bilgisi ve Muayenesi" , Trabzon, 2009
- [3]. Özdemir, K., Çakır, M. C. "Kesme Parametrelerinin Başlangıç Aşınmasına Etkisinin Deneysel Olarak İncelenmesi", Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, Cilt 13, Sayı 2, 2008
- [4]. Karayel, D. "Prediction and control of surface roughness in CNC lathe using artificial neural network", Journal of Materials Processing Technology, 209: 3125–3137, (2008)
- [5]. Sekmen, M., Günay, M., ŞEKER, U. "Alüminyum Alaşımlarının İşlenmesinde Kesme Hızı ve Talaş Açısının Yüzey Pürüzlülüğü, Yığıntı Talaş ve Yığıntı Katmanı Oluşumu Üzerine Etkisi", Politeknik Dergisi, 2015; 18 (3) : 141-148
- [6]. Swapnagandha, S. Wagha, Atul P., Kulkarni, Vikas G. Sargade. " Machinability studies of austenitic stainless steel (AISI 304) using PVD cathodic arc evaporation (CAE) system deposited AlCrN/ TiAlN coated carbide inserts", International Conference on Design and Manufacturing, IConDM 2013 Cilt 64, 907-914, 2013.
- [7]. Çetin, M. H., Özçelik, B. "AISI 304 Çeliklerin Tornalanmasında EP Katkılı Karma Bitkisel Esaslı Kesme Sıvılarının Performansı", Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der. Cilt 26, No 3, 581-589, 2011.
- [8] Abou-El-Hosseini, K.A., Yahya, Z. "High-Speed End-Milling of AISI 304 Stainless Steels Using New Geometrically Developed Carbide Inserts", Journal of Materials Processing Technology 162–163 596–602 2005.
- [9]. Tekaslan, Ö., Gerger, N., Şeker, U. "AISI 304 Östenitik Paslanmaz Çeliklerin Farklı Kesme Parametreleri İle Tornalama İşleminde Sonra Oluşan Kalıcı Gerilmelerin Araştırılması", Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der. Cilt 24, No 3, 443-452, 2009

[10].Çiftçi, İ. "Östenitik Paslanmaz Çeliklerin İşlenmesinde Kesici Takım Kaplamasının ve Kesme Hızının Kesme Kuvvetleri ve Yüzey Pürüzlülüğüne Etkisi" Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der. Cilt 20, No 2, 205-209, 2005.

[11]. ISO 3685, "Tool-life testing with single-point turning tools", 1-12 (1993).

[12]. ISO 4288, "Geometrical Product Specifications (GPS) -Surface texture: Profile method-Rules and procedures for the assessment of surface texture", 1-8 (1996).

[13].https://www.tungaloy.com/common/products/catalog/ee/general_catalog_ee.pdf

14. Trent, E.M. Metal Cutting, Butterworths Pres, London, 1989.

[15]. Çiftçi, İ., Kasap, M., Şeker, U. "Östenitik Paslanmaz Çeliklerin İşlenebilirlik Parametrelerinin Belirlenmesi Üzerine Yapılmış Deneysel Çalışmalar", Z.K.Ü Karabük Teknik Eğitim Fakültesi, Teknoloji Dergisi, Sayı 3-4, 130-141, 1999.

AUSTENITE GRAIN SIZE ANALYSIS IN RAIL STEELS AND EFFECT ON TENSILE PROPERTIES

RAY ÇELİKLERİNDE ÖSTENİT TANE BOYUTU ANALİZİ VE ÇEKME ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Bilge DEMİR^a, Muhammed ELİTAŞ^b

^a Makine Mühendisliği Bölümü, Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye, E-posta: bdemir@karabuk.edu.tr

^b İmalat Mühendisliği Bölümü, Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye

Özet

Bu çalışmada, ticari bir ray çeliği R260 kullanılarak, Önceki Östenit Tanelerinin (PAG) analizi ve çekme özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Ray çelikleri için mekanik özellikler ve buna etkiyen faktörler çok önemlidir. Özellikle PAG'in üretim ve servis şartlarında oluşabilecek hasarlar açısından önemi Ray çelikleri için oldukça fazladır. Bu çalışmadaki deneysel çalışmalar oluşturulan yüksek sıcaklık ısıtma profiline ve alternatif model yapıların uygulanmasını sağlayan ısıtma işlemleri ve malzeme karakterizasyonu esasen metalografi ve çekme testinden oluşmaktadır. Çalışmada farklı östenitleme sıcaklıklarında tavlamanın (A3 sıcaklığı üzerinde 900°C -1200°C) ardından çekme test numuneleri hadde sonrası soğuma şartlarını benzeştirmek için havada ve PAG analizlerinin yapılacağı numuneler suda soğutulmuştur. Ayrıca PAG numunelerine temperleme de yapılmıştır. Sonuçlar sıcaklığa göre östenit tane boyutunun ve östenit tane boyuna bağlı olarak da çekme özelliklerinin önemli oranda değiştiğini göstermektedir.

Anahtar kelimeler: Önceki östenit tane boyutu, ray çelikleri, mikroyapı, mekanik özellikler

Abstract

In this work, analysis of Prior austenite grains and the influence on tensile properties was investigated using a commercial rail steel R260. The mechanical properties and the factors that affect them are very important for rail steels. It is especially important in terms of the damage that may occur in PAG's production and service conditions for rail steels. In this study, the thermal process and the material characterization which make up the application of the high temperature thermal profile and the alternative model structures which are formed by the experimental studies mainly consist of the metallography and the tensile test. In the study, annealing at different austenizing temperatures (900°C -1200°C above the A3 temperature) followed by cooling the tensile test specimens in the air to simulate post-rolling cooling conditions and cooling the samples to be subjected to PAG analyzes. PAG samples were also tempered. The results show that the austenite grain size dependence of the temperature and the tensile properties varies significantly according to the austenite grain size.

Keywords: Prior austenite grain size, railway steels, microstructure, mechanical properties

1. Giriş

Bu çalışmada, Önceki Östenit tanesi veya boyutu (PAG) yani Östenitleme sırasında çeliğin soğumasından ve östenitin diğer fazlara dönüşmesinden önceki tane boyutunun açığa çıkarılması, kantitatif değerleri ve çekme özelliklerine etkisi incelenmiştir. Isıl işlem için östenit bölgesine A_{c3} veya A_{cm} sıcaklığı üzerine tavlama yapılan Ferritik, perlitik çeliklerin bu sıcaklıktaki sahip olduğu tane boyutu (östenit tane boyutu), sıcaklık ve bu sıcaklıkta tutma süresine bağlıdır [1-12,15]. Çelikler için metalürjik özellikler direkt olarak PAG ile ilişkilidir. Bu ilişkinin temel kaynağını Kavishe ve diğerleri [13], östenitleme sıcaklığı dolayısıyla östenit tane boyutunun artmasına bağlı olarak soğuma sırasında perlit lamelleri arası mesafenin büyümesi ile aynı zamanda perlit yapının ve ferrit matrisin kabalaşması, dolayısıyla tokluğun ve çekme özellikleri dengesinin olumsuz etkilenmesi olarak ifade etmişlerdir. Genellikle östenit bölgesinde yüksek sıcaklıklarda tavlama sırasında östenit tane büyümesi gerçekleşmektedir. Bunu önlemek için çelikler güçlü karbür yapıcı mikro alaşım elementleri ile alaşımlandırılmaktadırlar. Kavishe ve diğerleri [13], çalışmalarında Nb ilavesi ile östenitleme sırasında östenit tanelerinin kabalaşmasının önlenilebileceğini ifade etmişlerdir. Öneme binaen Araştırmacılar [1-12], östenit tanelerinin belli boyutta stabilizasyonunu amaçlamışlardır. Bu şekilde özellikle ray çeliği gibi ekonomik-teknolojik ve güvenlik açısından kritik bir çelik malzemenin özellikleri kontrol edilmeye çalışılmıştır. Sonuç itibarı ile çeliklerin sahip oldukları sonuç mikroyapısı sahip oldukları önceki östenit yapısı ve boyutuna sıkı sıkıya bağlıdır. Anlaşılmalı, analiz edilmeli ve muhakkak kontrol edilmelidir [13-16].

Demiryolu rayı değişen ve oldukça zor şart ve yükler altında çalışan, yüksek zorlamaları üzerinde yerleştiği malzemeye intikal ettiren bir yapı parçasıdır. Günümüzde bu zorlamalar daha da artmıştır. Bunun temel nedeni tren hızının ve buna bağlı ve ayrıca taşıma kapasitesinin de oldukça artmasıdır. Rayların dinamik yüklerle maruz kalması yorulma dayanımı ve yorulma sonucu oluşabilecek kusurları önleyecek tedbirlerin titizlikle takip edilip alınmasını elzem kılmaktadır. Dolayısıyla her türlü özelliklerinin çok hassas olarak kontrol edilmesi gerekir. Yıllardır demiryolu taşımacılığında sağlanan yüksek hız, uzun vagon boylarında daha büyük tekerlek yükleri, kaynaksız rayların kullanımı gibi gelişmeler, daha büyük ivmeler ve daha kısa fren mesafeleri gibi gelişmelere paralel olarak ray özelliklerinin gelişmesi ve kontrolünde de oldukça önemli gelişmeler sağlanmıştır.

Bütün bu performans artışlarını sağlamak için raylarda ihtiyaç duyulan temel özellikler; aşınma direnci, yorulma direnci, plastik deformasyon direnci, kalıntı gerilmelerin giderilmesi ve kaynak kabiliyeti olarak sıralanabilir. Bütün bu özellikler dolaylı olarak esasen PAG ile ilişkilidir [7-9].

Konuyu temelinden biraz daha açacak olursak: Metallerin özellikleri; kimyasal bileşim, mekanik işlemler ve ısı işlemlerin bir kombinasyonu olarak ifade edilmektedir. Bu ölçüde metallerin özellikleri içyapılarına bağlıdır. Malzemelerin içyapıları, değişik uygulamalarda malzemelerin nasıl bir davranış sergileyeceğinin ön görülebilmesini sağladığı için önemlidir. Endüstriyel uygulamalarda malzemeler, birçok endüstriyel süreçle birlikte yüksek sıcaklıklarda tavlama ile deformasyona tabi tutulmakta (temperleme, martemperleme, östenitleme gibi malzeme özelliklerinin istenerek değiştirildiği işlemler olabileceği gibi korozyon, yorulma, burulma, çekme, darbe gibi dışarıdan gelen etkilerde olabilir) ve bu süreç ile özelliklerinde değişiklikler meydana gelebilmektedir. Bu işlemlerden etkin ve değişerek etkinliğini gösteren faktörlerin en önemlilerinden bir tanesi sonuç yapısının morfolojisi üzerinde etkin olan önceki östenit tane (PAG) boyutudur. Tane boyutunun çelikler için ve önceki östenit tane boyutunun da tane boyutu ve östenit bozunum-dönüşüm ürünleri üzerindeki etkisi bilinmektedir ve akademik ve endüstriyel öneme sahiptir [1-9]. Dönüşüm ürünlerinin türü, bileşimi ve metalografik yapısı çeliğin fiziksel ve mekanik özelliklerini büyük ölçüde etkiler. Diğer bir deyişle bir çeliğin fiziksel ve mekanik özellikleri içerdiği dönüşüm ürünlerinin cinsine, miktarına ve metalografik yapısına bağlıdır [4-9].

Çekme özelliklerinin metalürjik etkenlere bağlı olarak değişimini tespit etmek için kullanılan metalografik yöntemler çok önemlidir ve çok geçerli tekniklerin kullanılması ve araştırılması çok popülerdir [16]. Mikroyapısal parametrelerden önceki östenit tane (PAG) boyutunun belirlenmesi önemli prensipler içerir. Bunlar; Östenit tane boyutunun net bir şekilde açığa çıkarılması ve boyutunun ölçülmesidir. Bu çalışmada, literatür araştırması sonucunda PAG tanelerini açığa çıkarabilecek ekonomik-pratik-sağlıklı olabilecek yöntem olarak kimyasal dağlama yönteminin en doğru olacağı kanaati uyanmış ve bu yöntem kullanılmıştır [5,7]. Etkin yöntemlerden olan termal-kimyasal dağlama sağlığa zararlı etkileri arttırmamak için tercih edilmemiştir. Mecbur kalındığı takdirde kullanılması uygundur.

Önceki östenit tane (PAG) boyutunun açığa çıkarılması önemli kriterler içerir. Temelde bu kriterler önceki östenit tane boyutunun net bir şekilde açığa çıkarılması ve boyutunun ölçülmesidir. Östenit tane yapısı oda sıcaklığında kararlı olmaması, soğuma sırasında östenitin bozulması ve dönüşüm ürünlerine dönüşmesi neticesinde oldukça kritik zorluklar içerir [1-10]. Genel olarak PAG'ın belirlenmesi için kullanılan prosesler kimyasal kompozisyonuna bağlıdır ve ayrıca birçok faktör örneğin dağlayıcı, alaşım yapısı vb. de etkili olmaktadır. Bütün bu ilgili faktörler literatürde hemen hemen tanımlanmıştır. Bununla birlikte proseslerin uygulanması birçok çelikler için mesela; orta ve yüksek karbonlu çelikler ve mikro alaşımlı orta karbonlu çelikler

in için oldukça güç olabilmektedir. Her çelik türü için optimize PAG çalışmasına ihtiyaç vardır ayrıca çelik fabrikalarının da bu çalışmaları en sağlıklı şekilde yapabilmeleri müşterileri açısından önemlidir [1].

Temelde önceki östenit tane boyutunun (PAGS) belirlenmesi için yapılan çalışmaları iki grupta inceleyebiliriz [1-3]. Bunlar;

- I) Direk Prosedürler: Bu prosedürler çeliğin Ac_3 - A_{cm} kritik sıcaklıklardan östenit mikro yapısının direkt olarak gözlemlenmesi temeline dayanmaktadır. Dolayısıyla bu çalışma yüksek sıcaklık mikroskobuyla yapılır.
- II) Dolaylı prosedürler: Bunlar prosedürler farklı metalografik yöntemleri ve ileri östenitleme ısı işlemleri içermektedir. Sonuç olarak bu yöntemler ile (PAGS) taneleri oda sıcaklığında açığa çıkarabilmektedir.

Esasen, çok yaygın olarak kimyasal dağlama yöntemleri kullanılmaktadır. Dağlayıcı içeriği temel olarak sulu pikrik asit ile ısıtma esasına dayanmaktadır. En iyi sonuçların alınabilmesi için numuneler su verme-temperleme işlemlerine tabi tutulmaktadır [1-10]. Başarılı çalışmalardan birine imza atan Zhang ve Guo DC [7] çalışmalarında 10 gr CrO₃, 50 gr NaOH, 1,5 gr pikrik asit, 100 gr su, solüsyonu önceki östenit tane (PAG) yapısını açığa çıkarabilmek için belirlemişlerdir. Çalışmalarından birçok farklı çelik için belirtilen solüsyonun oldukça başarılı sonuçlar verdiğini bildirmektedir. Bununla birlikte bu solüsyonun sıcak dağlama (120 °C) gerektirmesi ve toksin bileşenler solunması ciddi bir sınırdır [14-20]. Özellikle Garcı'a ve arkadaşlarının [3] çalışması bu konuya önemli bir katkı sağlamaktadır. Bu çalışmada ticari ray çeliklerinin izafi olabilecek östenitleme şartlarının önceki PAG'a etkileri ile Önceki östenit tanelerinin farklı inceleme metod ve parametrik şartları kullanılarak ideal veya ideale yakın görüntülenmesi sağlanabilmektedir.

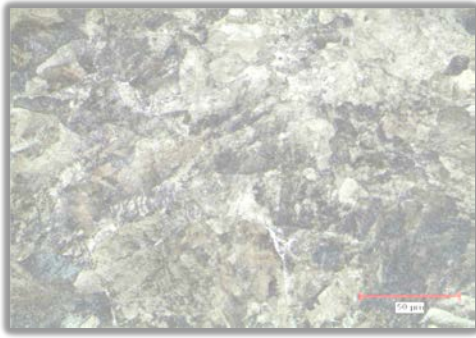
Öneminden kaynaklanan ısı işlem şartları çekme test numunelerine uygulanarak imalat proses parametrelerinin yani östenitleme ve soğuma şartlarının temelde de PAG durumunun ray çeliklerinin çekme özellikleri etkisi araştırılmıştır. Üretim şartlarında, yeniden ısıtma tav fırınlarında ısıtma işlemi blum (260 x 360 mm) yay çelik blumları için sıcak şekillendirme tavlama 1250 °C civarında soğuk şarj alınarak yapılmaktadır. Ray çeliklerinin karbon miktarı daha yüksek seviyelerde olduğundan (%C:0,60-0,80) tavlama rejiminin sürekli kontrol altında tutulması oldukça önem arz etmektedir [11]. Tavlama sonrasında haddeleme işlemine alınan ray çeliği sıcaklığı düşmeye devam eder ve nihai olarak son hadde sıcaklığı 900-950 °C civarındadır. Bileşimden kaynaklı tavlama şartlarındaki hassasiyetlerden dolayı, tavlama hatalarının oluşmasını engellemek ve PAG oluşumlarını idealize etmek için fırın atmosferini kontrol altında tutmak ve sıcaklığın da kontrol altında tutulması oldukça önemlidir. Esasında yüksek sıcaklıklardaki deformasyon sırasında östenit tane boyutunun gelişimi ve etkisi de önemli olsa da bu çalışmada öncelikli olarak sonuçlanan PAG'ın görüntülenmesi parametrik olarak değişiminin belirlenmesi ve ray çeliklerinin çekme özelliklerine etkisi araştırılmıştır.

2. Deneysel Çalışmalar

Bu çalışmada Çizelge 1'de kimyasal kompozisyonu verilen R260 demiryolu rayının en önemli profilini oluşturan mantar kısmından keserek çıkarılan çelik numuneler kullanılmıştır. Bu numunelerin başlangıç mikroyapısı Şekil 1'de gösterilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi bu yapı ötektoit ve kısmen ötektoit olarak ifade edilebilecek protektoit bileşen içeren oldukça ince perlitik bir yapıdır.

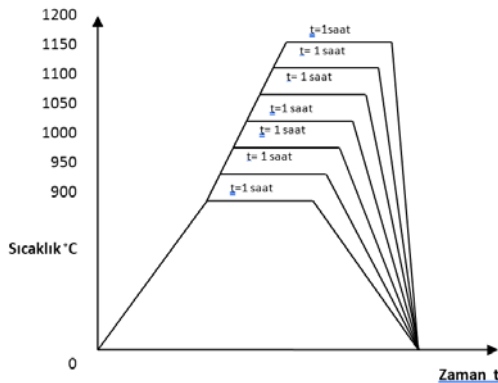
Çizelge 1. R260 kalite demiryolu rayının kimyasal kompozisyonu (%)

C	Mn	Si	S	P	N	Al
0,72	1,06	0,38	0,008	0,02	53	0,0015
Cr	Ni	Cu	Mo	V	Ti	Sn
0,65	0,37	0,65	0,0041	0,0044	0,038	0,001



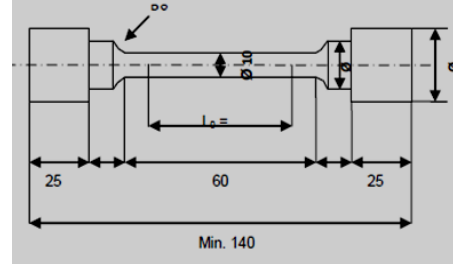
Şekil 1. İşlem görmemiş (haddelenmiş hali ile) R260 Ray çeliği mikroyapısı.

Blok Raydan 30 cm uzunluğunda dilimler çıkartmak ve ısıtım işlem sonrası ray parçasının uzunlamasına dik kesitinin ortasından numune almak ve bu esnada ısınma oluşmaması için sıvı soğutmalı şartlarda çalışan şerit testere kesme cihazı kullanılmıştır. Daha sonra 30 cm'lik uzunluğundaki bu dilimler diskli kesme cihazı ile kesilerek 30x30 mm'lik numuneler haline getirilmiştir. Bu 30x30 mm ebatlı numuneler kaba zımparalama (150 mesh) yapıldıktan sonra ısıtım işlemine tabi tutulmuştur. Östenitleme ısıtım işlemleri, çelikler için demir-karbon denge diyagramında östenit dolayısıyla östenitleme bölgesi olarak adlandırılan Ac_3 sıcaklığı üzerinde yer alan ve aynı zamanda sıcak şekillendirme sıcaklıkları da olan 900°C-1200°C aralığında yapılmıştır. Metalografi numunelerine suda su verme ardından temperleme işlemleri yapılmıştır. Bu işlemler şematik olarak Şekil 2'de gösterilmiştir.



Şekil 2. Isıtım işlemlerin şematik gösterimi

Soğutma rejimi olarak hava kullanılarak bu prosedürlerin aynıları çekme test numunelerine uygulanmıştır. Çekme testlerinde çekme hızının etkisini elimine etmek için 05mm/dk. çene hızı uygulanmıştır. Çekme test numunesi teknik resim olarak Şekil 3'te verilmiştir. Bu çekme test numuneleri ısıtım işlemler olarak; metalografi numunelerinin ısıtım işlemlerine tabi tutulmuş farklı olarak soğutma işlemi havada yapılmıştır. Bilindiği üzere PAG ısıtım işlemi suda su verme içermektedir. Sertlik ölçümü HBW_{2,5/187,5} kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 3. Çekme test numunesinin şematik görünümü

Orijinal ray çeliği yapılarının optik incelenmesi standart metalografik metotla hazırlanmış parlatılmış numunelerin %2-3 nital ile dağlama neticesinde yapılmıştır. Bu şekilde orijinal yapılar perlit lamelleri ince olduğu için görülmesi de perlitik yapı açık olarak görülmektedir. Ancak İslah olarak tabir edebileceğimiz PAG'ın açığa çıkarılması için uygulanan ısıtım ve metalografik işlemlerden sonra numuneler vilella çözeltisiyle dağlama işlemine tabi tutulmuş ardından optik olarak incelenmiştir [12]. Vilella çözeltisi özellikle metal karbürlerin açığa çıkarılmasında oldukça etkilidir. Bazı numunelerde ikili dağlama işlemi; %2-3 nital ile dağlamanın ardından Vilella ile dağlama işlemleri de gerçekleştirilmiştir. Şartlara ve görünürlüğe göre bunlar dengelenmiştir. ASTM 112-96 standartları ışığında optik incelemeleri yapılmış, ASTM 112-96 bağlı olarak nicel analizlerde Clemex programı ve ilgili prosedürler kullanılmıştır [10-12].

3. Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

3.1. Önceki Östenit Tane Boyutu

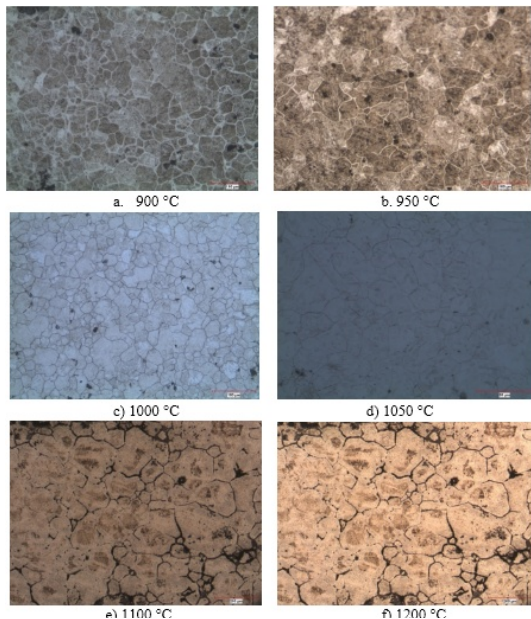
Önceki östenit tane boyutu (PAG) tayini için tanelerin belirgin hale getirilmesi gerekir. Oda sıcaklığında ötektoit olan yapıda bu nasıl sağlanabilecektir. Ötektoit olan yapıda değil ama ıslah (suverme+temperleme) işlemi neticesinde yapılan dağlama ile bu mümkün olmaktadır. Pratikte farklı bazı uygulamalarda olabilmekte birlikte bunun esas yöntem olduğunu kabul edebiliriz [10-12]. Bunun için seçilecek yöntem çeliğin bileşimine göre değişmektedir [9]. Östenitleme sıcaklığına bağlı olarak östenit tane boyutunun değişimini belirlemek amacı ile farklı sıcaklıklarda 1 saat için östenitleme neticesinde suda su verme 300°C'de temperleme-dağlama ile elde edilen mikroyapı-Prior austenite grain (PAG) fotoğrafları Şekil 4'te gösterilmiştir. Şekil 4'te verilen numunelerin östenit tane boyutu analizleri ve diğer bilgileri Çizelge 2'de verilmiştir. Mikroyapı fotoğrafları ve Çizelge değerlerinden görüldüğü gibi PAG boyutu östenitleme sıcaklığına bağlı olarak oldukça artmaktadır. Hatta 900'de ASTM 9 değerinde iken bu değer östenitleme sıcaklığının 1200 °C'ye çıkması ile ASTM 5 değerine

çıkılmaktadır. Yine Çizelge 2'de görüldüğü gibi 7 farklı östenitleme sıcaklığı kullanılmıştır. Yalnız buradaki artış 1000°C'den 1200 °C'ye geçişte yaklaşık 2 katıdır ki bu sonuç tavlama sıcaklığının önemini açık olarak göstermektedir. Östenit tanelerinin irileşmesi ile beraber PAG tane sınırlarının oldukça genişlediği gözlenmektedir. Bu çalışma ile ifade edilen orijinal bir bakış açısı şu olabilir; bu sonuç tane sınırlarının azalmasına bağlı olarak oluşan karbür başına düşen birim tane sınır miktarının azalması ve yoğun görünen karbür yapısından kaynaklanmaktadır. Ayrıca yüzeyden fazla zımparalama yapılmadan hazırlanan numunelerin bir sonucu reaktif atmosfer şartlarına bağlı olarak, yüksek sıcaklık korozyonuna uğrayan yüksek yüzey enerjisine sahip tane sınırlarında özellikle korozyonun artması ile açıklanmaktadır. Bundan faydalanılarak PAG sınırlarının görünürlüğü sağlanmaktadır.

Östenit irileşmesi sonraki mekanik ve diğer özellikleri etkileyeceği için muhakkak planlanması gereken bir değer olarak kabul edilmelidir. Genelde östenit tane boyutunun artması ray çelikleri için istenmeyen bir durumdur [3,7-9]. Kavish ve Baker [13] Östenit tane boyutunun perlit lamelleri arası mesafeyi etkilediğini sonuç olarak da ray çeliklerinde dayanım ve kırılma tokluğunu özellikle ray çeliklerinde açık olarak ortaya koymuşlardır. Burada temel mekanizma iri yapıdan ince lameller arası yapıya geçişle ortaya çıkan değişimdir.

Çizelge 2. Tavlama sıcaklığı, sertlik ve ASTM tane boyutu numarası ilişkisi

Numune kodu	Östenitleme Sıcaklığı, (°C)	Tavlama Süresi (saat)	Ortalama Tane Çapı, [µm]	ASTM Tane Boyutu No: (G)
1	Orijinal Numune	0	----	9
2	900	1	22	8
3	950	1	32	7
4	1000	1	32	7
5	1050	1	44	6
6	1100	1	44	6
7	1150	1	55	5
8	1200	1	62	5



Şekil 4. R260 Ray çeliğinin farklı sıcaklıklarda östenitleme ile elde edilen östenit tane boyut ve mikroyapıları

3.2. Çekme Özellikleri Üzerine PAG'ın Etkisi

Çizelge 3'te çekme test sonuçları ve sertlik test sonuçları birlikte verilmiştir. Çizelge 3'ten görülebileceği gibi tavlama sıcaklığının artmasına bağlı olarak PAG boyutu da artmaktadır. Bunun yanında dayanım ve sertlik değerleri azalırken süneklik değerlerinde önemli bir değişiklik olmamıştır. Genel olarak morfolojinin homojen sıcaklığı endeksli tutarlı boyutta Önceki östenit tane boyutu içerdiği görülmektedir. Önemli hususlardan bir tanesi tavlama sıcaklığının, buna bağlı olarak PAG'ın artması yani iri östenit tanesi oluşumu ve sonuç itibari ile havada soğuma sırasında östenitin bozunumunun kaba perlit yapı ile sonuçlanmasıdır [3]. Bu yapı ise ince perlit yapıya nazaran mekanik özellikleri kötü, sertlik değeri düşük olan bir yapıdır. Ayrıca kaba yapıda protektoit ferrit teşkil ihtimali daha fazladır. Buda Ray çelikleri açısından dayanım anlamında ve tokluk anlamında mekanik özellikleri olumsuz etkileyen bir konu olarak değerlendirilmektedir.

Gragas ve arkadaşları [3], çalışmalarında kaba önceki östenit tanelerinin kaba perlitik yapı ve kısmen bazı iri protektoit ferritlere sebep olarak mekanik özellikleri dayanım aleyhine bozduğunu bildirmişlerdir. Östenit tane boyunun düşürülmesine vurgu yapmış Nb kullanılmasını tavsiye etmişlerdir. Ayrıca benzer olarak elde edilen perlit lamelleri arasındaki mesafenin östenit taneleri irileşse de dayanımda düşüşe değil artmaya sebep olduğunu bunun sebebinin olabilecek protektoit ferrit hacim oranındaki düşüşten kaynaklanabileceğini bildirmişlerdir. Diğer bir çalışmada Kavish ve Baker'da [8] benzer konulara dikkat çekmişlerdir. Genelde sertleştirme amaçlı bir çalışma değilse, tabidir ki oluşan perlitin niteliği çok önemlidir. Sonuç olarak bu çalışmada ortaya konulduğu gibi kaba östenit tanelerinin özellikle kaba perlit ve belki de protektoit yapılarına sebebiyet verdikleri için ray ötektoit çelikler için umut edilen aşınma ve sertlik değerlerinde olumsuz sonuçlar doğurabilecek boyutlara ulaşabilir. Yalnız kaba perlit yapının bir diğer belki de en önemli sebebi yüksek sıcaklıklardan yavaş soğumadır. Bu iki faktör yani önceki östenit tane boyutu ve perlit niceliği ve niteliği kombine olarak mekanik özellikler üzerinde etkilidir. Raylarda esasen ince perlitik yapı istendiği için bu iki etki birlikte değerlendirilmelidir.

Çizelge 2 ve Çizelge 3'den anlaşıldığı üzere, sıcaklığın artmasına bağlı östenit tane boyutu artmakta buna bağlı olarak da sertlik değerleri ve akma ve çekme dayanımları azalmaktadır. Dollar ve diğerleri [17], mekanik özellikleri östenit tane boyutu ve perlit lamelleri arasındaki boşluğa göre açıklama için dislokasyon kaynağına ilişkin olarak bir inceleme yapmışlardır. Sonuç itibari ile ferritte gerilim yoğunlaşmasının kaba perlit lamelleri arasındaki mesafede daha fazla olduğunu ve erken akma ve deformasyona sebep olduğunu bildirmişlerdir. Dollar ve diğerleri [17] perlit lamelleri arasındaki boşluğa bağlı olarak Holl-Patch eşitliğini aşağıdaki gibi geliştirmişlerdir (Eşitlik 1).

$$\sigma_{(\varepsilon,s)} = \sigma_0(\varepsilon) + k(\varepsilon)s^{-1} \quad (1)$$

Çizelge 3 Uygulanan ısıtma işlemi, ASTM tane boyutu ve çekme test sonuçları (Lo= 50 mm)

Numune No	Östenitleme Sıcaklığı °C	Rp0,2 N/mm ²	Rm N	Rm N/mm ²	L1 mm	A(m) %	Sertlik (HBW _{2.5/187.5})	Tav Süresi	Soğutma Şartı	ASTM Tane Boyutu
1	Orijinal	-	-	-	-	-	321	-	-	9
2	900	635	76890	1030	55,6	11,2	298	1	Hava	8
3	950	624	75120	1023	55,6	11,2	270	1	Hava	7-8
4	1000	593	72697	992	55,7	11,4	217	1	Hava	7
5	1050	606	72646	998	55,7	11,4	215	1	Hava	6-7
6	1100	577	69509	945	55,7	11,4	204	1	Hava	6
7	1150	563	69981	947	55,6	11,2	201	1	Hava	5-6
8	1200	586	67938	945	55,6	11,2	181	1	Hava	5

4. Genel Değerlendirme

Son yıllarda demiryolu ray çeliklerinde çok önemli bir kalite gelişimi olmuştur [12]. Bunun yanında demiryolu taşıt güç ve ağırlıkları da oldukça artmıştır. Buna bağlı olarak da çatlak oluşumları ve yorulma gibi hasarlar daha ciddi olarak oluşmaya ve değerlendirilmeye başlanmıştır. Bahsi geçen konular için PAG direkt etkili bir konudur. Bu kapsamda olmak üzere ötekoit öncesi ferrit oluşumunun önemi dikkat çekicidir. Tabi kimyasal bileşime bağlı bir konudur. Bütün bu şartları desteklemek için, bu çalışma ile bir demiryolu ray çeliğinin önceki östenit tane boyutunun tespit edilmesi sağlanmış yöntem anlaşılır kullanılabilir bir hale getirilmiştir [9].

Bu çalışma ile önceki östenit tane boyutu-tavlama sıcaklığı-çekme özellikleri ilişkisi belirlenmiştir. Östenit tanelerinin boyutlarından hareketle literatürde çekme özelliklere yansıma yani sonuçlanabilecek akma ve çekme dayanımları özellikle akma dayanımlarının hesap edilebildiği deneysel formüller vardır [3,8,17]. Ray çeliklerinde literatürde önceki östenit tane boyutlarının mekanik özelliklere etkisi hakkındaki veriler sınırlıdır. Bu çalışma ile bu konuda deneysel ve teorik anlamda çok önemli bir katkı sağlanmıştır.

Aşağıdaki ek değerlendirmelerde yapılmıştır.

1. Östenit tane boyutunun azalmasına bağlı çekme dayanımı ve sertlik değerleri artmaktadır.
2. Östenit tane boyutunun sünekliliğe etkisi düşük östenit tane boyutları için ihmal edilebilir değerlerdedir.
3. Östenit tane boyutunun tayini için kimyasal dağıtım-metalografik çalışma yeterli olabilmektedir.
4. Yüksek sıcaklık tavlama sırasında östenit tane boyutu ve sınır kalınlıkları oldukça artmaktadır

Teşekkür

Bu çalışmaya katkılarından dolayı başta Halit AYMAS'a, bu çalışmanın yapılması için resmi izin ve desteklerinden dolayı KARDEMİR yönetimine ve gerçekleştirilmesine katkılarından dolayı Kalite Kontrol Müdürü ve tekniker Tuncay Çelebi'nin şahıslarında tüm kalite kontrol çalışanlarına ve Karabük Üniversitesi BAP proje koordinatörlüğüne teşekkürü bir borç biliriz.

Kaynaklar

- [1] Vander Voort, G.F. Metallography: principles and practice. New York, McGraw-Hill, 219–23, 1984.
- [2] Garci'a Andre de, C; Bartolome, M.J; Capdevila, C; San Martin, D; Caballero, F.G; Lopez V. Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels, Materials Characterization, 46, 389–398, 2001.
- [3] Gragas, M. D; Mendes da, F; Games, L; Henrique de, A; Luiz Claudio, F. C; Iain Le M. Games, Effects of Microstructural parameters on the Mechanical properties of Eutectoid Rail Steels, Materials Characterization, 39:1-14, 1997.
- [4] Schacht, E; Richter, J. Experiences with etching reagents to show former austenite grain boundaries in steels. Pract Metallogr; 35, 384–95, 1998.
- [5] Zhang, L; Guo, D.C. A general etchant for revealing prior-austenite grain boundaries in steels, Mater. Charact. 30, 299–305. 1993.
- [6] Krauss, G; Steels: heat treatment and processing principles. Materials Park, OH: ASM International, pp. 188-93, 1988.
- [7] Franklin, F.J; Garnham, J.E; Fletcher, D.I; Davis, C.L; Kapoor, A. Modelling rail steel microstructure and its effect on crack initiation, Wear, 265, 1332–1341, 2008.
- [8] Kavishe, F. P. L; Baker, T. J. Effect of prior austenite grain size and pearlite interlamellar spacing on strength and fracture toughness of a eutectoid rail steel, Materials Science and Technology, 2, 801, 816-822, 1986.
- [9] Demir, B; Ayman, H; Demiryolu ray çeliklerinde önceki östenit tane boyutunun incelenmesi, 2. Uluslararası Demir Çelik Sempozyumu (IISS'15), 1-3 Nisan 2014, Karabük.
- [10] ASTM E112-96 Standardı, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.
- [11] ASTM A247-67Standardı, Standard Method for Evaluating the Microstructure of Graphite in Iron Castings, 1988.
- [12] Vilella, J.R; Metallographic technique for steel, MetalsPark, Cleveland, OH: ASM, 26– 52, 1938.
- [13] Kavishe F. P. L; Baker, T. J. Effect of prior austenite grain size and pearlite interlamellar

- spacing on strength and fracture toughness of a eutectoid rail steel, *Materials Science and Technology*, 2(8), 816-822,1986
- [14] Maria das Gragas Mendes da Fonseca Games, Luiz Henrique de Almeida, Luiz Claudio F. C. Games, and Iain Le May, *Materials Characterization* 39:1-14,1997.
- [15] McD. Schetky, L; Le May, I; Dilewijns, J. Copper-containing steels for severe service rails. In *Specialty Steels and Hard Materials*, N. R. Comins and J. B. Clark, eds., Pergamon, Oxford, pp. 253-258, 1983.
- [16] Heller, W; Schweitzer, R; Weber, L. Modern developments in rail steel metallurgy and production. *Can. Metall. Q.* 21:3-15, 1982.
- Dollar, M; Bernstein, I. M; Thompson, A. W. Influence of deformation substructure on flow and fracture of fully pearlitic steel, *Acta Metall.* 36:311-320, 1988.

INVESTIGATION OF BENDING PROPERTIES OF POLYPROPYLENE AND RECYCLED EPDM MIXTURES

POLİPROPİLEN VE GERİ DÖNÜŞÜMLÜ EPDM KARIŞIMLARININ EĞİLME ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

İlyas Kartal^a, Halil Demirer^b, Yunus Tezcan^c, Kenan Büyükkaya^d

^a Marmara Üniversitesi Teknoloji Fakültesi, İstanbul, Türkiye, ilyaskartal@marmara.edu.tr

^b Marmara Üniversitesi Teknoloji Fakültesi, İstanbul, Türkiye, hdemirer@marmara.edu.tr

^c Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye, yunustezcan@gmail.com

^d Giresun Üniversitesi, Giresun Meslek Yüksek Okulu, Giresun, Türkiye, kenan.buyukkaya@giresun.edu.tr

Özet

EPDM (Etilen propilen dien monomeri) yaygın olarak kullanılan bir sentetik kauçuktur. EPDM atıkları çapraz bağ yapısından dolayı geri dönüşüme uygun değildir. Atık EPDM genellikle yakıt olarak kullanılmaktadır.

Bu çalışmanın amacı; öğütülmüş atık EPDM tozlarının polipropilen EPDM karışımlarının mekanik özellikleri üzerindeki etkisinin incelenmesidir. Bu amaçla mevcut çalışmada 50-75 mikron toz boyutu dikkate alındı. Karışımlardan hazırlanan numuneler üzerinde üç nokta eğilme, HDT ve yoğunluk testleri gerçekleştirildi.

EPDM yukarıda sözü edilen malzeme özelliklerini farklı yönlerde etkiledi. ÖEPDM tozlarının eğilme özellikleri üzerinde önemli bir etkisi olduğu bulundu.

Anahtar kelimeler: EPDM (etilen propilen dien monomeri), karışım, eğilme özellikleri

Abstract

EPDM (ethylene propylene diene monomer) is a widely used synthetic rubber. EPDM wastes are not suitable for recycling due to the crosslinked structure. Waste EPDM is generally used as a fuel.

The aim of this study is to investigate the effect of waste EPDM powders on the bending properties of polypropylene EPDM mixtures. With this aim 50-75 micron powder size was considered in the present work. Three point bending, HDT and density tests were performed on the specimens prepared out of mixtures.

The EPDM powders affected the above mentioned material properties in different directions. It was found that EPDM powder has a considerable effect on the bending properties.

Keywords: EPDM (ethylene propylene diene monomer), mixture, bending properties

1. Giriş

Plastikler birçok üstün özellikleri nedeniyle günlük hayattaki basit uygulamalardan ileri teknoloji uygulamalarına kadar çok geniş bir yelpazede kullanılmaktadırlar. Plastik alanındaki hızlı gelişmeler bu alanın 1950'lerden beri büyük bir endüstri alanına dönüşmesini sağlamıştır. Bunun doğal bir sonucu olarak plastik malzemelerin tüketim miktarları hacim açısından metalleri ve seramikleri çok gerilerde bırakmıştır [1-2].

Bununla birlikte plastiklerin atıkları günümüzde çevre açısından çok ciddi problemleri de beraberinde getirmektedir. Bu plastik atıkları başta gıda ve günlük tüketim ambalajları olmak üzere diğer evsel ve endüstriyel atıklardan meydana gelmektedir. Plastiklerin doğada kendiliklerinden bozunmaları çok uzun bir zaman dilimini kapsamaktadır. Dolayısıyla bu tür atıklar çevre açısından ciddi bir tehdit oluşturmaktadır. Günümüzde plastik atıklarının değerlendirilmesi; doğal kaynakların korunması, enerji tasarrufu, çevre kirliliğinin azaltılması, ve maliyet gibi unsurlar nedeniyle büyük önem taşımaktadır.

Plastik atıklarının geri dönüşüme tabi tutulmak suretiyle yeniden kullanılabilir hale getirilmeleri ve böylece değerlendirilmeleri bir yandan önemli bir ekonomik kazanım sağlarken öte yandan doğal kaynakların korunmasında önemli bir rol oynayabilir[3].

EPDM (etilen propilen dien monomeri) önemli bir sentetik kauçuk olup, çok değişik sektörlerde ciddi miktarlarda kullanılmaktadır. Kullanım miktarındaki artışa paralel olarak EPDM atığı ortaya çıkmaktadır. Bu tür malzemeler çapraz bağlı olmaları nedeniyle termoplastiklerde olduğu gibi tekrar eritilip işleme imkanına sahip değildirler. EPDM atıkları genellikle yakıt şeklinde tüketilmekte bu da zaten ithale dayalı plastik sektörü için önemli bir kayıp anlamına gelmektedir. EPDM atıklarının diğer bir değerlendirme yöntemi ise küçük boyutlara getirilerek farklı polimerlere ilave edilmeleridir. Bu tür kullanımlarda anahtar nokta kauçuk fazın olabildiğince küçük boyutlara indirilmesidir [4-6].

Doğal veya sentetik kauçukların hazırlanmasında oda sıcaklığında kırma ve sıvı azotla soğutarak kırma olmak üzere iki yöntem kullanılmaktadır. Sıvı azot yönteminde ilk yatırım ve işletme masrafları göreceli yüksek olmakla birlikte oda sıcaklığında kırma işlemine göre daha küçük boyutlu taneler elde edilebilmektedir. Sıvı azotla soğutarak yapılan kırma işleminde kryojenik olarak adlandırılan düşük sıcaklıkların malzemeler üzerindeki gevrekleştirici etkisinden faydalanılmaktadır. Oda sıcaklığında yapılan kırma işleminde kauçuk malzemelerin rijit olmamaları yani olabildiğince elastik özellik sergilemeleri dolayısıyla sıvı azot yönteminde elde edilen küçük boyutlar bu yöntemde mümkün olmamaktadır. Sıvı azot yönteminde birkaç mikronluk tane boyutları mümkünken oda sıcaklığı yönteminde etkin olarak 100 mikronluk boyutlara inilebilmektedir. Dolayısıyla kırma yönteminin belirlenmesinde elde edilmesi düşünülen nihai ürün belirleyici olmaktadır. Bazı uygulamaları için oda sıcaklığında yapılan öğütme yeterli olurken, bazı uygulamalar için mutlaka sıvı azotla soğutma sonrası öğütme gerekli olmaktadır [7-9].

Bu çalışmada oda sıcaklığında öğütme yöntemi tercih edilmiştir. Ancak özel çeneleri bulunan bir öğütme sistemi yerine bir taş motoruna bağlanmış disk şeklindeki tel fırçanın aşındırıcı etkisinden faydalanılmaya çalışılmıştır. Elde edilen malzeme çok küçük tanecikleri de içeren geniş bir boyut dağılımına sahiptir. Bu malzeme elenmek suretiyle aşırı büyük tanelerden arındırılabilirdiği gibi farklı boyutlara da ayrıştırılabilir.

Polipropilen en çok kullanılan dört plastikten birisi olup piyasada değişik türleri mevcuttur. Bu malzeme diğer bazı plastiklerle karışım yapılarak farklı mekanik özelliklere sahip malzemeler elde edilebilmektedir. Bu karışımların en önemlilerinden birisi polipropilen EPDM karışımlarıdır. Karışımdaki EPDM'in varlığı toklukta artma meydana getirmektedir. Polipropilen göreceli tok bir malzeme olmakla birlikte kopolimer haldeki polipropilen (örn. EP:etilen propilen kopolimeri) ve polipropilenin EPDM ile yaptığı karışımlar daha yüksek tokluk sergileyebilmektedir [1].

Bu çalışmanın amacı, önceden kür edilmiş belirli bir toz boyutuna sahip EPDM kauçuğunun polipropilen ile karıştırılmasıdır. Elde edilen karışım sayesinde, bir taraftan atık EPDM değerlendirilirken diğer taraftan tokluğu daha yüksek bir plastik malzeme karışımı elde edilebilecektir. Bu çalışmada PP+öğütülmüş EPDM karışımı granüllerden enjeksiyon yöntemiyle deney numuneleri hazırlanarak eğilme ve HDT testine tabi tutuldu.

2. DENEYSEL

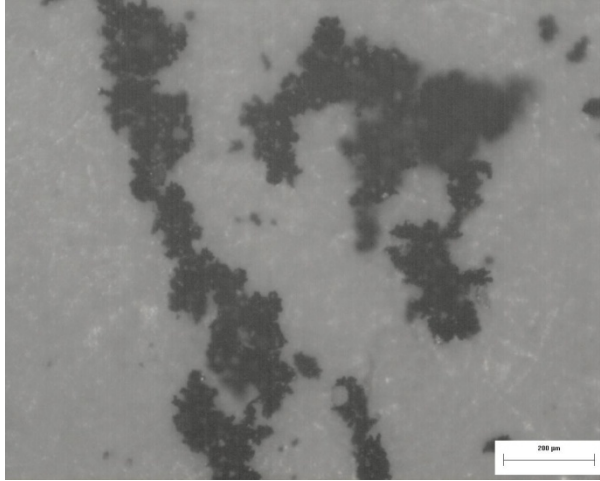
2.1 Malzemeler

Bu çalışmada polimer matris olarak İzotaktik yapıli PETKİM'in PETOPLN ticari isimli PP MH418 kodlu polimeri kullanıldı. Çalışmada kullanılan EPDM kauçuğu Düzce'de Standart Profil Firması tarafından yaklaşık 15 mm kalınlığında plakalar halinde üretildi. Söz konusu EPDM kauçuğu Standart Profil Firmasının, taşıt araçlarının kapı fitillerinin üretiminde kullandığı malzemenin aynısı olup siyah renge sahiptir. Standart Profil Firmasının kullandığı EPDM kauçuğu Royalene 525 ticari ismi ile piyasaya sunulan bir malzemedir. İşlemeyi kolaylaştırmak maksadı ile Innospec Leuna firmasının üretmiş olduğu OX.PE WAX LE 262 kodlu polietilen vaks ERAL Türkiye firmasından temin edilip kullanıldı. Gerek ekstrüderde karışım sırasında gerekse enjeksiyon safhasında olası bir oksidasyon etkisini olabildiğince azaltmak maksadı ile Ciba Geigy firmasının üretmiş olduğu IRGANOX 1010 kodlu antioksidant Ciba Türkiye Temsilciliğinden temin edilip kullanıldı.

2.2 Numunelerin Hazırlanması

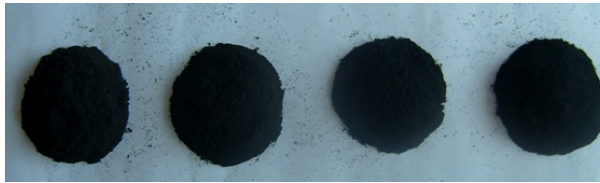
Bu çalışmada Standart Profil Firması tarafından yaklaşık 15 mm kalınlığında 30X40 cm ebatlarında özel olarak üretilen plakalar kullanıldı. Bu plakalar aslında otomotiv sektöründe kapı fitilleri imalatında kullanılan EPDM formülasyonu ile aynı kür koşulları altında üretildi. Plaka halindeki bu malzeme 40 mm genişliğinde şeritler halinde dilimlendi. Bu şeritler öğütme sistemine itme usulü sokularak yüzeylerine taşlama motoruna bağlı döner bir tel fırça sürtülmek suretiyle ince partiküller elde edildi.

Bu toz üretim metodunun doğal bir sonucu olarak toz partikülleri oldukça farklı boyutlarda ortaya çıktı. Işık mikroskopundan elde edilen fotoğraflardan görüldüğü üzere küçük boyutlu partiküller mevcut olmakla birlikte daha büyük boyutlu partiküller çoğunluğu oluşturmaktadır. Buna ilaveten; toz haline getirilmiş EPDM malzemenin elektrostatik etkilerle toplanma eğilimi nedeniyle partiküller olduğundan çok büyük boyutlarda gözükmektedir. EPDM partiküllerinin ışık mikroskopundan elde edilen tipik görüntüleri şekil 1'de verildi.



Şekil 1. EPDM Partiküllerinin Işık Mikroskobundan Elde Edilen Tipik Görüntüleri

Öğütülmüş olan bu malzeme daha sonra özel eleklerden geçirilmek suretiyle sınıflandırıldı. Bu çalışmada 50-75 mikron boyutlarına sahip öğütülmüş EPDM tozları kullanıldı. Bu tozlara ait bir fotoğraf şekil 2'de görülmektedir. Toz halindeki EPDM, nem alma riskine karşı kullanım anına kadar sıkı kapaklı cam kavanozlar içerisinde saklandı. Ayrıca nem ihtimaline karşı ek bir tedbir olarak ekstrüzyon öncesi hava sirkülasyonlu bir kurutma fırınında 100 C'de 2 saat süreyle kurutma işlemine tabi tutuldu.



Şekil 2. Özel eleklerden geçirilerek sınıflandırılan EPDM Partikülleri

Karışım hazırlanmadan hemen önce ÖEPDM 100 °C'de 2 saat kurutuldu. PP matrise ağırlıkça %10, 20, 30 ve 50 oranlarında ÖEPDM ilave edildi. Bu karışımlara ayrıca % 1 oranında kaydırıcı ve % 0.2 oranında antioksidan ilave edildi.

Tablo 1. PP/ÖEPDM Karışımının Enjeksiyonla Kalıplanmasında Kullanılan Değerler

Parametreler	Değer
Enjeksiyon Sıcaklığı °C	190-210
Enjeksiyon Basıncı (bar)	800-1000
Kalıpta Bekleme Süresi (sn)	25

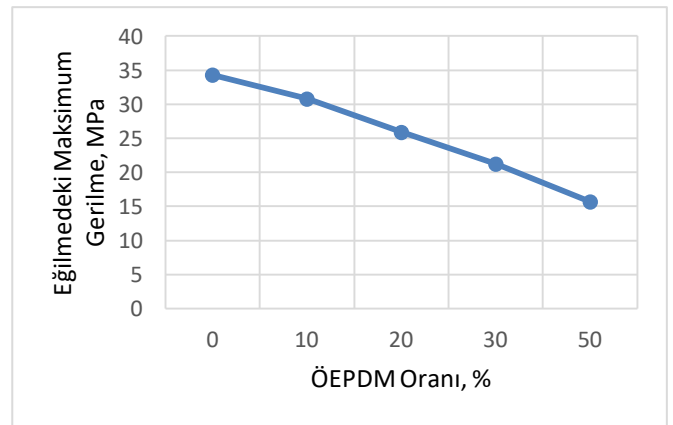
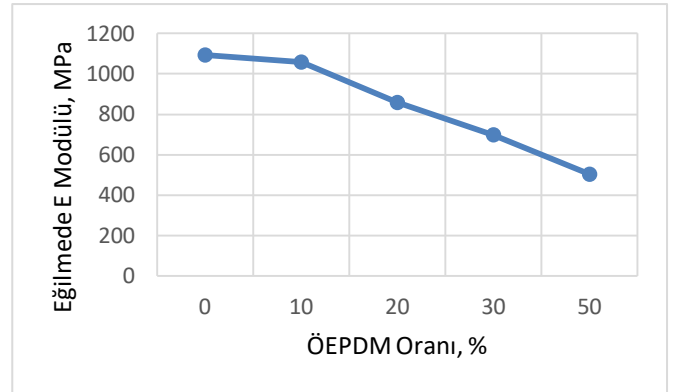
2.3 Karakterizasyon

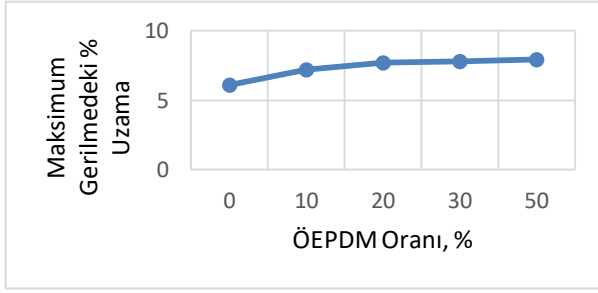
Eğilme testi ZWICK marka Z010 model çekme cihazı kullanılarak ISO 178 standardına göre ve HDT testi CEAST marka cihaz kullanılarak ISO 307 standardına göre gerçekleştirildi.

3. SONUÇLAR

Bu çalışmada, polipropilen matrise belirli bir boyuta sahip öğütülmüş EPDM kauçuğu dolgu malzemesi olarak ilave edildi ve elde edilen karışımın eğilme özellikleri incelendi.

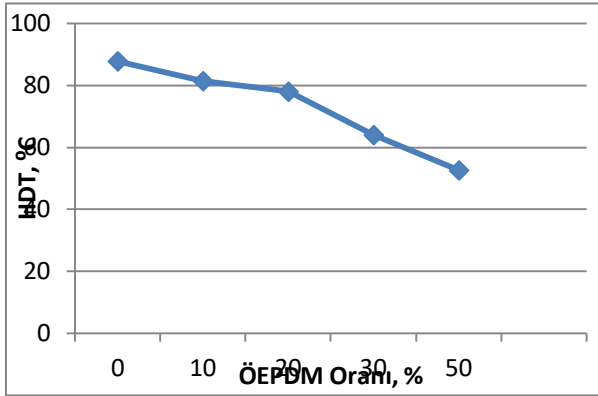
PP/ÖEPDM karışımlarının eğilme testi sonuçları grafiksel olarak şekil 3'de verilmiştir. PP ile öğütülmüş EPDM karışımlarının eğilme özellikleri incelendiğinde ÖEPDM oranının artmasıyla eğilme modülü ve maksimum eğilme mukavemeti azalmıştır. Buna karşılık maksimum mukavemetteki uzama değerleri artmıştır.





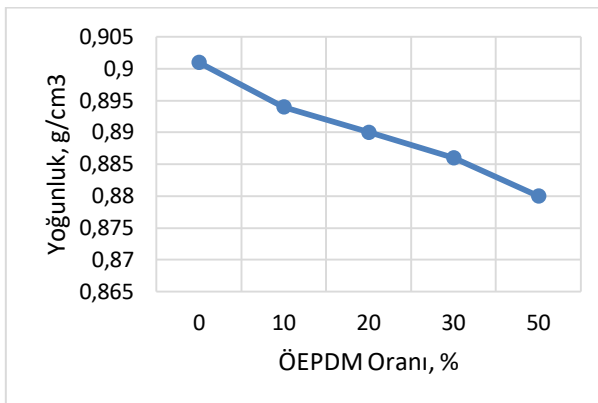
Şekil 3. PP/ÖEPDM karışımlarının üç nokta eğilme testi sonuçları

Şekil 4'da PP/ÖEPDM karışımlarının HDT testi sonuçları verilmiştir. PP/ÖEPDM karışımlarının HDT değerleri incelendiğinde ÖEPDM oranının artmasıyla, eğilme değerlerine benzer şekilde HDT değerlerinin de azaldığı gözlemlendi.



Şekil 4. PP/ÖEPDM karışımlarının HDT testi sonuçları

Şekil 5'da PP/ÖEPDM karışımlarının yoğunluk testi sonuçları verilmiştir. PP/ÖEPDM karışımlarının yoğunluk değerleri incelendiğinde ÖEPDM oranının artmasıyla yoğunluk değerlerinin de azaldığı gözlemlendi.



Şekil 5. PP/ÖEPDM karışımlarının yoğunluk testi sonuçları

4. DEĞERLENDİRME

EPDM çok değişik sektörlerde ciddi miktarlarda kullanıldığından kullanım miktarındaki artışa paralel olarak EPDM atığı ortaya çıkmaktadır. Bu tür malzemeler çapraz bağlı olmaları nedeniyle eritilip işleme imkânına sahip olamadıklarından ya yakıt şeklinde tüketilmekte ya da çok küçük boyutlara getirilerek farklı karışımlara ilave edilmeleridir.

EPDM kauçuğunun geri dönüşümde öğütülerek polipropilene ilave edilmesi beklenildiği gibi polipropilen matrisli karışımların eğilme rijitliğini düşürmüştür. Karışıma ilave edilen miktar arttıkça mukavemet değerleri düşmüştür. % 50 EPDM tozu ilave edildiğinde polipropilenin eğilme özellikleri de % 50 oranında düşmüştür. Bu mukavemet değerleri, kabul edilebilir durumlarda olduğunda atık EPDM'in geri dönüşüm malzemesi olarak kullanılabilceği sonucuna varıldı.

5. KAYNAKLAR

- [1] Tezcan Y., PP ve Geri Dönüşümlü EPDM Karışımlarında EPDM Toz Boyutunun Mekanik Özellikler Üzerindeki Etkisi, Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2009
- [2] Bismarck A. , Baltazar-Y-jimenay, A., Sarlkakis, K., Green Composites on Panacea Socio-economic aspects of green materials. Environment, development and sustainability 8 (3), 445-463 (2006)
- [3] Wolcott, M. P.: "Proceedings of the 30th Washington State University International Particleboard/Composites Materials Symposium", J. Appl. Polym. Sci., Pullman, WA; (1996) 37
- [4] Aşık, M., "Fındıkabuklarının Değerlendirilmesi", Doktora Tezi İTÜ Kimya Müh. Böl., İstanbul, (1997).
- [5] Geng, Y.; Li, K.; Simonsen, J.: "Effects of a Compatibilizer System on the Flexural Properties of Wood-Polyethylene Composites", J. Appl. Polym. Sci., 91 (2004) 3667-3672.
- [6] Stark NM, Matuana LM, Clemons CM. Effect of processing method on surface and weathering characteristics of wood-flour/HDPE composites. J Appl Polym Sci (2004);93:1021-30.
- [7] Dhakal, H.N., Zhang, Z.Y., Richardson, M.O.W., 2006, Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites, Composites Science and Technology, doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.06.019
- [8] Törmälä, P., Pääkkonen and Luoto, K., Injection molding and extrusion of composites of low-density polyethylene and plywood grindings, Journal of Applied Polymer Science, 30, (1985), 423-427.
- [9] Gamstedt EK, Nygård P, Lindström M. Transfer of knowledge from papermaking to manufacture of composite materials. In: Proceedings of the 3rd wood fibre polymer composites international symposium, Bordeaux, March, (2007). 12 p.

MECHANICAL INVESTIGATION OF WELD REGION OF API 5L X52 MATERIAL PIPE PRODUCED BY SUBMERGED ARC WELDING

TOZALTI ARK KAYNAĞI İLE API 5L X52 MALZEMEDEN ÜRETİLEN BORULARIN KAYNAK BÖLGESİNİN MEKANİK İNCELEMESİ

Sinan Aksöz^a, Tayfun Fındık^b, Cemil Çetinkaya^c, Hakan Ada^d

^aGazi Üniversitesi, Teknik Bilimler M.Y.O., Ankara, Türkiye, sinanaksoz@hotmail.com

^bGazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Ankara, Türkiye, tayfunfindik@gazi.edu.tr

^cGazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Ankara, Türkiye, csetin@gazi.edu.tr

^dGazi Üniversitesi, Teknik Bilimler M.Y.O., Ankara, Türkiye, hakanada80@gmail.com

Özet

Bu çalışmada, doğalgaz boru hatları için, tozaltı kaynağı ile spiral dikişli olarak API 5L standardında X52 kalitesinde malzemeden üretilen çelik boru birleştirmelerinin mekanik özellikleri araştırılmıştır. Deneysel çalışmalarda, API 5L standardında, X52 kalitesinde doğalgaz borularına tozaltı ark kaynak yöntemi ile birleştirme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Kaynak işlemlerinden sonra, birleştirmelerden alınan numunelere çekme, çentik darbe, sertlik ve eğme testleri uygulanmıştır. Yapılan incelemeler sonucunda kaynak işleminin X52 malzemede kendinden beklenen lokal özellikleri mekanik olarak karşılayabilecek bir tavır sergilediği görülmüştür.

Anahtar kelimeler:API 5L X52, Tozaltı Kaynağı, Mekanik Özellikler

Abstract

In this study, the mechanical properties of steel pipe assemblies made of material of grade X52 in the API 5L standard with spiral seam welded with natural gas pipelines were investigated. Experimental studies have been carried out in the API 5L standard for joining natural gas pipes of X52 quality with the submerged arc welding method. After the welding operations, tensile, notch impact, hardness and bending tests were applied to the samples from the joints. As a result of the investigations, it was observed that the welding process was able to mechanically meet the expected local properties in X52 material.

Keywords:API 5L X52, Submerged Arc Welding, Mechanical Properties

1. Giriş

Petrol ve doğalgaz en önemli enerji kaynakları olarak insan hayatında ve uluslararası ilişkilerde önemli bir yere sahiptir. Yakın tarih, petrol ve doğalgazın sadece enerji kaynakları olmadığını, aynı zamanda siyasi, ekonomik, kültürel ve askeri boyutlara da sahip olduğunu ve bu nedenle stratejik önemini ortaya koymaktadır [1,2]. Böylesine hem ekonomik, hem de stratejik önemi bulunan petrol ve doğalgazın buldukları kaynaklardan çıkarılarak ayırma istasyonlarına, ayırma işleminden çıkan ürünlerinse kullanım yerlerine taşınmaları gereklidir. Yüksek basınçlarla gerçekleştirilen bu taşıma işlemi ise büyük

çaplı çelik borular ile yapılmaktadır [3]. Uzak mesafelere petrol ve gaz ürünlerini taşımak için faydalanabilecek en kolay ve en ucuz yolun boru hatlarını kullanmak olduğu herkes tarafından bilinmektedir. Gelişmiş boru hattı sistemleri dünyanın her yerinde üretim alanlarından tüketicilere, petrol, petrol ürünleri ve doğalgaz taşımaktadır. Dünyada enerjiye olan ihtiyacın artması da yüksek taşıma kapasitesine sahip yüksek basınçlı boru hatlarının inşa edilmesini gerektirmektedir [4].

Günümüzde hat borularının imalatında kullanılan çelikler API (American Petroleum Institute) 5L standardına göre üretilmektedir. API 5L X52 çelikleri, boru hatlarının yapım işlerinde kullanılan yüksek mukavemetli ve düşük alaşımlı çelik serilerinden biridir [5]. API standardında, "X" sınıfında değerlendirilen malzemelerin ana özelliği, ince taneli ferrit ve perlit yapılarının termomekanik işlemler sonucunda elde edilmesidir. Özellikle yüksek basınçlı boru hatlarında tercih edilen bu malzemeler, mikroyapısında ince taneli asiküler ferritin hâkim olduğu, kontrollü termomekanik haddeleme yöntemi ile üretilen çeliklerdir [6-8]. API çeliklerinde ana mikro alaşım elementi, titanyum ve vanadyum ile kombinasyonu olan niyobyumdur (Nb/V, Nb/Ti, Nb/V/Ti). Bu yapılar çeliklerin akma gerilimini ve tokluğunu olumlu yönde etkilemektedir [9-11]. Bu çelikler düşük maliyet, kolay elde edilebilirlik ve yüksek mekanik özelliklere sahip olması nedeniyle günümüzde boru hattı taşımacılığında yaygın olarak kullanılmaktadır [5, 12].

Boru hatları için üretilen borular genellikle tozaltı ark kaynak yöntemi ile spiral veya boyuna dikiş yöntemleri ile birleştirilmektedir. Tozaltı kaynak yöntemi otomatik bir kaynak yöntemi olup, prosesin performans ve başarısı tamamen optimum kaynak parametrelerinin tercihine bağlıdır [13-15].

Bu çalışmada; API 5L standardında, X52 kalitesinde çelik malzemeler tozaltı ark kaynağı ile birleştirilmiştir. Elde edilen birleştirmelerden alınan numunelere çekme, çentik – darbe, eğme ve sertlik testleri uygulanarak kaynaklı birleştirme işleminin mekanik özellikler üzerine etkileri araştırılmıştır.

2. Deneysel Çalışmalar

2.1. Materyal

Deneysel çalışmalarda 10,3 mm kesit kalınlığında, API 5L standardında ve X52 kalitesinde çelik borular kullanılmıştır. API 5L X52 malzemesinin kimyasal

kompozisyonu Tablo 1'de verilmiştir. Tablo 2'de kaynaklı birleştirmelerde kullanılan S2Mo kaynak telinin kimyasal analizi, Tablo 3'te ise kaynak tozu olarak kullanılan P223 FX türü tozun kimyasal analizi verilmiştir.

Tablo 1. API 5L X52 malzemenin kimyasal bileşimi (%)

API5L X52	C	Si	Mn	P	S	V, Nb, Ti	Diğer	Kalan (Fe)	Karbon Eşdeğeri (CEş)
%	0,22	0,45	1,40	0,025	0,015	0,15	0,15	97,59	0.25

Tablo 2. Deneysel çalışmalarda kullanılan S2Mo kaynak telinin kimyasal bileşimi (%)

S2Mo	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Sn	Al
%	0,10	0,96	0,10	0,009	0,007	0,02	0,02	0,47	0,03	0,003	0,001

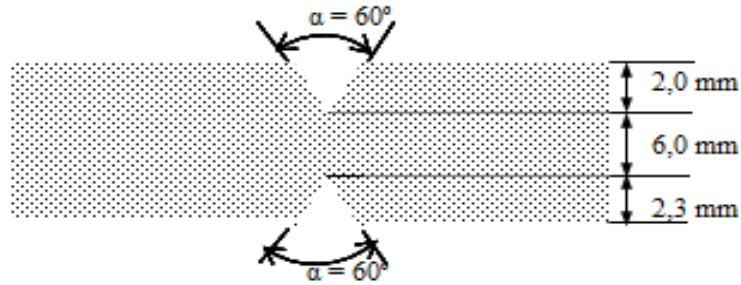
Tablo 3. Deneysel çalışmalarda kullanılan P223FX kaynak tozunun kimyasal bileşimi (%)

P223FX	SiO ₂	MnO	MgO	CaF ₂	Al ₂ O ₃	CaO	TiO ₂	K ₂ O	FeO	NaO	Metal Alaşımı
%	23	4	21	21	20	4	2	1	1	2	3 Maks.

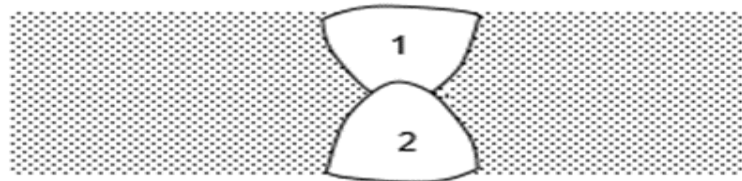
2.1. Metot

İçten ve dıştan birer pas olmak üzere, toplam 2 pasoda gerçekleştirilen birleştirme işlemleri için kaynak ağız geometrisi ve paso sıralaması sırasıyla Şekil 1 ve Şekil 2'de gösterilmiştir.

Birleştirme işlemleri, Emek Boru Mak. San. ve Tic. A.Ş.'de tozaltı ark kaynağı ve spiral yöntemle otomatik olarak gerçekleştirilmiştir. Tablo 4'te birleştirmede kullanılan kaynak parametreleri verilmiştir.



Şekil 1. Kaynak ağız geometrisi



Şekil 2. Paso sıralaması

Tablo 4. Kaynak parametreleri

Malzeme	Kaynak Bölgesi	Tel çapı (mm)	Hız (cm/dk)	Akım Tipi	Amper (A)	Ark Gerilimi (V)
API 5L X 52	İç Kaynak	4,0	100	DC +	700	30
	Dış Kaynak	4,0	100	DC +	800	30

Kaynak işlemlerinden sonra çekme, çentik – darbe, eğme ve sertlik testleri için birleştirmelerden numune hazırlama safhasına geçilmiştir. Çekme – çentik – darbe ve eğme testleri Emek Boru A.Ş'nin Ankara fabrikasında, sertlik testi ölçümleri ise Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir.

ASTM E8 standardına uygun olarak hazırlanan çekme numuneleri 600 KN yük kapasitesine sahip Instron marka çekme cihazında test edilmiştir. Eğme testleri ise yine aynı cihazda 110,2 mm çapında mil (mandrel) ile 134 mm kalıp mesafesinde ve 180° açıda kök bükme (root) ve yüzey bükme (face) olarak gerçekleştirilmiştir. Çentik – darbe deneyleri ise maksimum 300 Joule enerji ölçebilen ve çarpma hızı 5,42 m/sn olan bir cihaz yardımı ile yapılmıştır.

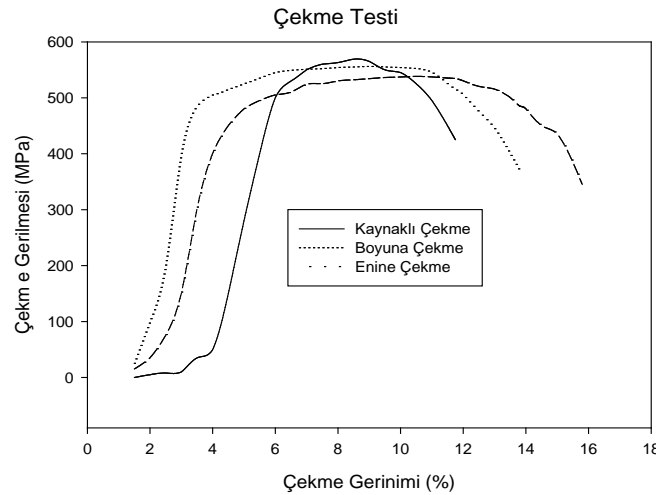
Numuneler EN 10045 standardına göre sivri çentikli ISO-V şeklinde testler için hazırlanmıştır. Çentik – darbe testleri oda sıcaklığında gerçekleştirilmiş olup, numuneler cihaza çentik eksenine mesnet açıklığının tam ortasında ve çentikli yüz, çekicinin vuracağı yüzün ters tarafında olacak şekilde yapılmıştır.

3. Sonuçlar ve Tartışma

Standartlara uygun olarak hazırlanan numuneler çekme, çentik – darbe, eğme ve sertlik testlerine tabi tutulmuştur. Ana malzemeden (enine ve boyuna) ve kaynaklı birleştirmeden alınan 3'er adet çekme numunelerinden elde edilen çekme test sonuçlarının (maksimum çekme mukavemeti - % uzama) ortalaması Tablo 5'te verilmiştir.

Tablo 5. Çekme testi sonuçları

Bölge	Maksimum Çekme Dayanımı (N/mm ²)	Uzama (%)	Kopma Bölgesi
Ana Malzeme (Enine – Hadde yönüne)	539	16	Ana malzeme
Ana Malzeme (Boyuna – Hadde)	556	14	Ana malzeme
Kaynaklı Birleştirme	569	12	Ana malzeme



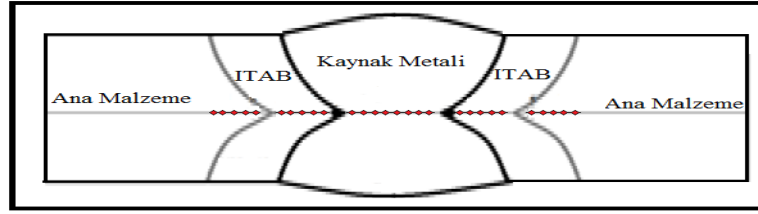
Şekil 2. Çekme testi sonuç grafiği

Tablo 5'te verilen çekme testi sonuçları incelendiğinde, ana malzemede hadde yönünde (boyuna) alınan numunelerden elde edilen mukavemet değerlerinin (556 MPa), hadde yönüne ters yönde (enine) alınan numunelerden elde edilen mukavemet değerlerinden (539 MPa) daha yüksek olduğu görülmüştür. Sakin ve Er'in yaptıkları çalışmada da hadde yönünde yapılan çekme işleminin mukavemetde yaklaşık %2'lik bir değer artışına ulaşması, hadde yönünde alınan mukavemet değerlerinin nispeten yüksek çıkmasını açıklar niteliktedir [16]. Kaynaklı birleştirmelere gerçekleştirilen çekme testi sonuçlarında ise tüm numunelerde kaynaklı bölgede herhangi bir kopmanın olmadığı, kopmaların ana malzemeden gerçekleştiği tespit edilmiştir. Bu sonuç; kaynaklı birleştirmenin mekanik yüklemelerdeki dayanımının kaynak metalinde, ana malzemeye göre daha iyi tavırlar sergilediğini göstermiştir. Buna; kaynaklı bölgede yüksek ısı girdisi ve hızlı soğumadan kaynaklanan ince taneli ve iğnemi yapıların oluşması, sebep olarak gösterilebilir. Oluşan ince taneli yapıların

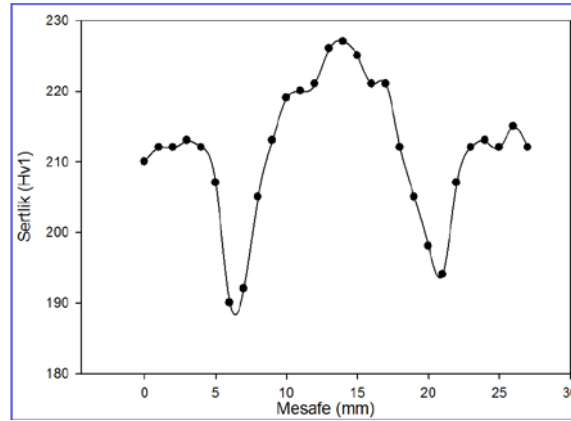
mekanik özellikleri olumlu yönde etkilediği de bilinmektedir [17]. İnce taneli yapıların deformasyona karşı gösterdiği direnç yüksek olduğu için kopma kaynak metalinde gerçekleşmeyip, daha iri tane yapısına sahip olan ana metalde meydana gelmiştir. Kaynaklı bölgenin çekme testi esnasında deformasyona karşı gösterdiği direnç, çekme numunelerinin % uzama değerlerinin ana malzemeye oranla daha düşük çıkmasına neden olmuş ve bu nedenle kopma ana malzemede oluşmuştur. Buna paralel olarak çekme mukavemetinin artması yine kaynaklı bölgenin deformasyona karşı gösterdiği direnç nedeniyledir [17, 18]. Çekme testi sonuçları incelendiğinde enine alınan esas metal numunelerinin çekme mukavemeti ortalaması 539 MPa, boyuna alınan esas metal numunelerinin çekme mukavemeti ortalaması 556 MPa, kaynaklı numunelerin çekme mukavemeti ortalamasının ise 569 MPa olduğu tespit edilmiştir. % uzama değerleri incelendiğinde; enine esas metal numunelerinde % 16, boyuna esas metal

numunelerinde % 14 ve kaynaklı birleştirmeden alınan numunelerde ise % 12 uzama olduğu belirlenmiştir. Çekme testi sonuçları Şekil 2'deki grafikte özetlenmiştir. Sertlik ölçümleri ise Şekil 3'te şematik olarak gösterilen noktalardan alınmıştır. Enine 28 noktadan alınan sertlik

ölçümleri kaynak işlemi sonucunda oluşan farklı mikroyapıların (ana metal, ITAB, kaynak metal) sertlik davranışını tespit etmek için yapılmıştır. Sertlik sonuçları Şekil 4'te verilen grafikteki gibidir.



Şekil 3. Sertlik alınan bölgelerin şematik gösterimi



Şekil 4. Sertlik grafiği

Sertlik sonuçları irdelendiğinde en yüksek sertlik değerleri kaynak metalinde, en düşük değerler ise ITAB'da ölçülmüştür (Şekil 4). En yüksek sertlik değerlerinin kaynak metalinde ölçülmesine, yüksek ısı girdisi ve hızlı soğuma neticesinde oluşan ince taneli yapıların oluşması sebep olarak gösterilebilir. En düşük sertlik değerlerinin ise 1100 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda kırmızı akkorluğun olduğu bölge olan ITAB'da oluşan iri tanelerde meydana geldiği söylenebilir [19]. Tüm kaynak bölgelerinin incelendiği ölçümlerde en yüksek sertlik değeri kaynak metalinde 228 HV olarak ölçülmüştür. En düşük değerler ise ITAB'da yaklaşık 190 HV olarak ölçülmüştür. Yapılan

çalışmalarda benzer sertlik sonuçlarının elde edilmesi çalışmamızın doğruluğunu destekler niteliktedir [3, 15, 16].

Ana malzeme, ITAB ve kaynak metalinden alınan numunelere, oda sıcaklığında gerçekleştirilen çentik – darbe deneylerinde Tablo 6'da verilen enerji değerler tespit edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde en yüksek kırılma tokluğu ortalama 300 Joule ile ana malzemede görüldürken, en düşük ölçüm ortalama 135 Joule ile kaynak metalinde görülmüştür. ITAB'da ölçülen darbe enerjisi değerleri ise ortalama 188 Joule olarak tespit edilmiştir.

Tablo 6. Numunelere ait çentik - darbe deney sonuçları

Bölge	Enerji (Joule) (Oda sıcaklığı)
Ana malzeme	300
ITAB	188
Kaynak metal	135

Eğme testleri ise; kaynaklı malzemelerde makro olarak bir hatanın oluşup oluşmadığını görmek için kaynağın her iki yönüne (kök ve yüzey) gerçekleştirilmiştir. 180°

açıda uygulanan deneylerde, malzemelerde çatlama, yırtılma v.b. makro hataların oluşmadığı görülmüştür (Tablo 7).

Tablo 7. Eğme Testi Parametreleri ve Sonuçları

Mandrel Çapı (mm)	Kalıp Mesafesi (mm)	Kök Bükme		Yüzey Bükme	
		Açı	Sonuç	Açı	Sonuç
110,2	134	180°	Hata	180°	Hata yok

5. Sonuçlar

✓ Çekme testi sonuçları incelendiğinde, ana malzemede hadde yönünde (boyuna) alınan numunelerden elde edilen mukavemet değerlerinin (556 MPa), hadde yönüne ters yönde (enine) alınan numunelerden elde edilen mukavemet değerlerinden (539 MPa) daha yüksek olduğu görülmüştür.

- ✓Kaynaklı birleştirmelere gerçekleştirilen çekme testi sonuçlarında ise tüm numunelerde kaynaklı bölgede herhangi bir kopmanın olmadığı, kopmaların ana malzemeden gerçekleştiği tespit edilmiştir. Bu sonuç; kaynaklı birleştirmenin mekanik yüklemelerdeki dayanımının kaynak metalinde, ana malzemeye göre daha iyi tavırlar sergilediğini göstermiştir.
- ✓Çekme testi sonuçları incelendiğinde enine alınan esas metal numunelerinin çekme mukavemeti ortalaması 539 MPa, boyuna alınan esas metal numunelerinin çekme mukavemeti ortalaması 556 MPa, kaynaklı numunelerin çekme mukavemeti ortalamasının ise 569 MPa olduğu tespit edilmiştir.
- ✓% uzama değerleri incelendiğinde; enine esas metal numunelerinde % 16, boyuna esas metal numunelerinde % 14 ve kaynaklı birleştirmeden alınan numunelerde ise % 12 uzama olduğu belirlenmiştir. Çekme testi sonuçları Şekil 2'deki grafikte özetlenmiştir.
- ✓Sertlik sonuçları irdelendiğinde en yüksek sertlik değerleri kaynak metalinde, en düşük değerler ise ITAB'da ölçülmüştür (Şekil 4).
- ✓Tüm kaynak bölgelerinin incelendiği ölçümlerde en yüksek sertlik değeri kaynak metalinde 228 HV olarak ölçülmüştür. En düşük değerler ise ITAB'da yaklaşık 190 HV olarak ölçülmüştür.
- ✓Ana malzeme, ITAB ve kaynak metalinden alınan numunelere gerçekleştirilen çentik darbe test sonuçları incelendiğinde; en yüksek kırılma tokluğu ortalama 300 Joule ile ana malzemede görülürken, en düşük ölçüm ortalama 135 Joule ile kaynak metalinde görülmüştür. ITAB'da ölçülen darbe enerjisi değerleri ise ortalama 188 Joule olarak tespit edilmiştir.
- ✓180° açıda uygulanan eğme deneylerinde, malzemelerde çatlama, yırtılma v.b. makro hataların oluşmadığı görülmüştür (Tablo 7). Eğme test sonuçları birleştirme işleminin uygun bir şekilde yapıldığını göstermektedir.
- ✓Yapılan tüm testler ve incelemeler sonucunda kaynak işleminin X52 malzemede kendinden beklenen lokal özellikleri mekanik olarak karşılayabilecek bir tavır sergilediğini göstermektedir.

Kaynaklar

- [1] Aksöz S., Ada H., Özer A., "Toz Altı Ark Kaynak Yöntemiyle Üretilen API 5L X70 Kalite Çelik Boruların Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri", GU J Sci, Part C,5 (1) : 55 - 64 (2017).
- [2] Güzel M. Y. Caspian Oils and Pipeline Issues, Master Thesis, Hacettepe University Institute of Social Sciences, Ankara, 8-9, (2001).
- [3] Ada H., Aksöz S., Fındık T., Çetinkaya C., and Gülsün M. (2016). Tozaltı kaynak yöntemiyle birleştirilen petrol ve doğalgaz borularının mikroyapı ve mekanik özelliklerinin incelenmesi. Politeknik Dergisi, 19 (3), 275-282.
- [4] Ada H. (2006). Petrol Ve Doğalgaz Boru Hatları İçin Üretilen Boruların Tozaltı ve Spiral Kaynak Yöntemiyle Kaynaklanabilirliği ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara
- [5] API Specifications 5L, "Specifications for Line Pipe". 45th Edition, American Petroleum Institute, USA, 2012.
- [6] Zheng S., Zhou C., Chen X., Zhang L., Zheng J., Zhao Y., "Dependence Of The Abnormal Protective

Property On The Corrosion Product Film Formed On H2S-Adjacent API-X52 Pipeline Steel", International Journal Of Hydrogen Energy 39 : 13919 – 13925, (2014).

[7] Javidi M., Bahalaou Horeh S., "Investigating The Mechanism Of Stress Corrosion Cracking In Near-Neutral And High pH Environments For API 5L X52 Steel", Corrosion Science 80 : 213–220, (2014).

[8] Alhussein A., Capelle J., Gilgert J., Tidu A., Hariri S., Azari Z., "Static, Dynamic And Fatigue Characteristics Of The Pipeline API 5L X52 Steel After Sandblasting", Engineering Failure Analysis 27 : 1–15, (2013).

[9] Radovic, A., Bajic, N., and Grabulov, V., "Specific quality of the weld metal of welded joints of finegrained microalloyed steels", Zavarivanje 96, 61–72, Belgrade, 1996.

[10] Bajic N., Sijacki-Zeravcic, V., Rakin, M., and Kovacevic, K., "Structure optimization of weld metal and HAZ in microalloyed high strength steel welded joints", Yucomat 2005, Herceg Novi, (ISBN: 86-80321-08-7), pp. 193–200, 2005.

[11] Bajic and, N.V. Šijaki-Žeravi, "The analysis of change of structural and mechanical properties of welded joints of microalloyed Nb/V steel grade by changing the composition of filler material", Internat. Conf. On Welding, Belgrade, 2003.

[12] Rani Amitha B.E., Basu Bharathibai J., "Green corrosion inhibitors - an overview", Technical Report, National Aerospace Laboratories, Bangalore, India, 2009.

[13] Ada H., API Borularının Kaynaklı Birleştirmelerinde Kaynak Parametrelerinin Taguchi Metoduyla Optimizasyonu, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, (2017).

[14] Aksöz S., Ada H., Fındık T., Çetinkaya C., Bostan B., Candan İ., "The Investigation of Effect of Welding Process on The Microstructure and Mechanical Properties of API 5L X65 Steel Welded with Electric Arc Welding Method" EI-Cezeri Journal of Science and Engineering, 4 ; 1 : 72-81, (2017).

[15] Ada H., Aksöz S., Fındık T., Çetinkaya C., Bostan B., Candan İ., "API 5L X65 Çeliklerinin MAG Kaynak Yöntemi İle Birleştirilmesinde, Kaynak İşleminin Mikroyapı Ve Mekanik Özelliklere Etkisinin İncelenmesi", Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, 31(ÖS 1), ss. ÖS 1- ÖS 9, (2016).

[16] Sakin R., Er M., "1100-H14 Alüminyum Alaşımının Düzlemsel Eğme Gerilmeli Yorulma Davranışının İncelenmesi" Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der. Cilt 25, No 2, 213-223, (2010).

[17] Lehto P., Remes H., Saukkonen T., Hänninen H., J. "Romanoff: Influence of grain size distribution on the Hall-Petch relationship of welded structural steel", Materials Science and Engineering (A), 592 : pp. 28–39, (2014).

[18] Kahraman N., Gülenç B., Durgutlu A., "Tozaltı ark kaynağı ile kaynaklanan düşük karbonlu çeliklerde serbest tel uzunluğunun mikroyapı ve mekanik özelliklere olan etkisinin araştırılması", Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi", 18 (3) (2005), sf. 473-480.

[19] Özden N. (1985). Kaynağın ısı işlemleri, İstanbul: Nurettin Uycan Cilt ve Basım Sanayii A.Ş., 1-22.

THE NUMERICAL FAILURE ANALYSIS OF PIPE UNIONS USED IN PLUMBING

SIHHİ TESİSATTA KULLANILAN BORU REKORLARININ NÜMERİK HASAR ANALİZİ

Hamit ADİN^a, Bilal YILDIZ^b, Raşit Koray ERGÜN^c

^a Batman Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Batman
hamit.adin@batman.edu.tr bilyildiz@hotmail.com.tr rasitkoray.ergun@batman.edu.tr

Özet

Boru rekorları, bir bağlantı elemanı olarak günümüzde, sıhhi tesisatlar, doğalgaz tesisatları, hastanelerde gaz dağıtım tesisatları gibi birçok alanda kullanılmaktadır. Bazı kullanım alanları ise rekorların mekanik dayanımının üst seviyelerde olmasını gerektirmektedir. Doğalgaz tesisatında kullanılan rekor bağlantısında oluşacak bir hasar istenmeyen sonuçlara yol açabilir. Bunların önüne geçmek amacı ile bu elemanların, üretim aşamasında kullanılacak yerlere ve maruz kalabilecekleri kuvvetlere göre analizlerinin yapılması, istenmeyen sonuçları engellemeye yöneliktir. Başka bir açıdan ise, üretimi gerçekleştiren firmanın olası maddi kayıplarının önüne geçecektir. Bu düşünceler doğrultusunda deneysel amaçlı sıhhi tesisatta kullanılan ve iki borunun döndürülerek birbirine bağlanmasını sağlayan bağlantı rekorunun malzeme özellikleri verilmiş ve farklı durumlar düşünülerek Solidworks paket programı ile nümerik analizleri yapılmıştır. Elde edilen bulgular ise birlikte yorumlanarak verilmiştir.

Anahtar kelimeler: Hasar analizi, gerilme, burkulma, yorulma

Abstract

Pipe unions, as a connection element, are now used in many areas such as plumbing, natural gas installations, gas distribution systems in hospitals. Some areas of use require the mechanical strength of the unions to be in the upper levels. Damage to the union link used in natural gas installations may lead to undesirable consequences. In order to prevent these, the analysis of these elements according to the areas to be used in the production stage and the strengths they can be exposed is aimed at preventing undesired results. On the other hand, it will prevent possible financial losses of the company that has carried out the production. In line with these considerations, the material properties of the connection union, which are used in experimental plumbing and which allow the two pipes to be connected without turning, are given and numerical analysed by Solidworks package program considering different situations. It is interpreted together with the findings obtained.

Keywords: Damage analysis, stress, buckling, fatigue

1. Giriş

Endüstrideki gelişmelere bağlı olarak bilgisayar sektörü günümüzde büyük önem kazanmıştır. Tüm dünyada olduğu gibi ülkemizde de bu sektörlerin üretime yansması çok hızlı bir gelişim içerisindedir. Malzeme teknolojisindeki gelişmelere rağmen tesisatta kullanılan parçaların birçoğunda arızalar, kırılmalar veya hasarlar meydana gelmektedir. Delik çevresinde meydana gelen gerilmelerin tutarlı biçimde tahmin edilmesi, güvenilir mukavemet hesaplarının ve hasar tahminlerinin yapılması için çok önemlidir. Kötü tasarlanmış mekanik bağlantı sistemi nedeniyle kompozit malzeme dayanımı çok yüksek dahi olsa, yük taşıma kapasitesi düşmektedir. Bu sebepten ötürü mekanik bağlantılar, özellikle pimli bağlantılar üzerine birçok araştırma ve çalışma yapılmıştır.

Hasarlı biyel kolu üzerinde yapılan ilk incelemelerde hasarın biyel kolunun tam ortasından kırılması ve krank miliyle bağlantı kısmından çatlayıp, yamulması ile gerçekleştiği görülmüştür. İlk düşündüğümüz sebeplerden birisi kötü ve eksik yağlama ile buna bağlı olarak aşırı ısınma ve aşırı ısınmadan kaynaklanacak yorulma çatlak başlangıcı ihtimalidir. Bununla beraber tasarımdaki keskin köşelerde oluşabilecek gerilme konsantrasyonları ve malzemenin aşırı sert bir malzemeden yapılmış olma ihtimali de mevcuttur. Çünkü bu tarz parçalar darbeli çalışmaktadırlar ve titreşimi absorbe etmeleri gerektiği için karbon oranı yüksek aşırı sert malzemelerden yapılmamalıdır, şayet yapılırsalar gevrek kırılmaya maruz kalabilirler.

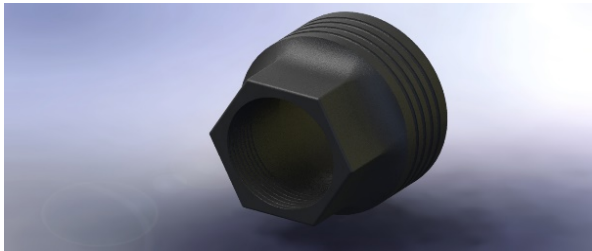
Özellikle tesisatın bağlantı elemanlarında yorulma, korozyon ve bakımsızlık gibi nedenlerden dolayı parçalarda çatlama, kırılma, aşınma gibi değişik hasarlar görülmektedir. Malzemelerin uygulanan yüklerle karşı gösterdikleri davranışlar hem deneysel hem de sonlu elemanlar metodunun verdiği büyük kolaylıklar sayesinde nümerik olarak incelenmektedir. Mühendislikte malzeme seçimi, tasarım aşamasında oldukça önemlidir. Bunun için malzemelerin mekanik özelliklerinin iyi bilinmesi gerekir. Malzemelerin mekanik özellikleri bazı çevre koşullarına ve yüklemeye göre değişiklik arz etmektedir. Örneğin çekme deneyinde, çekme hızına bağlı olarak gerilme-şekil değiştirme eğrisinde farklılıklar meydana gelmektedir. Bazı durumlarda malzeme vuruş veya hızla bir parçacığın çarpması gibi ani yüklemelere maruz kalabilir. Böyle durumlarda malzemenin dayanımı, absorbe ettiği enerjiye dolayısıyla sönmüleme katsayısına bağlıdır. Buna ek olarak, darbe veya şok yüklemelerde malzemenin

davranışı ve enerji absorblu kristal yapı, porozite, fırlatılan parçacığın şekli, hızı, fırlatılma açısı gibi bazı koşullara bağlı olarak da değişmektedir. [4] Rekor, sıhhi tesisatta iki borunun döndürülmeden birbirine bağlanmasını sağlayan bağlantı parçasıdır. Parçanın bağlantı elemanı olarak kullanılması dolayısı ile sistem üzerinde önemli bir konuma sahip olmaktadır. Bu sebeple, parçanın dayanımını çok iyi bilmek ve bu doğrultuda kullanılmasını sağlamak birçok açıdan önem arz etmektedir.

Tablo 1. Malzeme özellikleri

Malzeme Adı	Yumuşak Demir
Yoğunluk (kg/mm^3)	0,01
Kütle (gr)	76,84
Hacim (mm^3)	10823,21
Yüzey Alanı (mm^2)	6386,33
Elastikiyet Modülü (N/mm^2)	120000
Poisson Oranı	0,31
Yırtılma Modülü (N/mm^2)	77000
Kütle Yoğunluğu (kg/m^3)	7100
Gerilme Mukavemeti (N/mm^2)	861,7
Akma Mukavemeti (N/mm^2)	551,49
Termal Genişleme Katsayısı ($1/K$)	$1,1 \cdot 10^{-5}$
Termal İletkenlik ($W/(m \times K)$)	75
Özgül Isı ($J/(kg \times K)$)	450

Günümüz teknolojilerinin temel yapı taşı demir ve karbon alaşımı olan çeliktir. Demir ve karbon yapıdaki oranları, üretilen çeliğin mekanik özelliklerini belirlemektedir. Metal iç yapısında %0,2 - %0,8 arası karbon bulunduran ve bu oran sebebi ile her türlü şekillendirme yöntemleri ile işlenebilen, metaller yumuşak demir olarak isimlendirilmektedir. Bu kolay işlenebilme özelliğinden dolayı yumuşak demirden imal edilen bir mekanik parça olan ve ağırlıklı olarak tesisat malzemesi olarak kullanılan, Şekil 1' de görülen rekora ait mekanik özellikler Tablo 1' de verilmiştir. Aynı zamanda Şekil 1'de üç boyutlu olarak modellenmiş parça görülmektedir.



Şekil 1. Solidworks paket programında modellenmiş parçanın photo view ile gerçeklik kazandırılmış hali

Çeşitli özellikleri verilmiş olan parçaya "Solidworks" paket programı ile bazı analizler, çeşitli kuvvetler uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Bu analizlerin amacı, parçanın dayanımını tasarım aşamasında görerek gerekli düzenlemeleri yapmak ve hem zamandan hem iş gücünden hem de ekonomik açıdan kazançlar elde etmek olduğunu rahatlıkla söyleyebiliriz. Böylesine önemli bir konu üzerine çeşitli araştırmalar yapılmış olup çeşitli yayınlarda araştırma sonuçları paylaşılmıştır. Kısaca yapılan araştırmalara bakacak olursak; Öndürücü ve Kanbir, [7] çalışmalarında bir greydere ait dişli rotunun hasar analizini yapmışlardır. Çalışmalarında parça üzerinde meydana gelen

hasarın sebebinin bulunması amaçlanmıştır. Parçanın sertlik, çentik darbe ve üç nokta eğme deneyleri ve metalografik muayeneler yapılarak hasar oluşum nedenleri araştırılmıştır. Analizler sonucu parçanın aşırı zorlanmadan dolayı atomlar arası bağ kopması ile hasara uğradığı ve ayrılma kırılması olduğu sonucuna varılmıştır.

Tanimoto ve arkadaşları, [8] cam elyaf takviyeli kompozitler için hasar analizi yapmışlardır. Bu kapsamda, çalışmalarında üç farklı noktadan eğilmelere maruz kalacak şekilde analizler yapılmıştır. Yapılan analizleri çeşitlendirmek amacı ile kompozite farklı eklemeler yapılmıştır. Son olarak yapılan deneysel ve sayısal analizleri kendi içinde karşılaştırarak doğruluklarını tespit etmişlerdir. Ayrıca numerik analiz metodlarını kullanarak karmaşık geometrili herhangi bir malzemenin mekanik davranışlarının tespit edilmesinde kullanılabileceğini göstermişlerdir.

Mehrabadi, [12] kompozit malzemelerdeki gerilmeleri ölçmek ve oluşabilecek çatlakların mekanik durumunun, çeşitli stress değerlerinin belirlenmesi için bir çalışma yapmıştır. Çalışma yöntemi olarak sonlu elemanlar yöntemi kullanılmıştır. Borst ve arkadaşları [13] kırılma malzemelerde çatlakların yayılımının analizi üzerine yeni bir yöntem önermiştir. Yöntem olarak ise kırılma mekaniği ve süreklilik hasar mekaniklerinin bir kombinasyonu olan bir yöntem önerilmiştir. Dursun, [11] civata bağlantılı tabakalı kompozit levhaların çekme kuvveti altındaki davranışlarını incelemek ve meydana gelen hasar çeşitlerini belirlemek için bir çalışma yapmıştır. Çalışmada Ansys paket programı kullanılarak çeşitli bilgisayar analizleri gerçekleştirilerek, çekme hasarı, kayma hasarı ve ezilme hasarları değerlendirilmiştir. Alüminyum levhaların yine alüminyum yamalar ile birleştirilmesi sonucunda elde edilen parçanın bağlantı bölgelerinin mekanik davranışları deneysel ve sayısal olarak incelenerek, yama ile elde edilen parçaların aynı boyutlarda yama olmadan elde edilen parçalardan daha az mekanik dayanıma sahip olduğu gözlemlenmiştir. Şahin, [14] kompozit ve sandviç kirişler üzerindeki hasar şiddetinin tespit edilmesi ve yapılan titreşim karakteristiği için yapay sinir ağları kullanımını incelemiştir.

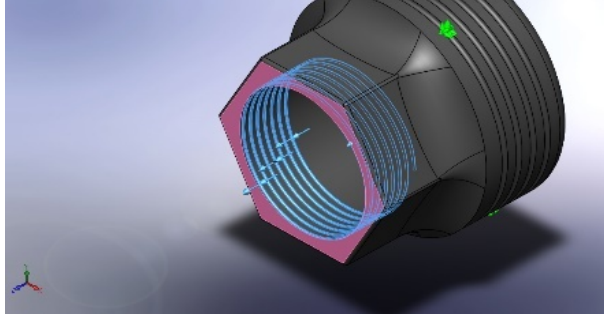
Literatürde çeşitli amaçlar, çeşitli yöntemler ve yine çeşitli materyaller kullanılarak yapılan hasar analizleri olduğunu görmekteyiz. Kendi çalışmamızda ise yapılan analizler parçanın kullanım alanına bağlı olarak mekanik dayanımını ölçme amacını taşımaktadır.

2. Yöntem

Tablo 1' de çeşitli mekanik özellikleri verilen boru rekorunun üç boyutlu resmi verilmiş olup, bu çalışma kapsamında daha önceden de belirtildiği üzere Solidworks paket programı yardımı ile analizler gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda parçanın üzerine etkiyeceği noktalarda bölgelere göre bir takım kuvvetler uygulanarak stres, gerilme, deformasyon ve yorulma analizleri gerçekleştirilmiştir. Analizler yapılırken uygulanan kuvvetler detaylı olarak alt başlıklarda verilmiş, ayrıca görsel olarak da sunulmuştur.

3. Analiz

Şekil 2' de görüldüğü üzere parçanın dış dişlerden sabit mesnet ve iç dişlerden dışarı yönlü 10 N' luk bir çeki kuvveti etkisinde olacak şekilde analiz verileri girilmiştir.



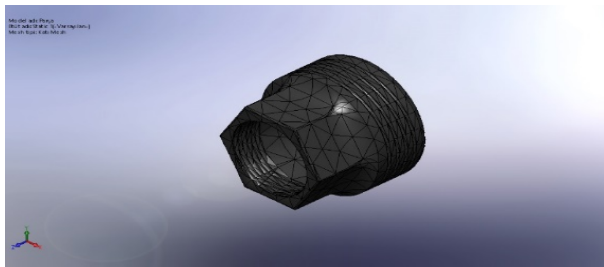
Şekil 2. Modele etkiyen kuvvetler

Parça üzerine uygulanan kuvvetlerden sonra parçanın göstermiş olduğu x, y ve z doğrultularında ki tepki kuvvetleri ise Tablo 2' de verilmiştir.

Tablo 2. Tepki kuvvetleri

Tepki Kuvveti (N)	X Eksen	Y Eksen	Z Eksen
	-0.000506429	-0.000677052	-10.0003

Kuvvetler belirlendikten sonra parça sonlu elemanlara ayrılmak üzere *mesh* edilmiştir. Mesh işlemi sonunda elde edilen veriler aşağıdaki Tablo 3' te gösterilmiştir. Mesh tipi Şekil 3'te verildiği gibi 4 noktadan, katı ve standart olarak uygulanmış ve ardından ön görülen analiz işlemi yapılarak elde edilen sonuçlar alt başlıklarda verilmiştir.



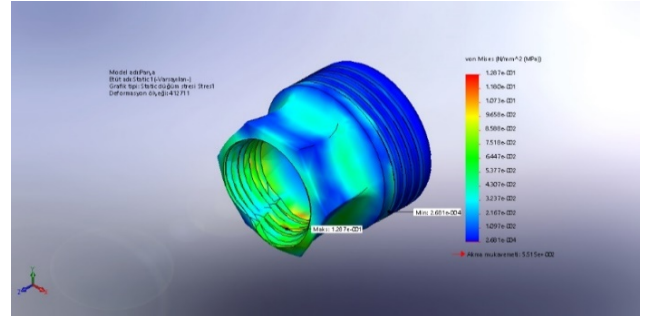
Şekil 3. Modelin meshlenmiş hali

Tablo 3. Meshlemede kullanılan eleman ve nod sayısı

Mesh Eleman Boyutu	5 mm
Eleman Sayısı	3570 adet
Düğüm Nokta Sayısı	6491 adet

3.1.1. Von Mises Gerilmeleri

Uygulanan kuvvette karşılık parçanın akma mukavemetine karşı davranışı Von Mises Gerilme grafiği Şekil 4' de görülmektedir.



Şekil 4. Von mises gerilmeleri

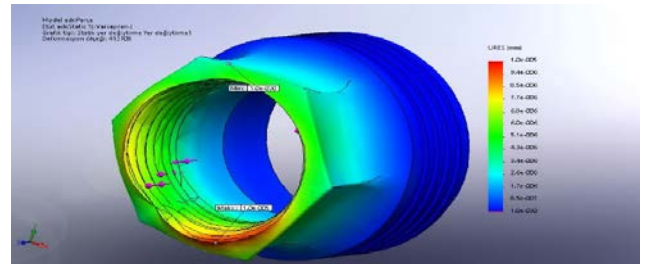
Parçanın 10 N 'luk yük altında gösterdiği davranış Şekil 4' deki grafik yardımı ile net olarak anlaşılmaktadır. Parçaya etkiyen bu yük iç dişlinin dış dibinde akma mukavemetinin üzerinde bir mukavemete sebep olarak parça üzerinde deformasyona sebebiyet vermiştir.

VonMises gerilmeleri sonucuna göre uygulanan kuvvetten sırası ile etkilenen düğüm noktaları sayısı ve maruz kaldıkları kuvvetler Tablo 4' te verilmiştir.

Tablo 4. Von Mises Gerilmeleri Analiz Sonucu

Minimum	Maksimum
4236 Düğüm	5859 Düğüm
0.000268 N/mm ² (MPa)	0.128681 N/mm ² (MPa)

3.1.2. Şekil Değiştirme



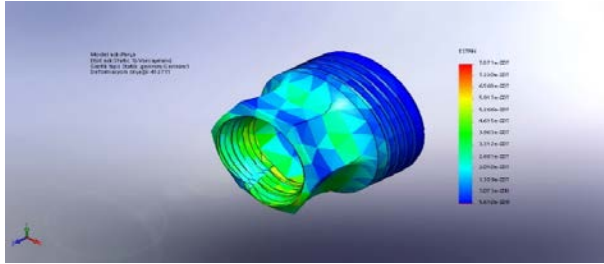
Şekil 5. Şekil değiştirme grafiği

Şekil değiştirme sonucuna göre uygulanan kuvvetten sırası ile etkilenen düğüm noktaları sayısı ve deplasmanlar Tablo 5' te verilmiştir. Şekil 5' de görüldüğü üzere maksimum deplasman iş parçasının en üst bölgesinde meydana gelmiştir.

Tablo 5. Şekil değiştirme analizi

Minimum	Maksimum
142 Düğüm	5339 Düğüm
0 mm	1.02522.10 ⁻³ mm

3.1.3. Gerilme



Şekil 6. Gerilme grafiği

Şekil 6'da verilen gerilme grafiği sonucuna göre uygulanan kuvvetten sırası ile etkilenen düğüm noktaları sayısı ve minimum – maksimum gerilmeler sayısal olarak Tablo 6' da verilmiştir.

Tablo 6. Gerilme Analiz Sonucu

Minimum	Maksimum
2627 Düğüm	285 Düğüm
$5.61033.10^9$	$7.87079.10^{-7}$

3.1.4. Deformasyona Uğramış Model



Şekil 7. Deforme olmuş model görünümü

Deformasyona uğramış model şekil 7'de verilmiştir.

4. Sonuçlar

Yumuşak demir malzemesinden imal edilen boru rekorunun, üç boyutlu olarak tasarımı Solidworks paket programı ile yapılmış olup ve yine aynı program kullanılarak bilgisayar destekli hasar analizleri yapılmıştır.

Analizler, parçanın hasar görebileceği kuvvet olan 10 N olarak belirlenmiş ve buna bağlı olarak program yardımı ile kuvvetler uygulanmıştır. Statik analizler sonucunda çekme ve döndürme kuvvetlerine karşılık, boru rekoru üzerinde 10 N' luk çeşitli noktalardan

uygulanan tüm kuvvetlerin çeşitli hasarlara sebep olduğu net bir biçimde görülmüş ve sayısal detayları gösterilmiştir.

Kaynaklar

- [1] Batman Üniversitesi, Mühendislik – Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, “Mekanik Bilim Dalı Hasar Analizi, 2016 Ders Notları”.
- [2] Yavuz İ., Erdoğan M., Erçetin A., 2014. “Otomobillerde Kullanılan Fren Diski Hasar Analizi”, OTEKON'14
- [3] Kubilay ASLANTAŞ ve Mehmet ÇOLAKOĞLU, Çelik bir plakanın şok yüklemeler altındaki davranışının nümerik olarak modellenmesi, Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, 2004, 22-30
- [4] Kayalı E., Eruslu N., Ürgen M., Taptık Y., Çimenoğlu H. “Hasar Analizi Seminer Notları”, TMMOB Metalürji Mühendisleri Odası Seminer Notları, 1997, İstanbul.
- [5] İ.B. Eryürek, Hasar Analiz, Birsen Yayınevin, 1993, İstanbul.
- [6] Şelte A., Arslan K., Ülker S., Hatman A., Türk Mühendis ve Mimar Odaları Birliği Metalürji Mühendisleri Odası, “Hasar Analizi Örneği”.
- [7] Öndürücü A., Kanbir Ö., 2017. “Bir greyderin dişli rotunun hasar analizi”, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi , Isparta.
- [8] Tanimoto Y., Nishiwaki T., Nemoto K., 2003. “Numerical failure analysis of glass-fiber-reinforced composites”, Japonya. You have free access to this content Journal of Biomedical Materials Research Part A Volume 68A, Issue 1, Version of Record online: 25 NOV 2003
- [9] Auer T., Gruber D., Harmuth H., 2005. “Numerical Failure Analysis For The Refractory Lining Of A Tuhdish”, Austria.
- [10] Temiz Ş., Çetkin E., 2016. “Farklı çentik boyutlarına sahip alüminyum levhaların alüminyum yamalarla tamiri”, Dicle Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, Batman.
- [11] Dursun T., 2006. “ Cıvata bağlantılı tabakalı kompozit levhalarda hasar analizi”, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi, Ankara.
- [12] Mehrabadi F., 2012. “ Experimental and Numerical Failure Analysis of Adhesive Composite Joint”, International Journal of Aerospace Engineering, İran.
- [13] Vroonhoven J.C.W., Borst R., 1997. “Combination of fracture and damage mechanics for numerical failure analysis”, International Journal of Solids and Structures, Hollanda.
- [14] Şahin M., 2006. “ Kompozit ve Sandeviç Kirişlerdeki Hasar Şiddetinin Titreşim Bazlı Analizler ve Yapay Sinir Ağları ile Tespiti”, I. Ulusal Havacılık ve Uzay Konferansı, 21-23 Eylül 2006, Ankara.

OXIDATION BEHAVIOR AT HIGH TEMPERATURE OF CUALTA SMA

E.Ercan^a and F.Dağdelen^b

^a Bitlis Eren University, Bitlis, eercan@beu.edu.tr

^b Firat University, Elazığ, fdagdelen@firat.edu.tr

Abstract

The isothermal oxidation behavior of Cu-11Al-3Ta (in mass, %) high temperature shape memory alloy (HTSMA) was investigated by using thermogravimetric analysis (TG) method. Firstly, the alloy was heated between 25 °C to 1000°C in order to determine oxidation behavior with a heating rate 20°C/min under standart atmosphere pressure. It was observed to be linear from 25 °C to 600 °C, and parabolically oxidized after 600 °C. Different isothermal oxidation temperatures were chosen in the temperature range in which the oxidation is parabolic such as (700 °C, 800 °C, 900 °C and 1000°C). For the selected temperatures, oxidation kinetics were calculated by using the gravimetric method, and k_p value were found to increase. The activation energy of the alloy was calculated using the Arrhenius relation. Furthermore, phase transformation temperatures (A_s , A_f , M_s and M_f) of as-cast alloy were determined as 291, 396, 287 and 224 by Differential Scanning Calorimetry (DSC) method, respectively. It has been observed that the phase transformation temperatures of this alloy have changed significantly after exposure to oxidation. Martensite plates in CuAlTa alloy via optical micrographs were tested at room temperature with a Nikon Eclipse MA200 optical microscope. The micrographs have been shown that there are many martensite plates inside the structure and it was clearly observed grain boundary.

Keywords: Oxidation kinetics, Shape Memory Alloys, Thermal activation energy.

1. Introduction

Shape memory alloys (SMAs) are metallic alloys with two, three or even four components, with very attention compositions. There are two chief families of SMAs; first are copper-based materials, such as Cu-Al (Zn, Ni, Be, Mn, etc.), and second are NiTi-based alloys. These materials are called shape memory materials, meaning that have the property of 'remembering' when they are subjected to thermo-mechanical treatments, temperature or magnetic field [1]. They have attracted widely with biomedical industry, industrial applications, aerospace, actuators and automotive as intelligent materials [2]. These alloys have been investigated in conjunction with prevalently last decades consequently two unique functional properties, namely the shape memory effect (SME) and superelasticity (SE), which are closely related to the reversible martensitic transformation [3]. Nowadays, NiTi-based alloys are the most important SMAs, showing excellent SME and SE. In addition, Cu-based SMAs, such as Cu-Al-Ni, Cu-Zn-

Al and Cu-Al-Mn alloys, etc. [4, 5-7], are also attract great attention for engineering applications because of their lower cost than Ni-Ti-based SMAs, and better SME and SE than Fe-based SMAs. On the other hand, these SMAs, at the present time, have limitation for martensitic transformation temperatures above 100 °C. Thus, there is increasing need to improve HTSMAs above 100 °C, on the ground that requirements of new generation engineering applications in areas such as automotive, robotics, and aeronautics industries.

Oxidation behavior of Cu-Al-based SMAs is so important for aeronautics industries. The high temperature requirement for a core exhaust chevron design was resolved by the identification, testing and validation of the new TiNiPt HTSMA [8, 9]. But most HTSMAs are very difficult to process and train due to their limited ductility or poor fatigue resistance at room temperature, and making them very expensive to manufacture. Therefore, alternative low cost materials such as copper has been studied.

The purpose of this research is to investigate oxidation behavior of the CuAl-based alloy with Ta added 3 weight percent. The study and determination of oxidation behaviors of SMAs, particularly at elevated temperatures, are significant. Thereby, the information about the functional behaviors they exhibit at elevated temperature applications at standard pressure could be obtained and oxidized alloys were characterized for transformation temperature using differential scanning calorimeter (DSC).

2. Experimental

Cu-11Al-3Ta (in mass, %) HTSMA fabricated using arc-melting process under argon gas atmosphere. And then alloy was homogenized at 900°C for 24 hr and directly quenched in saline ice water. Homogenization of alloy at temperaure in the β -phase field followed by rapid cooling produces microstructures formed by metastable phases, which can result in martensitic transformation [10]. The specimens were cut approximately dimensions of 5.2x5.2x5.2 mm³ cubes for oxidation studies by electrical discharged. Before testing, all surfaces were polished via grinding and cleaned with acetone. The cleaned samples, in order to determine the mass changes upon heating between room temperature to 1000 °C temperatures at standard atmosphere. The prepared specimens were exposed to oxidize for 1 hour at the selected temperatures with (700, 800, 900 and 1000 °C) by Perkin Elmer Pyris TG/DTA thermal analysis ssystem. The as-cast alloy and oxidation products were determined transformation temperatures, Perkin Elmer (DSC) equipment was used. DSC measurements were made at a heating and cooling rate of 20 °C/min. Nikon Eclipse MA200 optical

microscope measurement systems were used to observe in microstructure of alloy. A solution of 100 ml H₂O + 25 ml HCl + 10g FeCl was used as an etchant.

3. Results and discussion

Figure 1. shows that the plots of mass gain per unit area as a function of temperature obtained from the continuous thermo-gravimetric analyzer of Cu-11Al-3Ta alloy oxidised in air at temperatures in the range of 25-1000 °C. According to the Figure 1., the oxidation of alloy has different parts: at the beginning of the oxidation behavior, the mass gain increases linearly. In this region, A_s = 281 °C (Austenit start) and A_f = 413 °C (Austenit finish), which are defined as transition temperatures of the austenite phase from the martensite phase of the alloy, were determined. Then, the mass gain grows with the parabolic rate law [11].

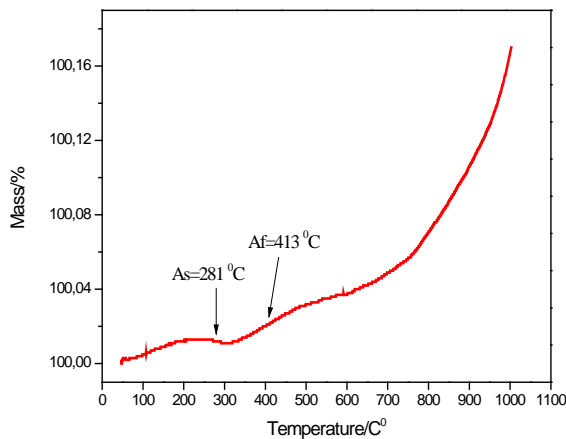


Figure 1. Non-isothermal TG/DTA measurement of Cu-11Al-3Ta HTSMA from room temperature to 1000 °C in air atmosphere

Four different isothermal temperatures were selected in the region where the parabolic mass increase was observed. The TG mass gain curves for isothermal oxidation in standard atmosphere for 1 h is shown in Figure 2. for Cu-11Al-3Ta alloy. The oxidation constant rate k_p , can be described by following relationship [11]:

$$(\Delta W/A)^2 = k_p t \quad (1)$$

where $(\Delta W/A)$ is the mass gain per unit area of a sample, t is the oxidation time. k_p can be calculated from the slope of linear regression line on $(\Delta W/A)^2$ versus t plot. From Eq. 1, the calculated k_p values of the samples oxidized at 700, 800, 900 and 1000 °C are shown in Table 1. According to Table 1. k_p values are very interesting: It is seen that the oxidation kinetics (k_p) at 700°C is remarkably higher than other oxidation temperature.

Table1.The oxidation rate constants and the transformation temperature values of the CuAlTa

HTSMA after isothermally oxidation between 700 to 1000 °C for 1 h.

Oxidation temperature(°C)	A _s	A _f	M _s	M _f	k_p mg · cm ⁻⁴ s ⁻¹
As-cast	291	396	287	224	-
700°C	364	414	308	214	0.1921
800°C	362	416	295	223	0.0020
900°C	342	416	287	209	0.1031
1000°C	366	446	303	189	0.1071

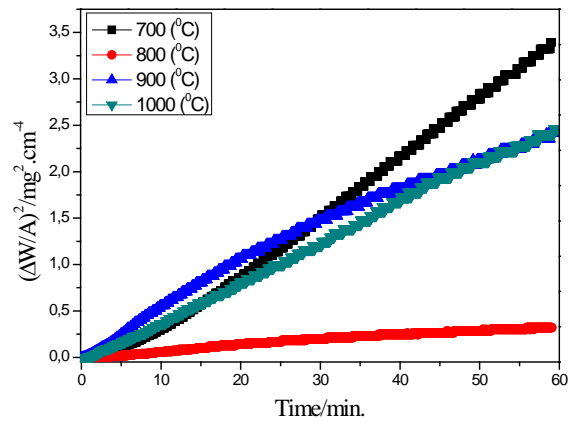


Figure 2. Oxidation curves of Cu-11Al-3Ta HTSMA at 700-1000 °C for 1 h in air atmosphere.

In some studies, the Al₃Ta phases, which occur between the Ta particles and the molten aluminum in the structure of the CuAlTa alloy, have been noticed [12]. It can be said that the parabolic change in Figure. 1 is caused by these Al₃Ta phases. The Al₃Ta phases are thought to cause the formation of Al₂O₃ and Ta₂O₅ structures in the structure [10]. Furthermore, the fact that k_p value at 700 °C is higher than other oxidation constants can also be caused by the formation of these oxide structures.

According to k_p values of samples and oxidation temperature, oxidation activation energy can be calculated by the following equation [11]:

$$k_p = k_0 \exp(-E_0/RT) \quad (2)$$

where k_0 is the pre-exponential constant, T is the temperature, and R is the gas constant. Figure. 3 displays the plot of $1000/T$ versus $\ln k_p$ for the studied temperature range. The activation energy for oxidation (E_0), was determined to be 12.66 kJ/mol⁻¹.

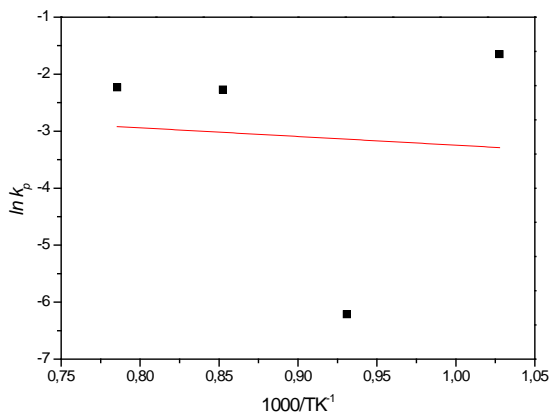


Figure 3. Arrhenius' curve for the parabolic oxidation constant (k_p) in a temperature range of 700-1000 °C.

In order to investigate the effect of oxidation behavior on shape memory effect of CuAlTa HTSMA, DSC measurements were done. Heat flow curves of as-cast and oxidized samples is shown in Figure. 4, and changes of transformation temperature were summarized in Table 1. When the transformation temperatures of the main sample and the oxidized samples were compared, it was observed that the transformation temperatures increased (Figure. 5). This is because the transformation temperatures are mainly effected by the oxidation [11].

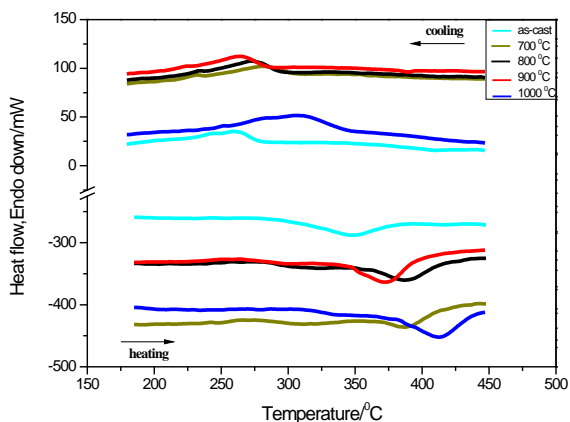


Figure 4. The DSC curves for Cu-11Al-3Ta alloys at different temperature (DSC curves are marked by different)

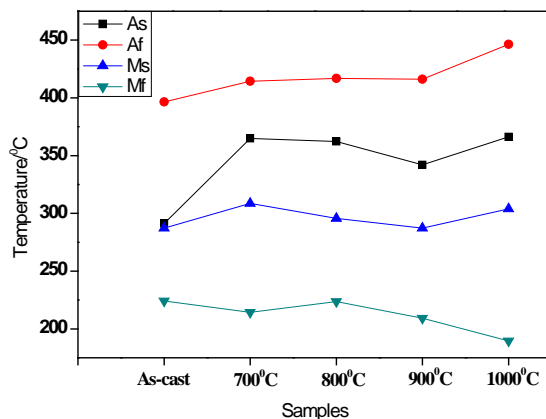


Figure 5. The changes of transformation temperature of Cu-11Al-3Ta by oxidation temperature.

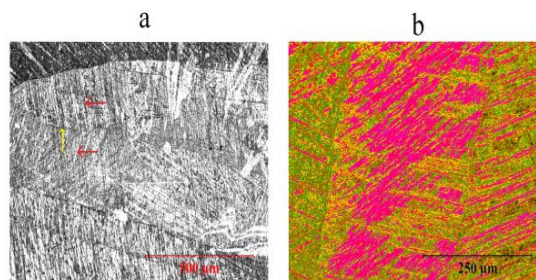


Figure 6. Optical micrographs image of Cu-11Al-3Ta alloy taken from the different region a) 100µm b) 200µm

Figure 6a-b shows optical micrographs images of CuAlTa alloy at room temperature. It can be seen that there are martensite plates and grain boundary. Figure. 6a, it is seen that there are twisted martensite plates in the places indicated by red arrow. The habit plane shows by the yellow arrow and each side separated by this plane is in a twin relationship with the other. It is observed that these martensite plates are separated from each other by grain boundaries in Figure. 6b.

4. Conclusions

The Cu-11Al-3Ta alloy as a potential type of shape memory alloy was successfully produced by arc-melting. It was observed that this alloy is a high temperature shape memory alloy. The isothermal oxidation behavior of CuAlTa HTSMA at different temperature was investigated by TG/DTA and DSC. When the transformation temperatures of the main sample and the oxidized samples were compared, it was observed that the transformation temperatures increased with oxidation. And, it is seen that the oxidation kinetics (k_p) at 700°C is remarkably higher than other oxidation temperature. The micrographs have been shown that there are many inside the structure and it was clearly observed grain boundary.

5. References

- [1]LExcellent, Christian, Some General Points about SMAs, Shape-memory Alloys Handbook, Shape-memory Alloys Handbook, USA, 2013.
- [2]MOHD JANÍ, J., LEARY, M., SUBÍĆ, A., A. GIBSON, M., A REVIEW OF SHAPE MEMORY ALLOY RESEARCH, APPLICATIONS AND OPPORTUNITIES, MATERIALS AND DESIGN, 56, 1078-1113, 2014.
- [3]Wang, C., P. Y.,- Su, S. Y., Yang, Z., Shi, and X. J., Liu, A new type of Cu–Al–Ta shape memory alloy with high martensitic transformation temperature, Smart Materials and Structures, 23, 7pp, 2014.
- [4]Otsuka, K., and Wayman, C. M., 1998 Shape Memory Materials (Cambridge: Cambridge University Press).
- [5]Otsuka, K., and Ren, X., Recent developments in the research of shape memory alloys Intermetallics 7, 511–28,1999.
- [6]Kainuma, R., Takahashi, S., and Ishida, K., Ductility shape memory alloys of the Cu–Al–Mn system J. de Phys. IV 5, 961–6, 1995.
- [7]Yildiz, K., Oxidation of high-temperature Cu– Al–Fe shape memory alloy, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2015.
- [8]Noebe, R. D.,Ouackenbush, T. R., II SAP, Benchtop demonstration of an adaptive chevron completed using anew high-temperature shape memory alloy, p.140-1, 2005.
- [9]Noebe, R.D., Draper, S. L., Nathal, M. V., Garg, A., High work output Ni-Ti-Pt high temperature shape memory alloys and associated processing methods in US Patents 7501032B1, The United states of America, NASA, Washington DC, USA, 2009.
- [10]Saud, S. N., Hamzah, E., Bakhsheshi-Rad, H. R. and Abubakar, T., Effect of Ta Additions on the Microstructures, Damping, and Shape Memory Behaviour of Prealloyed Cu-Al-Ni Shape Memory Alloys, Hindawi Publishing Corporation Scanning, 2017, 13pp, 2016
- [11]Dagdelen, F., Ercan E., The surface oxidation behavior of Ni45.16% Ti shape memory alloys at different temperatures, J. Therm. Anal. Calorim., 115, 561–565, 2014.
- [12]Sina, H., Iyengar, S., Lidin, S., Reaction behavior and evolution of phases during the sintering of Ta-Al powder mixtures, Journal of Alloys and Compounds, 654, 103-11, 2015.

THE EFFECTS OF COMPACTION PRESSURE AND LUBRICANT DEBINDING PROCESS ON PHYSICAL PROPERTIES OF P/M PARTS PRODUCED BY HOT PRESSING

SICAK PRESLEME İLE ÜRETİLEN T/M PARÇALARIN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNE SIKIŞTIRMA BASINCI VE YAĞLAYICI GİDERME PARAMETRELERİNİN ETKİSİ

¹T. Şahin, ²C.G. Delibalta, ³Y. Özçatalbaş

¹Hidromek A. Ş., Etimesgut, Ankara, Türkiye, tugcesahin93.g@hotmail.com

²Gazi Üniv., Fen Bilimleri Ens., Metalurji ve Malzeme Müh., Ankara, Türkiye, cankizdelibalta@gmail.com

³Gazi Üniv., Teknoloji Fak., Metalurji ve Malzeme Müh., Ankara, Türkiye, yusufoz@gazi.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, ön karışimli Alumix-123 tozlarının yağlayıcısız ve ağırlıkça %1,5 çinko stearat içeren karışımdan sıcak presleme yöntemiyle toz metal (T/M) numuneler üretilmiştir. Üretilen T/M numunelerinin mekanik ve fiziksel özelliklerine sıkıştırma basıncı ve yağlayıcı giderme parametrelerinin etkisi araştırılmıştır. Yağlayıcı katkı ve katkısız ön karışimli tozlar turbulada 40 dakika süreyle karıştırılmış ve 100, 300, 500 MPa basınçlarda soğuk olarak ön preslenmiştir. Farklı basınçlarda ön preslenen bu numuneler 300, 350, 400, 450 °C sıcaklıklarda 15 dakika süreyle sıcak kalıp içerisinde bekletilerek 1 saat yağlayıcı giderme işlemi uygulanmış ve devamında 540 °C sıcaklıkta 50 MPa basınç altında 30 dakika süreyle sıcak olarak preslenmiştir. Üretilen numunelerin fiziksel özellikleri araştırılmış ve metalografik muayeneleri, optik mikroskopla incelemeleri yapılmıştır. Sıcak presleme yöntemiyle T/M parça üretim sürecinde yağlayıcının tamamen çözünüp ortamdaki ayrıldığı belirlenmiş, kalıntı yağlayıcının difüzyon tava sürecinde çözünmesi ise numunede yoğun gözeneklere sebep olmuştur. Bu gözenekler, üretilen parçaların yoğunluğunun ve sertliğinin düşmesine neden olmuştur. Numune üretiminde ön presleme basıncının artması ham yoğunluğu artırarak malzemedeki gözenek miktarını azaltmıştır. Ancak, yağlayıcı uzaklaştırma sürecinde ortamdaki çıkışına engel olarak kalıntı yağlayıcı miktarını arttırmıştır. Yağlayıcısız üretilen numunelerin yoğunluk, mekanik özellikleri ve alaşımlanma oranı yağlayıcılı numunelerden daha yüksektir.

Anahtar kelimeler: Al-Cu Alaşımı, Toz Metalurjisi, Çinko Stearat, Sıcak presleme

Abstract

In this study, powder metal (P/M) specimens were produced by hot pressing by using premixed Alumix-123 powders without lubricant and with zinc stearate [1,2,3,4]. Sıcaklık ve basıncın aynı anda uygulandığı sıcak presleme yöntemleri toz metalürji parçaların

lubricant removal parameters on mechanical and physical properties of the produced P/M samples were investigated. Lubricant added and not added Alumix-123 pre-mixed powders were mixed in mixing device for 40 minutes and were cold pre-compacted at pressures of 100, 300, 500 MPa. Then, these samples were heat treated at 300, 350, 400, 450 °C for 15 minutes in a hot mold for thermal debinding of lubricants and then hot compaction was applied at 540 °C under 50 MPa pressure for 30 minutes. The physical properties of the produced samples were investigated and metallographic examinations were carried out by optical microscopy. It has been determined that the lubricant is not completely debinded during production process by hot pressing. During diffusion annealing process, these insoluble lubricant particles caused porosity in compact parts. These pores caused the density and hardness of the produced parts to fall. With increasing the pre-compacting pressure decreased the amount of pores in the material by increasing the green density. However, this effect increased the amount of residual lubricant by preventing the debinding from the green compact part during the lubricant removal process. Density, mechanical properties and alloying ratio of the produced samples without lubricant are higher than the lubricated samples.

Keywords: Al-Cu alloy, Powder Metallurgy, Zinc Stearate, Hot Pressing

1. Giriş

Toz metalürjisi yöntemiyle ekonomik parça üretimi günümüzde yaygın olarak kullanılmakta ve giderek bilinen klasik üretim yöntemlerine alternatif olmaktadır. Bu yöntemle üretilen malzemeler, üretim sonunda talaşlı işlem gerektirmeden son ürünün şeklini alması nedeniyle dişli, mıknatıs, filtre, kesici takım uçları olarak ve gözenekliliğinden dolayı kendinden yağlama özelliği olması nedeniyle demir esaslı yatak malzemesi olarak kullanılabilmesi açısından çok önemlidir [1,2,3,4]. Sıcaklık ve basıncın aynı anda uygulandığı sıcak presleme yöntemleri toz metalürji parçaların

üretiminde başarılı bir şekilde kullanılmaktadır. Bu soğuk olarak ön preslenmiş ve sonrasında sıcak yöntemde şekillendirme ve sinterleme işlemleri birlikte presleme uygulanarak üretilen yağlayıcı ve yağlayıcı olmayan gerçekleştirildiğinden yüksek yoğunluk ve hızlı üretim numunelere 530 °C sıcaklıkta 2 saat, ötektik sıcaklıkta 1 sağlanır. Presleme ve sinterlemenin birlikte yapılması saat süreyle salınımlı olmak üzere toplam 3 saat süreyle soğuk presleme işlemine göre yüksek dayanım, sertlik difüzyon tavi uygulanmıştır. Yağlayıcı ve yağlayıcı olmayan ve yoğunluk yanında parçada düşük gözenek miktarı ve üretilen TM parçaların fiziksel özelliklerinin belirlenmesi bütümlenimin daha düşük olması gibi üstünlükler için Arşimed prensibine göre yoğunluk ölçümleri ve sağlamaktadır[5,6]. Üretilen malzemelerin endüstriyel Vickers sertlik ölçümleri yapılmıştır. Numunelerin uygulama alanlarında güvenli bir şekilde metalografik muayeneleri yapılarak optik mikroskop kullanılabilirliği, mekanik davranışlarının ve diğer çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

özelliklerinin iyi bir şekilde bilinmesi ile mümkündür.

Malzemelerin mikro yapı ve mekanik özellikleri, **3. Deneysel Bulgular ve Değerlendirme**

sinterleme sıcaklığına, presleme basıncına, sinterleme sonrası yapılan ısı işlemlere, fazların kimyasal yapısı ve **3.1. Yoğunluk Analizleri**

mikro yapıdaki miktarına, kompakt içindeki gözenek miktarı ve geometrisine bağlı olarak değişmektedir. Kullanılan Alumix 123 tozunun % ağırlıkça içeriği dikkate [3,7,8,9,10]. Yağlayıcı ilavesi sıkıştırma esnasında alınarak hesaplanan teorik yoğunluk $2,97 \text{ gr/cm}^3$ dür. genellikle daha fazla akış hızı, daha düzgün kompakt Sıcak presleme sonrası numunelerin ölçülen yoğunluk ağırlık ve daha düşük sıkıştırma kuvveti gibi çeşitli değişimleri ise Şekil 1'de verilmiştir. Genel olarak ön yararlar sağlar. Kompakt ağırlığın daha az değişmesi ve presleme basıncı arttıkça malzemenin yoğunluğu daha iyi toz akış özelliklerine sahip olması nedeniyle artmakta, numune içerisindeki porozite miktarı ham ve sinterlenmiş yoğunlukların parça boyunca daha azalmaktadır. Yağlayıcı olmayan numunelerde artan basınçla düzgün olacağı beklenmektedir. Sinterlenmiş yoğunluk birlikte azalan artış hızına rağmen yoğunlukta sürekli ve mikro yapıdaki gelişmişlik nedeniyle mekanik artış görülmüştür. Erişilen en büyük yoğunluk oranı %99 özellikler de daha tutarlı olacaktır[11,12]. Bu çalışmada civarındadır. Ancak, yağlayıcı sıcak preslenmiş ön karışımı Alumix123 tozuna ilave edilen % 1.5 çinko kompakt numunelerde bu ilişki yoktur. Bu numunelerde stearat yağlayıcı katkı ve katkısız olmak üzere sıcak 300 MPa sonrası yoğunluk düşüşü görülmüş ve presleme yöntemiyle T/M parçalar üretilmiş, 500MPa'da ön preslenen numune yoğunluğu %96,3'e numunelerin fiziksel özelliklerine sıkıştırma basıncının gerilemiştir. Bütün ön sıkıştırma basınçları için en ve yağlayıcı giderme parametrelerine etkisi yüksek yoğunluklar çinko stearat içermeyen karışım araştırılmıştır.

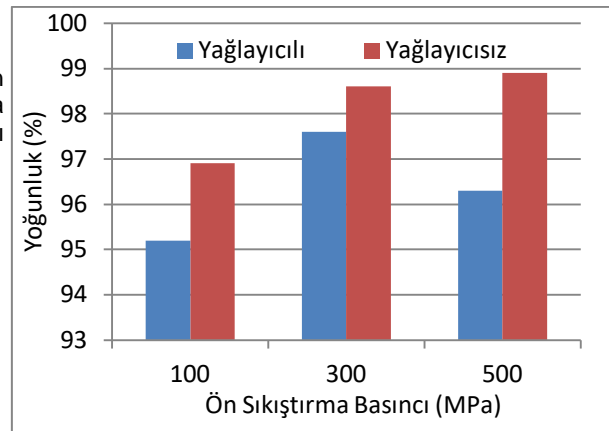
2. Malzeme ve Deneysel Metot

Bu çalışmada kimyasal bileşimi Çizelge 1. 'de verilen Eckart Granulers (Almanya) tarafından üretilen Eckart Alumix123 olarak bilinen ön-karışımı alüminyum esaslı tozlar kullanılmıştır.

Çizelge.1: Deneysel kullanılan malzemenin kimyasal bileşimi (% ağırlık)

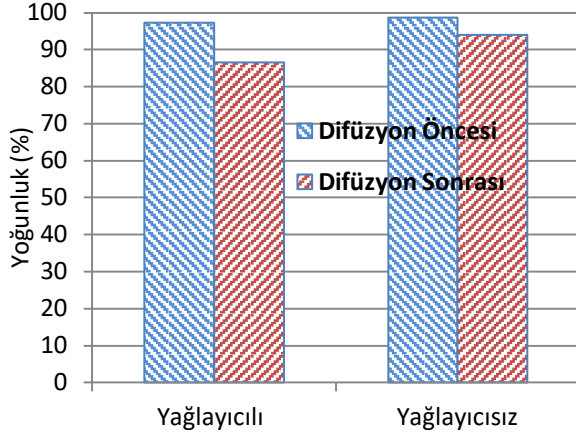
Alaşım	Al	Cu	Si	Mg
AlCuSiMg	94,3	4,5	0,7	0,5

Alüminyum esaslı ön karışımı tozlara % 1.5 çinko stearat ($\text{C}_{36}\text{H}_{70}\text{O}_4\text{Zn}$) yağlayıcı ilave edilerek ve yağlayıcı ilave edilmeden Turbula cihazında 40 dakika karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. % 1.5 oranında çinko stearat katkı alüminyum esaslı karışım tozlara, tek yönlü 300 MPa ön basınçla soğuk preslenmiş ve devamında sıkıştırma ile 100, 300 ve 500 MPa basınçlarda soğuk 540 °C'de 50 MPa basınçta sıcak preslemeyle üretilen olarak ön presleme işlemi uygulanmıştır. Farklı ön yağlayıcı ve yağlayıcı olmayan iki numune difüzyon presleme basınçları uygulanan numuneler 300, 350, 400 tavlama sıcaklığına tabi tutulduktan sonra elde edilen yoğunluk ve 450 °C sıcaklıklarda 15 dakika süreyle sıcak kalıp sonuçları Şekil 2. de verilmiştir. 3 saat difüzyon içerisinde bekletilerek toplamda 1 saat süreyle yağlayıcı tavlama sonrasında sonra iki numunenin yoğunluğunda da uçurma işlemine tabi tutulmuştur. Sonra kalıp sıcaklığı önemli derecede düşüş görülmüştür. Ancak en fazla 540°C 'ye çıkarılarak 50 MPa basınçta 30 dakika sıcak yoğunluk azalması yağlayıcı katkı numunede presleme işlemi uygulanarak kompakt numuneler görülmüştür. Ön karışım Alumix 123 tozu içeriğinde üretilmiştir. Ayrıca, yağlayıcı ilavesiz olarak Alumix123 bulunan özellikle Cu ve eser miktarda Al-Si, Al-Mg ön tozu karıştırma işlemine tabi tutulmuş, tek yönlü alışımlı toz olarak bulunan karışım tozların homojen bir presleme ile 100, 300 ve 500 MPa basınçlarda soğuk alışımlı oluşturma amacıyla yapılan difüzyon tavi süreci olarak ön presleme işlemi uygulanmıştır. Yine kalıp iki kademe yapılmıştır. Önce 2 saat ötektik altı sıcaklığı 540 °C'de 30 dakika boyunca 50 MPa basınçta sıcaklıkta (530°C) ve devamında Al-Cu ikili alışımlı için sıcak presleme işlemi uygulanarak numuneler ötektik sıcaklıkta salınımlı olarak gerçekleştirilmiştir. üretilmiştir. Hazırlanan numunelerden 300 MPa basınçta Özellikle ötektik sıcaklıkta salınımlı (548±10°C) yapılan



Şekil.1: Yağlayıcı ve ön sıkıştırma basıncının sıcak preslenmiş numune yoğunluğuna etkisi

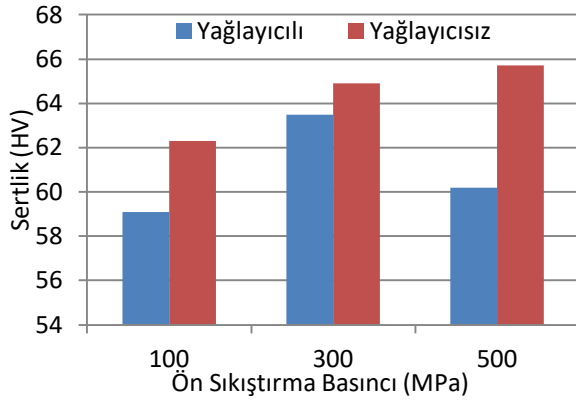
difüzyon tavinin sıvı faz oluşturma eğilimi muhtemel uygulanmadan önce 300-450°C sıcaklık aralığında gözeneklerin yüzeye çıkışını engellemesi ve gözenek kademeli olarak bir saat boyunca yağlayıcı giderme ısı yoğunluğunu arttırmıştır. Şekil 2.'deki özellikle yağlayıcı işlemi uygulanmasına rağmen bu numunelerin numunede, tavlama sonrası yoğunluk düşüşünün aşırı yoğunlukları ve sertlikleri düşüktür. Özellikle en yüksek olduğu ve yaklaşık %12 yoğunluk azalması olduğu ön sıkıştırma basıncında (500 MPa) yağlayıcı katkı görülmektedir. Bu etki yağlayıcı içermeyen numunede üretilen numune sertliği beklenenden çok daha düşüküdür. Soğuk ön sıkıştırma işleminden sonra kalıp içerisinde uygulanan yağlayıcı giderme işlem süresinin yeterli olmadığı düşünülmektedir. Zira yüksek basınçta tek yönlü sıkıştırmada numunenin zımba yüzeyindeki (üst yüzey) yoğunluk artışı ve kalıp duvarları ile numune arayüzeyindeki basıncın yağlayıcının bozunarak numuneden gaz fazında ayrılmasına engel olduğu düşünülmektedir.



Şekil.2: 300MPa ile ön preslenen ve difüzyon tavlamasına tabi tutulan numunelerin yoğunluk değişimleri

3.2. Sertlik Analizleri

Farklı sıkıştırma basınçlarında yağlayıcı ve yağlayıcısız ön preslenen, devamında 50MPa basınçta sıcak preslenerek üretilen kompakt numunelerin sertlik değişimleri Şekil .de verilmiştir.



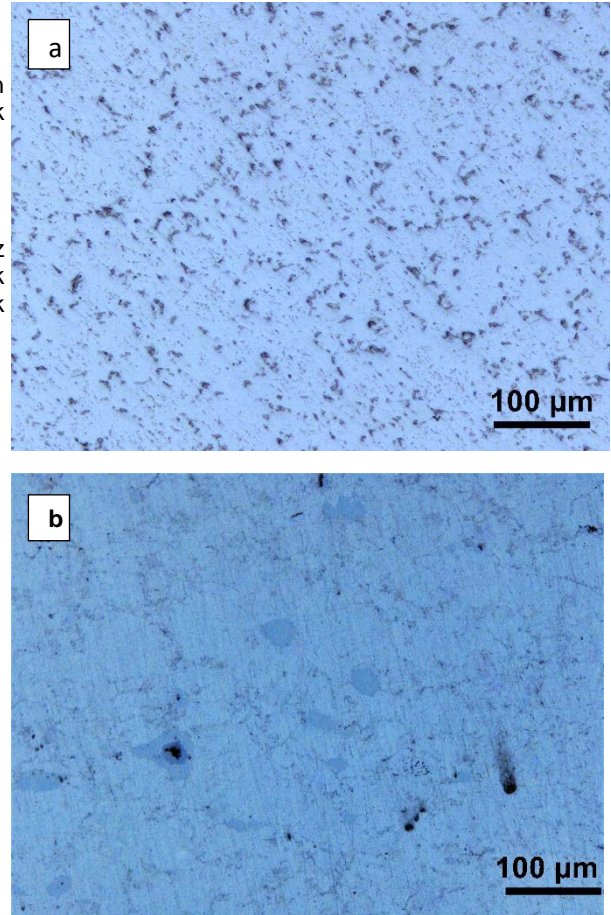
Şekil.3: Yağlayıcı ve ön sıkıştırma basıncının numune sertliğine etkisi

Yağlayıcı içermeyen numunelerin ön presleme basıncı arttıkça sertlik değerlerinde de belirgin artış görülmektedir. Bu durum presleme basıncıyla artan ham yoğunluğa bağlanabilir. Artan ham yoğunlukla sağlanan sıcak presleme sonrasındaki yoğunluk artışı sertliği de arttırmıştır. Yüksek yoğunlukla birlikte 540°C'de 30 dakika boyunca uygulanan ısı enerjisi ile artan yayılım oranının alaşım oranını ve dolayısıyla sertliği arttırdığı söylenebilir. Fakat yağlayıcı katkı üretilen kompaktların sertliği belirgin miktarda düşüktür. Ön presleme sonrası ve sıcak presleme işlemi

3.3. Mikro yapı Çalışmaları

3.3.1.Sıcak Preslenen Numunelerin Mikro Yapıları

Farklı ön basınçlarda soğuk olarak preslendikten sonra sıcak presleme/yağlayıcı giderme işlemleri uygulanan yağlayıcı ve yağlayıcısız numunelerin mikroyapıları Şekil 4. Ve Şekil 5.'de gösterilmiştir.

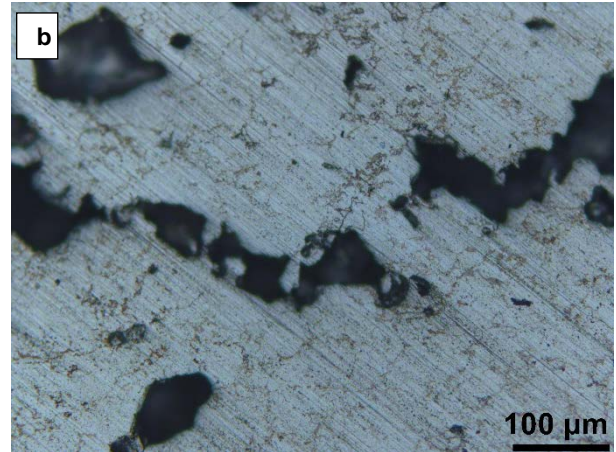
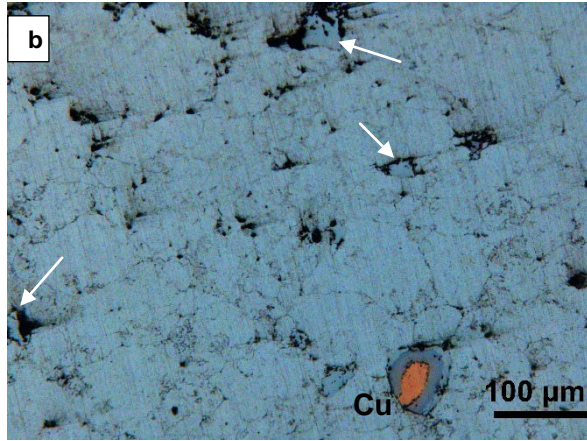
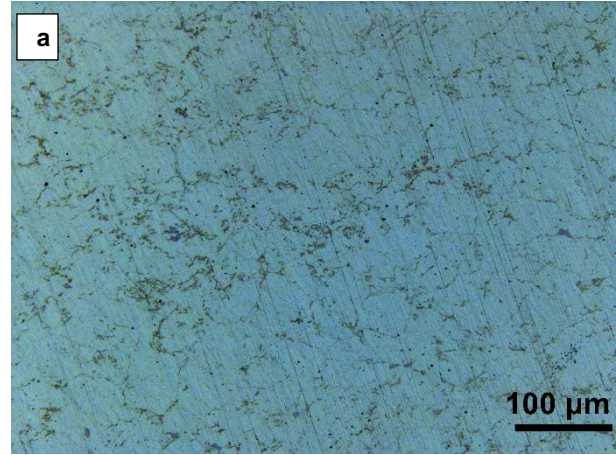
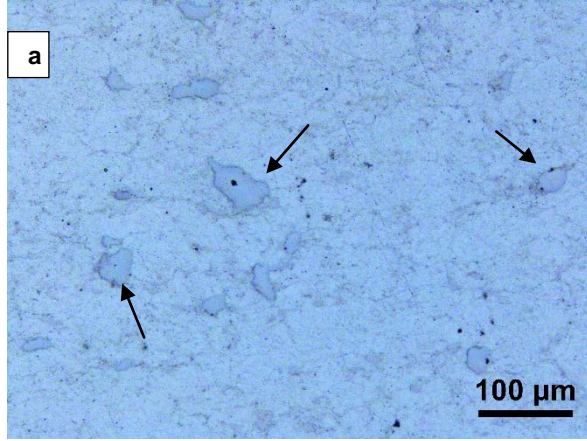


Şekil.4: 300 MPa ön presleme ile üretilen numunenin mikroyapısı a)Yağlayıcısız b) Yağlayıcı

Şekil 4a.'da verilen mikroyapıdatane sınırlarında yoğunlaşmış Cu'ca zengin (Cu parçacık) parçacıklar görülmektedir. Bu fazın çevrelediği tane içinde daha küçük Cu içerikli fazlar mevcuttur. Bu numunede belirgin gözenek varlığı belirlenmemiştir. Aynı basınçta preslenen ve yağlayıcı içeren numune mikroyapısı ise kısmen gözenek içermektedir. Bu gözenekler genellikle

Cu'ca zengin parçacık çevresinde veya tane sınırlarında **3.3.2.Difüzyon Tavlama Yapılan Numunelerin Mikro** konumlanmaktadır. Yağlayıcı içermeyen numuneye göre **Yapıları**

daha azCu'ca zengin faz veya parçacıkların bulunduğu Sıcak preslenmişnumunelerin mikro yapı incelemeleri söylenebilir. Bu numunede yağlayıcı uçurma sürecinde sonucu difüzyonun yetersiz olduğu gözlenmiştir. Bakır uygulanan ısı işlemlerin Cu yayını oranını arttırdığı yayınının gerçekleşmemesi nedeniyle 300 MPaön sıcak presleme uygulanmış numunelere uygulanan difüzyon tavlama sonucu oluşan mikroyapı Şekil 6.'da verilmiştir.



Şekil 5. 500 MPa önpresleme ile üretilen numunenin mikro yapısı a) Yağlayıcısız b) Yağlayıcı

Artan ön presleme basıncı (500MPa) ile üretilen Şekil 6: 300 MPa ön basınç uygulanmış numunenin yağlayıcısız numune mikroyapısında minimum seviyede difüzyon tavi sonrasımikroyapısı a) Yağlayıcısız b) gözenekler mevcuttur. Ayrıca tamamen çözünmemiş Cu Yağlayıcı

parçacık kaynaklı Cu'ca zengin fazlar belirgindir (Şekil 5a'da okla gösterildi). Aynı basınçta preslenmiş Yağlayıcısız numunenin mikroyapısı belirgin gözeneklilik yağlayıcı numunede ise henüz tamamen çözünmemiş içermemektedir. Ancak detaylı incelemelerde dairesel Cu'ca zengin parçacıklar dikkat çekicidir. Yoğun formlarda birkaç mikron boyutlarında gözeneklere gözenek ve gözenek bölgesinde muhtemel tamamen rastlanmıştır. Koyu renkli dağılmış ve daha çok tane çözünmemiş çinko streat yağlayıcı parçacıkları sınırlarında konumlanmış fazlar muhtemel zengin Cu mevcuttur (Şekil 5b.'da beyaz okla gösterildi). Bu içerikli fazlardır (Şekil 6a). Şekil 4a'da gösterilen durum, en yüksek basınçta ön şekillendirilen yağlayıcı mikroyapıya göre Cu yayını oranını arttırdığı açıklamaktadır. Yağlayıcı giderme işlemi sürecinde gaz söylenebilir. Ancak halen homojen faz dağılımı olduğu fazındaki yağlayıcının kompakt numuneden söylenemez. Yağlayıcı içeren numunede de alaşımlama ayrılamaması gözenek yoğunluğunu arttırmıştır. açısından aynı durum geçerli denilebilir. Zira burada da Özellikle yağlayıcı partiküllerle konumlanan Cu tane sınırları yoğun olmak üzere Cu yayını oranını arttırdığı parçacıkların bulunduğu bölgedeki gözeneklilik ise, gerçekleştiği ve Şekil 4b'de görülen Cu'ca zengin sıcak presleme sürecindeki Al fazına Cu yayını oranını partiküllerin bulunmadığı görülmektedir. Ancak en büyük minimize etmiş olduğu söylenebilir. 500 MPa'da ön problem birleşmiş ve zimba eksenine dik yönelmiş şekillendirilip sıcak preslenmiş numunenin gerek yoğun gözeneklerin varlığıdır. Şekil 3'de gösterilen ve yoğunluğundaki ve gerekse sertlik düşüşündeki bu numunenin yoğunluğundaki düşüşe sebep olan nedenin, yoğun gözenek varlığı ve yeterli alaşımlamanın muhtemel kalıntı yağlayıcıların varlığıdır. Ötektik sıcaklık oluşmaması söylenebilir.

hacimsel yayınımla gözeneklerin yüzeye çıkışına engel bulunduğu tespit edilmiştir. Bu durum, uygulanan ısı olduğu ve belirli doğrultuda birleşmesine sebep olduğu işlemin Al-Cu ve Cu-Al yayınımlarını hızlandırdığı ancak düşündürülmektedir. homojen dağılım oluşturmadığını göstermektedir.

4. Sonuçlar

Kaynaklar

- Ön karışimli Alumix 123 tozu kullanılarak sıcak [1]Ulu, S., Çift Fazlı Çelikler, Makine Teknolojisi presleme yöntemiyle T/M parça üretiminde, yağlayıcı ve Elektronik Dergisi, 6 (3) p: 100-113, 2009.
- ön sıkıştırma basınçlarının üretilen T/M parçaların [2] ASM Handbook, Vol.7- Powder Metal Technologies fiziksel özelliklerine etkileri hususunda and Applications, p:2084-2086, 1999.
- aşağıdakisonuçlar söylenebilir; [3]Yılmaz, R.,Fe-Cu-C Kompaktlarda Presleme Basıncı ve Toz karışımOranlarının Sertliğe ve Çekme
- 1.Ön sıkıştırma basıncında 500 MPa' a kadar artan Mukavemetine Etkisi, 4. Uluslararası TozMetalürjisi basınçla birlikte yağlayıcısız numunenin yoğunluğunda Konferansı,Sakarya, p:795-806, 2005.
- da artış belirlenmiş ve yoğunluk yaklaşık %99'a [4] L.P. Lefebvre, Y. Thomas , B. White, Effects Of ulaşılmıştır. Ancak yağlayıcı içeren numunede 300 MPa LubricantsAndCompactingPressure On The sonrası yoğunluk düşüşü görülmüştür. Bu numune için ProcessabilityAndProperties Of Aluminum P/M Parts, ulaşılan maksimum yoğunluk %96 civarında kalmıştır. Journal of LightMetals 2, USA, p:239-246,2002.
- Bütün ön sıkıştırma basınçları için en yüksek [5] Y.Y.Li, T.L. Ngai, D.T. Zhang, Y. Long, W. Xia , yoğunluklar çinko stearat içermeyen numunelerde Effect Of Die Wall Lubrication On WarmCompactionPowderMetallurgy,Journal of MaterialsProcessing Technology-129, China, p:354-358, görülmüştür.
2. Difüzyon tavlmasına tabi tutulan numunelerin 2002. yoğunluk değerlerinde önemli derecede düşüş görülmüş [6]Ö. Özgün,Toz Metalürjisi ile Üretilen Alaşımli ancak en fazla azalma yağlayıcı içeren numunede Çeliklerin Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri, Sakarya gözlemlenmiştir. Ötektik sıcaklıkta salınımlı yapılan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, difüzyon tavi sıvı faz oluşturma eğilimi artırarak 2007.
- gözeneklerin yüzeye çıkışını engellediği ve böylece [7] Güven Ş. Y. , Toz Metalurjisi ve Metalik Köpükler, yoğunluğu düşürdüğü söylenebilir. Yağlayıcının varlığı SDU Teknik Bilimler Dergisi, 2, p:22-28, 2011.
- difüzyon öncesi ve sonrası yoğunlukta yaklaşık %12 fark [8] O. Altuntaş, Yüksek Karbonlu Toz Metal Çeliklerin Mikro Yapı Ve Darbe Tokluğu ÖzelliklerineKüreselleştirme Isıl İşlemleri Etkilerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Gazi ÜniversitesiFen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, p:1-6, 2013.
3. Yağlayıcı içeren ve içermeyen sinter numunelerin ön sıkıştırma basınçlarına göre sertliklerindeki değişim Bilimleri Enstitüsü, Ankara, p:1-6, 2013.
- yoğunluk değişimleri ile benzerlik göstermiştir. Yağlayıcı [9] Meluch, L., Warm Compaction of Alumix 123, PhD içermeyen ve 500MPa ön presleme basıncı ile üretilen thesis, University of Birmingham, September, 2009
- numunede 65 HV maksimum sertlik değeri elde [10] Yılmaz, R., Fe-Cr-Mn-C Kompaktların Üretimi ve Element MiktarlarınınSertlik ve Kırılma Tokluğuna Etkisi, 4. Uluslararası Toz MetalürjisiKonferansı, Sakarya ,p: 1228-1236, 2005.
- 4.Yağlayıcının yoğunluğa etkisi mikroyapıya göre analiz edildiğinde, 500MPa'a kadar artan ön presleme basıncı [11]H.S. Huang, Y.C. Lin, K.S. Hwang, Effect Of ile birlikte mikroyapıda gözenek yoğunluğunun azaldığı LubricantAddition On belirlenmiştir. Ancak, bu basınçta yağlayıcılı üretilen ThePowderPropertiesAndCompactingPerformance Of numune mikroyapısında halen yoğun gözenek SprayDriedMolybdenumPowders, International Journal of RefractoryMetals& Hard Materials 20,p:175-180, Taiwan, 2002.
5. Difüzyon tavlaması uygulanmış numunelerde [12] D. Saha, D. Apelian, Control Strategy for the De- çözünmemiş Cu'ca zengin partiküllere rastlanmamıştır. lubrication of P/M Compacts,International Journal Of Genel olarak yağlayıcı içeren ve içermeyen numunelerin Powder Metallurgy, p:71-79, May 2002.
- mikroyapısında tane sınırlarında Cu'ca zengin fazların

PROCESS AND PRODUCT DEVELOPMENT ACTIVITIES FOR COLD ROLLED AND BATCH ANNEALED HIGH CARBON STEEL GRADES AND PRODUCT PERFORMANCE EVALUATION

YÜKSEK KARBONLU ÇELİK KALİTELERİNİN SOĞUK HADDE VE YIĞIN TAV PROSESLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ VE ÜRÜN PERFORMANS DEĞERLENDİRMESİ

A. G. Özgültekin^a, A. M. Berker^a, C. Seyalioğlu^b, D. Öztürk^b, Ö. Uzunkaya^b, Ö. Yıldırım^b, S. İlker^b

^aBorusan Teknoloji Geliştirme ve ArGe A.Ş., İstanbul, Türkiye, E-mail: info@borusanarge.com

^bBorçelik Çelik San. Tic. A.Ş., Bursa, Türkiye, E-mail: infobrc@borcelik.com

Özet

Ağırlıklı olarak otomotiv sektörü tarafından kullanılan ve ülkemizde talebi ithalat ile karşılanmakta olan yüksek katma değerli yüksek karbonlu çelik kalitelerinin Borçelik Çelik San. Tic. A.Ş.'de geliştirilmesi ve ticari ölçekte üretimi için gerçekleştirilen faaliyetler açıklanmıştır. Bu çalışmada, deneysel üretim ve malzeme test-karakterizasyon döngüsünde, malzeme özellikleri ve proses parametreleri arasındaki ilişki takibi sürekli hale getirilerek soğuk haddelenmiş ve yığın tavlama yüksek karbonlu çelik proses geliştirme çalışmaları yürütülmüştür. Hedeflenen soğuk haddelenmiş ve yığın tavlama 51CrV4, C45 ve C67 ıslah ve yay çeliği sacı özelliklerine ve ayrıca sektörün özel uygulamaları için ihtiyaç duyulan spesifik malzeme mikroyapı ve özellik entegre üretim tesislerinde gerçekleştirildiği ve giderek beklentilerini karşılayan yeni çelik kalitelerine daha fazla yüksek katma değerli çelik üretimine ulaşılmıştır. Mikroyapı kontrolü, mekanik testler ve hedef yönelindiği bilinmektedir [1]. Finansal ve ekonomik uygulama alanına yönelik analizler yapılarak geliştirilen boyutlara bağlı fiyat değişimleri bir yana bırakıldığında, tüm ürünler doğrulanmıştır. Ayrıca, üretilen çelik saclar yüksek katma değerli ürünler; ileri nesil yüksek kullanılarak otomotiv yan sanayi- araç emniyet mukavemetli çelikler, paslanmaz çelikler, vasıflı çelikler komponentleri, mobilya imalat ve kalıp madeni eşya veya nihai kullanıma yönelik geliştirilen özel çelikler gibi sanayilerinde çeşitli komponentler üretmeye yönelik piyasada ihtiyaç duyulan ve altyapısında ileri teknoloji, deneme üretimler ve saha performans testleri Ar-Ge çalışmaları ve bilimsel yaklaşım barındıran gerçekleştirilmiş; elde edilen başarılı sonuçlar ile ürünler şeklinde tanımlanabilir. Bu çalışmada, daha geliştirilen yüksek karbonlu çelik sacların rutin ticari önce yerli üretimi mevcut olmayan ve Ar-Ge, proses-ürün geliştirme yaklaşımları ile Borçelik Çelik San. Tic. A.Ş.'de ticari ölçekte ve yerli üretimi mümkün hale getirilen yüksek katma değerli, soğuk haddelenmiş ve yığın tavlama ıslah ve yay çeliği kaliteleri ele alınmıştır.

Anahtar kelimeler:Yüksek karbonlu çelikler, soğuk haddeme, yığın tav

Abstract

This paper explains industrial scale process and product development activities at Borcelik for production of cold rolled and batch annealed high carbon steel grades that are predominantly preferred by automotive supply industry and on which the demands are fulfilled by imports to Turkey. These development activities are carried out by sustaining regular follow-ups of materials property and processing parameter relationship through the cycles of production trials and materials testing-characterization studies. Cold rolled and batch annealed 51CrV4 and C67 spring steel grades, C45 steel grade and also new grades devoted to meet the specific material microstructure and property requirements of special applications are developed. Products are validated through microstructural characterization, mechanical testing and other required analyses of

related end application. Moreover, the developed and validated high carbon steel strips are

subjected to automotive safety component, metalware and furniture junction system component production trials and performance tests. The state of readiness for routine industrial scale production of aforementioned grades is verified by successful results.

Keywords:High carbon steel, cold rolling, batch annealing

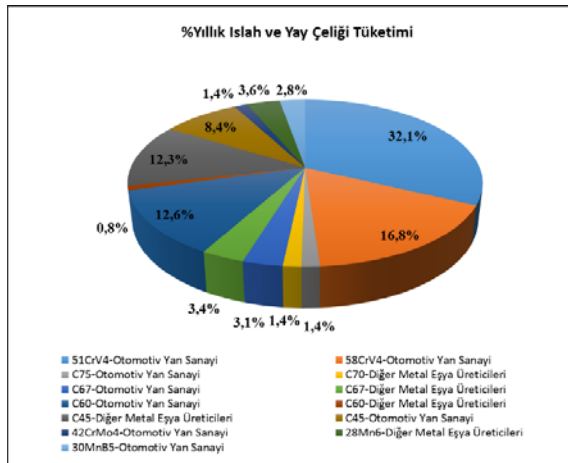
1. Giriş

Gelişmiş ülkelerde çelik üretiminin ağırlıklı olarak entegre üretim tesislerinde gerçekleştirildiği ve giderek beklenen yeni çelik kalitelerine daha fazla yüksek katma değerli çelik üretimine ulaşılmıştır. Mikroyapı kontrolü, mekanik testler ve hedef yönelindiği bilinmektedir [1]. Finansal ve ekonomik uygulama alanına yönelik analizler yapılarak geliştirilen boyutlara bağlı fiyat değişimleri bir yana bırakıldığında, tüm ürünler doğrulanmıştır. Ayrıca, üretilen çelik saclar yüksek katma değerli ürünler; ileri nesil yüksek kullanılarak otomotiv yan sanayi- araç emniyet mukavemetli çelikler, paslanmaz çelikler, vasıflı çelikler komponentleri, mobilya imalat ve kalıp madeni eşya veya nihai kullanıma yönelik geliştirilen özel çelikler gibi sanayilerinde çeşitli komponentler üretmeye yönelik piyasada ihtiyaç duyulan ve altyapısında ileri teknoloji, deneme üretimler ve saha performans testleri Ar-Ge çalışmaları ve bilimsel yaklaşım barındıran gerçekleştirilmiş; elde edilen başarılı sonuçlar ile ürünler şeklinde tanımlanabilir. Bu çalışmada, daha geliştirilen yüksek karbonlu çelik sacların rutin ticari önce yerli üretimi mevcut olmayan ve Ar-Ge, proses-ürün geliştirme yaklaşımları ile Borçelik Çelik San. Tic. A.Ş.'de ticari ölçekte ve yerli üretimi mümkün hale getirilen yüksek katma değerli, soğuk haddelenmiş ve yığın tavlama ıslah ve yay çeliği kaliteleri ele alınmıştır.

Islah çelikleri, kimyasal özellikleri ve özellikle yüksek karbon miktarı bakımından sertleştirilmeye elverişli olan alaşımsız veya alaşımlı imalat çelikleridir [2]. Bu çelik kaliteleri, ıslah işlemi sonunda belirli bir çekme dayanımında yüksek tokluk özelliği göstermeleri ve nihai kullanıma göre uyarlanabilen mekanik özellikleri nedeni ile geniş bir kullanım alanına sahiptir. Yay çelikleri ise daha çok esneklikleri, yeterli yük dayanımları, kırılmaya karşı emniyetli ve yay imalatına elverişli olmaları nedeniyle tercih edilmektedir. Bu çelikler, yük altında elastik değişikliğe uğrayıp yükün kaldırılması ile birlikte eski durumuna gelebilmektedir. Sertlik, tokluk veya çekme dayanımı gibi mekanik özellikleri iyileştirme amacıyla yüksek karbon içeriğinin yanı sıra diğer alaşım elementlerini de içerebilirler [3]. Soğuk haddelenmiş ıslah ve yay çelikleri, üstün malzeme ve kullanım özellikleri sayesinde hedef malzeme özelliklerinin kritik olduğu otomotiv yan sanayi, madeni eşya sanayi gibi

birçok endüstriyel alanda kullanılmakta ve ülkemizde bu hedeflenmiştir. Seçilen ıslah ve yay çeliklerinin kimyasal malzemelerin talepleri ithalat yolu ile karşılanmaktadır. bileşim sınırları ve hedef mekanik özellik aralıkları Bu nedenle, soğuk haddelenmiş ve yığın tavllanmış ıslah Tablo-1 ve Tablo-2'de gösterilmektedir. Hedef malzeme ve yay çelik kalitelerinin yerli üretilebilirliği; ithal ürün özelliklerinin belirlenmesinde 51CrV4, C45 ve C67 ikamesi olmak yoluyla ülkemiz cari açığının kaliteler için ilgili standartlardan faydalanılmıştır [5,6]. kapatılmasına katkı sağlanması, yurt içi otomotiv BorCrV_HY ve BorCrV_HE kaliteleri için hedefler sektörünün ve birçok kullanıcı sektörün tedarik otomotiv yan sanayi-debriyaj seti baskı diski hammadde sorunlarına çözüm getirilmesi ve gerektiğinde spesifikasyonları ve diğer teknik spesifikasyonlara göre komponent uygulama alanına göre üretim oluşturulmuştur.

Soğuk haddelenmiş ve yığın tavllanmış yüksek karbonlu çelikler, ülkemiz otomotiv yan sanayi tarafından debriyaj seti veya emniyet kemeri gibi araç emniyet uygulama alanları içerisinde yer alan komponentlerin üretiminde kullanılabilmektedir. Diğer yandan, mobilya imalat sistemlerinde ihtiyaç duyulan güvenli birleştirme parçaları ve iş güvenliği ekipmanları içinde yer alan parçalar gibi birçok madeni eşya da yüksek karbonlu çelik kalitelerinden üretilebilmektedir. Borçelik Çelik San. Tic. A.Ş.'den düşük karbonlu sac tedarik etmekte olan otomotiv yan sanayii ve diğer metal eşya üreticisi firmaların 2015 Aralık ayında katıldığı bir pazar araştırması anketine göre (Toplam 24 adet firma anketi katılmıştır.); tonaj bazında yüksek karbonlu çelik ithalatı ağırlıklı olarak otomotiv yan sanayi tarafından gerçekleştirilmekte ve yüksek karbonlu çelik sınıfından 51CrV4, 58CrV4, C60 ve C45 çelik kaliteleri tercih edilmektedir [4]. Anket sonuçlarının çelik kalitesi ve kullanıcı sektör bazında dağılımı aşağıda Şekil-1'de sunulmuştur.



Şekil 1- ıslah ve yay çeliği tüketim oranları

3. Çalışma Prosedürü

3.1 Hedef Malzemeler ve Malzeme Özelliklerinin Belirlenmesi

Yerli otomotiv/metal eşya komponent üretici talepleri ve yukarıda bahsedilen pazar araştırması anket sonuçları baz alınarak C45E ıslah çeliği kalitesi ve C67S, 51CrV4, BorCrV_HY ve BorCrV_HE yay çeliği kaliteleri çalışma kapsamına alınmıştır. Çelik kalitelerinin seçiminde pazar talepleri yanı sıra üretim gücü dikkate alınmıştır. ıslah öncesinde dilimlenmekte ve maksimum 600 mm ve yay çeliği kalitelerinden yüksek mukavemet nedeniyle genişlikte dar bantlar halinde soğuk haddelenmektedir. Haddemeleme tipi tandem olup şerit haddemeleme ve seçilmeyen ve üretimi nispeten daha kolay olan birçok ardından tavlama işlemi döngüsü sacda hedef kalınlığa çelik kalitesinin üretilebilirliğinin garanti altına alınması

Tablo-1 Çalışma Kapsamına Alınan Çelik Kaliteleri- Kimyasal Bileşim Sınırları

Çelik Kalite	% Kütle								
	C	Si	Mn	P maks.	S maks.	Cr maks.	Mo maks.	V	Ni maks.
C45E	0,42-0,50	0,40 maks.	0,50-0,80	0,035	0,035	0,40	0,10	-	0,40
C67S	0,65-0,73	0,15-0,35	0,60-0,90	0,025	0,025	0,40	0,10	-	0,40
51CrV4	0,47-0,55	0,15-0,35	0,70-1,10	0,025	0,025	0,40	0,10	0,10-0,25	0,40
BorCrV_HY*	0,40-0,55	-	-	-	-	-	-	-	-
BorCrV_HE*	0,40-0,55	-	-	-	-	-	-	-	-

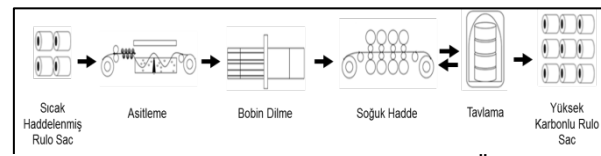
a: BorCrV_HY ve BorCrV_HE isimlendirmeleri bu bildiri için oluşturulmuş olup marka veya ticari isim teşkil etmemektedir. Bu kalitelerin kimyasal sınırlamaları gizlilik nedeniyle eksik sunulmuştur.

Tablo-2 Çalışma Kapsamına Alınan Çelik Kaliteleri- Mekanik Özellik Şartları

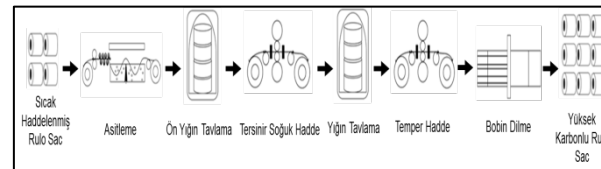
Çelik Kalite	Tavllanmış ve Temper Haddelenmiş Teslim Koşulu Mekanik Özellik Sınırlamaları			
	Akma Muk. (MPa) maks.	Çekme Muk. (MPa) maks.	Uzama A80 % min.	HRB maks.
C45E	455	570	18	90
C67S	510	640	16	92
51CrV4	550	700	13	94
BorCrV_HY	560 (min.)	800	8	100
BorCrV_HE	-	800	16	100

3.2 Önerilen Üretim Yöntem ve Teknolojisi

Soğuk haddelenmiş ve yığın tavllanmış ıslah ve yay çeliği kaliteleri için yabancı çelik üreticilerinde yaygın olarak kullanılan üretim zinciri Şekil-2'de, bu çalışmada önerilen ve uygulan üretim akışı ise Şekil-3'te gösterilmektedir.



Şekil-2 Yüksek Karbonlu Çeliklerin Yaygın Üretim Akışı



Şekil-3 Yüksek Karbonlu Çelikler için Önerilen ve Uygulanan Üretim Akışı

ulaşılan kadar tekrarlanmaktadır. Dar banttandır üretim altında tutmak için iş ve ara merdanelerini eğme veya yapma ve tekrarlı hadde-tav prosesleri kaydırma gibi uygulamalar da deneme üretim nedeni ile düşük tonajlı üretim yapılabilir. Sürekli prosedürüne dahil edilmiştir.

haddeleme ile dar bant formunda üretimdeki teknolojik yetersizlik nedeniyle hedef sac kalınlık dağılımı garanti edilememektedir.

Borçelik'te uygulanan yöntemde ise bobin orijinal önem taşımaktadır. Tav çevriminin farklı tedarikçilerden genişliğinde haddelenmekte, bu sayede 1000 mm edinilen hammaddeler özelinde, haddeleme sonrası üzerinde sac üretilebilmekte ve ürün ebat avantajı deforme olan mikroyapının tekrar kristalize etme tavı sağlanmaktadır. Soğuk haddeleme için tersinir hadde uygulanarak yeniden düzenlenmesini sağlayacak kullanılmakta, hedef kalınlığa geniş ebatta tek biçimde ve hedef ürün özelliklerine (hedef mikroyapı, haddeleme operasyonunda ulaşılmakta, yüksek tonajda mekanik özellikler, dekarbürizasyon derinliği, vb.) göre üretim yapılabilir, üretkenlik ve maliyet avantajı modellenmesi gerekmektedir. Sıfır noktası deneme sağlanmaktadır. Tersinir hadde ile hedef sac kalınlık üretimleri için hedef kalite, sac kalınlık, bobin ağırlığı ve dağılımı garanti edilebilmekte ve hatta entegre kalınlık tav ünitesinde bobin konumuna göre değişir biçimde; dağılımı kontrolü (X-ray) yapılarak takip edilmektedir. 650-750 °C bekleme sıcaklığı aralığında, ısıtma, Soğuk haddeleme ile hedef kalınlığa ulaşıldıktan sonra bekleme ve soğuma süreleri toplam 15-35 saat olan tavlama işlemi uygulanmaktadır. Ayrıca, hedef çelik değişken tav çevrimleri belirlenmiştir (Kaide yükleme kalitesine bağlı olarak soğuk haddeleme öncesi de yığın kuralları çerçevesinde toplam kaide tonajı ve kaide içi tav uygulanabilmektedir. Son olarak, yığın tavlama ebat sınıflarına uygun sıcaklık ve süre ilaveleri bobinlere temper hadde uygulanarak sacda düzlemsellik yapılmıştır. İterasyon yolu ile belirlenen farklı tav ve mekanik özellik homojenliği sağlanmaktadır. Temper çevrimleri ile, diğer bir deyişle farklı sıcaklık ve süreler hadde sonrası bobin final ebata dilinmektedir. Özetle; denenerek hedef mikroyapı ve malzeme özelliklerine Borçelik makina ve ekipmanları çerçevesinde geliştirilen ulaşımları planlanmıştır.). Alaşım içeriği daha yüksek ve böylelikle proses parametreleri yaygın hedef kaliteler için tav sıcaklığının yükseltilebileceği üretimden tamamen farklı olan bir üretim akışı öngörülmüştür. Ayrıca, soğuk haddeleme güçlüğü oluşabilecek yüksek sertlikteki malzemelere soğuk haddeleme öncesi yığın tavlama ünitelerinde ön tav yapılabileceği öngörülmüştür.

3.3 Deneme Üretim Hazırlık Çalışmaları

3.3.1 Başlangıç Deneme Üretim Parametrelerinin Belirlenmesi

Başlangıç deneme üretim parametrelerinin belirlenmesi için literatür ve mevcut çelik üretim bilgi birikiminden faydalanılmıştır. Malzeme kimyasal özellikleri, sertlik, mekanik mukavemet, giriş ve final kalınlık gibi hammadde teknik özellikleri ve üretim verimliliği hedefleri göz önünde bulundurulmuştur. Çalışma kapsamında geliştirilmesi hedeflenen 51CrV4, BorCrV_HY, BorCrV_HE, C45 ve C67 çelik kalitelerinin ilk deneme üretimleri için sıfır noktası proses parametreleri belirlenmiş ve ilgili deneme üretim aşamaları için aşağıda detaylandırılmıştır:

- **Asitleme ile Yüzey Temizleme:** Sıcak haddelenmiş yüksek karbonlu çelik hammaddelerin asitleme işlemi için mevcut yüksek mukavemetli yapısal çelik kalitelerinin hat parametrelerinin kullanılabileceği öngörülmüştür.

- **Soğuk Haddeleme:** Hammadde ebatları ve malzeme özellikleri dikkate alınarak soğuk haddelemede malzemenin mekanik işleme vereceği tepki öngörülmüştür. Yüksek karbonlu çeliklerde mukavemetin yüksek olması yüksek hadde yükleri gerektirmektedir. Çalışma kapsamında yer alan çelik kaliteleri için soğuk hadde yüklerinin 900 ton ve üzerinde uygulanması ve hat hızının 800-1000 mpm aralığında tutulması gerektiği belirlenmiştir. Düşük mukavemetli ürünlere yakın maliyetlerde üretim amaçlanarak her çevrimde bobin ebat ve kaliteye bağlı olarak 6-9 hadde pasosu planlanmıştır. Yüksek hadde yüklerinin uygulanabilmesi için giriş ve çıkış merdanelerinde yüksek gergiler gerekmektedir. Hadde yükü, gergi, redüksiyon gibi temel parametrelere ek olarak malzemenin düzlemselliğini, final kalınlık profilini kontrol

- **Temper Hadde:** Optimum hadde yükü - %uzama ilişkisinin 200-350 ton temper hadde yükü aralığında yakalanabileceği öngörülmüştür. Uygulanacak hadde yükü ve hat hızının nihai uygulama alanının gerektirdiği mekanik özellikler ve pürüzlülük değerine göre belirlenmesi planlanmıştır.

- **Bobin Kesme-Dilme:** Yüksek sertlik ve mukavemette yüksek karbonlu çelik malzemelerin bobin kesme-dilme operasyonlarında yüksek sertlikte kesme bıçakları kullanılması, hat hızının düşük karbonlu çelik operasyonlarına kıyasla daha düşük tutulması ve dilinmiş bobinlerde kalınlık profilinin takip edilmesi planlanmıştır.

3.3.2 Üretim Hattı Yetenek Analizi

Mevcut asitleme, soğuk hadde, yığın tav, temper hadde ve kesme-dilme hat kapasitelerinin deneme üretimler için belirlenen başlangıç proses parametrelerinin uygulanabilmesi için yeterliliği değerlendirilmiştir. Sıfır noktası proses parametrelerinin mevcut hat kabiliyetleri ile uyumlu ve karşılanabilir olduğu anlaşılmıştır.

3.3.3 Hammadde Temini ve Hammadde Kontrolleri

Hedef çelik kalitelerinin hammadde spesifikasyonuna ve Tablo 1'de belirtilen kimyasal sınırlamalara uygun sıcak haddelenmiş rulo saclar temin edilmiştir. Temin edilen malzemenin ilgili norma uygunluğu hammadde kimyasal analizleri, mekanik testler, bobin görsel ve boyutsal kontrolleri ile doğrulanmıştır.

3.4 Deneme Üretimler, Ürün Test-Karakterizasyon Sonuçları ve Proses Parametre Revizyonları

3.4.1 Deneme Üretim Parametreleri

Tüm deneme üretimlerin kalite bazında bobin adet ve toplam tonaj bilgileri Tablo-3'te belirtilmektedir.

Gerçekleştirilen tüm deneme üretimlerin soğuk haddelene ve yığın tav parametreleri aşağıda Tablo-4 ve Tablo-5'te verilmiştir. Asitleme ile yüzey temizleme, temper haddelene ve bobin dilme işlemleri, çalışma hazırlık aşamasında öngörülen başlangıç proses parametreleri ile gerçekleştirilmiş ve bu nedenle yüzey temizleme operasyonları ile ilgili proses detaylarına yer verilmemiştir.

Tablo 3- Deneme Üretim Kalite ve Miktar Bilgileri

Deneme Üretim No	Hedef Çelik Kalitesi	Üretilen Bobin Adeti	Toplam Tonaj
1	51CrV4	32	290
2	51CrV4	12	105
3	BorCrV_HY	10	82
4	BorCrV_HY	6	42
5	BorCrV_HY	10	73
6	BorCrV_HE	6	59
7	BorCrV_HE	6	46
8	BorCrV_HE	12	153
9	C67	18	183
10	C67	24	213
11	C45	10	125
12	C45	36	363

Tablo 4- Soğuk Haddelene Parametreleri

Deneme Üretim No	Hedef Çelik Kalitesi	Giriş Kalınlık Aralığı (mm)	Final Kalınlık Aralığı (mm)	Soğuk Hadde Üretim Parametreleri		
				Hadde Yüğü Ort. (ton)	Ort. Paso Sayısı	% Redüksiyon Aralığı
1	51CrV4	2,8-4,0	2,0-3,0	1000 ton üzeri	7	15-30
2	51CrV4	2,8-4,0	2,0-3,0	1000 ton üzeri	6	15-35
3	BorCrV_HY	2,8-4,0	2,0-3,0	1000 ton üzeri	7	15-35
4	BorCrV_HY	2,8-4,0	2,0-3,0	1000 ton üzeri	8	15-35
5	BorCrV_HY	2,8-4,0	2,0-3,0	1000 ton üzeri	8	15-35
6	BorCrV_HE	2,8-4,0	2,0-3,0	1000 ton üzeri	6	15-35
7	BorCrV_HE	2,8-4,0	2,0-3,0	1000 ton üzeri	8	15-30
8	BorCrV_HE	2,8-4,0	2,0-3,0	1000 ton üzeri	7	15-30
9	C67	1,8-3,5	0,7-1,5	900 ton üzeri	8	40-70
10	C67	1,8-3,5	0,7-1,5	900 ton üzeri	8	45-70
11	C45	1,8-4,0	0,6-1,5	900 ton üzeri	6	50-70
12	C45	1,8-4,0	0,6-1,5	900 ton üzeri	6	55-70

Tablo 5- Yığın Tavlama Parametreleri

Deneme Üretim No	Hedef Çelik Kalitesi	Ön Yığın Tav Parametreleri ^a		Son Yığın Tav Parametreleri	
		Tav Sıcaklığı Aralığı (°C)	Yığın Tav Süresi ^b (saat)	Tav Sıcaklığı Aralığı (°C)	Yığın Tav Süresi ^b (saat)
1	51CrV4	-	-	690-740	40
2	51CrV4	670-720	36	700-750	40
3	BorCrV_HY	670-720	22	670-720	22
4	BorCrV_HY	670-720	22	670-720	22
5	BorCrV_HY	670-720	20	670-720	20
6	BorCrV_HE	690-740	22	690-740	22
7	BorCrV_HE	690-740	28	690-740	28
8	BorCrV_HE	700-750	30	700-750	30
9	C67	690-740	32	690-740	32
10	C67	690-740	32	690-740	32
11	C45	-	-	700-740	36
12	C45	-	-	700-740	36

a: Soğuk haddelenebilirliği artırmak amaçlanarak yüksek mukavemetteki malzemelere soğuk haddelene öncesi ön tavlama işlemi uygulanmıştır. Ön tav verileri mevcut deneme üretimlerde sırasıyla "Ön Tav - Soğuk Hadde -Tav - Temper hadde - Dilme" üretim rotası, tabloda ön tav verileri bulunmayan deneme üretimlerde ise "Soğuk Hadde -Tav - Temper hadde - Dilme" üretim rotası izlenmiştir. b: Yığın tavlama

ünitesinde ısıtma, bekleme ve soğuma operasyonlarında geçen toplam ısıtma süresi verilmiştir.

3.4.2 Deneme Üretim Üretkenlik ve Performans Değerlendirmeleri

Deneme üretim verimliliği ve üretim performansı, metraj bazında fire oranları ve uygun bobin adedi üzerinden değerlendirilmiş ve sonuçlar Tablo-6'da belirtilmiştir.

Tablo 6- Deneme Üretim Üretkenlik ve Performans Değerlendirmeleri

Deneme Üretim No	Hedef Çelik Kalitesi	Üretilen Bobin Adedi	Toplam Tonaj	Metraj bazında Fire Oranı	Hedef Malzeme Özelliklerine Uygun Bobin Adedi
1	51CrV4	32	290	20%	16
2	51CrV4	12	105	15%	12
3	BorCrV_HY	10	82	14%	10
4	BorCrV_HY	6	42	8%	4
5	BorCrV_HY	10	73	9%	10
6	BorCrV_HE	6	59	9%	6
7	BorCrV_HE	6	46	8%	6
8	BorCrV_HE	12	153	6%	12
9	C67	18	183	8%	18
10	C67	24	213	8%	24
11	C45	10	125	7%	10
12	C45	36	363	6%	36

*Kalınlık dağılımı toleransı final ebatla $\pm 30\mu\text{m}$ şeklindedir.

3.4.3 Ürün Test-Karakterizasyon Sonuçları

3.4.3.1 Çekme Testi ve Sertlik Ölçüm Sonuçları

Çalışma kapsamında geliştirilen ürünlerin mekanik test sonuçları Tablo-7'de özetlenmiştir.

Tablo 7- Soğuk Haddelenmiş ve Yığın Tavlanmış Yüksek Karbonlu Çelik Saclar- Mekanik Test Sonuçları

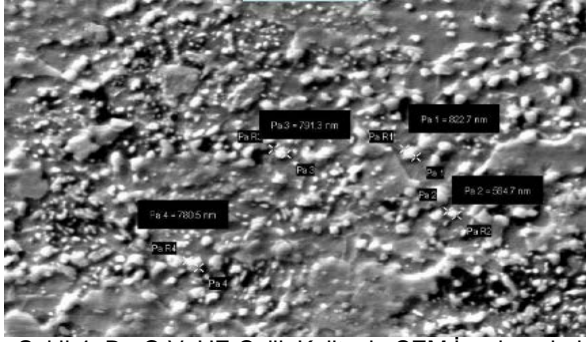
Deneme Üretim No	Hedef Çelik Kalitesi	Mekanik Test Sonuçları							
		Akma Muk. Ort (MPa)	Çekme Muk. Ort (MPa)	% Uzama Ort.	Sertlik (HRB) Ort.	Akma Muk. St. Sapma (MPa)	Çekme Muk. St. Sapma (MPa)	% Uzama St. Sapma	Sertlik St. Sapma (HRB)
1	51CrV4	605,8	732,3	16,4%	96	32,6	40,4	1,0%	3,9
2	51CrV4	441,0	601,2	20,7%	90	24,4	22,6	1,7%	1,8
3	BorCrV_HY	641,9	778,9	13,4%	98	27,9	25,1	0,9%	1,0
4	BorCrV_HY	557,3	693,3	15,3%	95	55,7	34,9	2,5%	3,0
5	BorCrV_HY	640,0	742,8	13,5%	96	31,6	34,4	3,4%	1,3
6	BorCrV_HE	470,7	636,3	19,2%	93	27,5	21,6	1,1%	3,0
7	BorCrV_HE	399,3	583,1	21,9%	83	26,0	19,9	0,8%	3,0
8	BorCrV_HE	396,8	551,9	23,3%	83	22,6	14,7	2,0%	1,2
9	C67	434,9	554,3	25,8%	85	28,4	20,8	3,0%	4,0
10	C67	453,4	665,9	26,5%	86	24,5	13,8	1,7%	2,2
11	C45	388,8	506,6	25,0%	76	19,0	12,2	0,7%	3,0
12	C45	360,5	509,9	25,3%	74	18,8	12,8	2,1%	4,5

3.4.3.2 Mikroyapı İncelemeleri

Deneme üretim çıktısı saclardan alınan numuneler ile yapılan mikroyapı analizlerinde çelik iç temizliği, tane boyutu uygunluğu, dekarbürizasyon derinliği ve karbür boyutları incelenerek standart veya ilgili teknik spesifikasyona uygunluk değerlendirilmiştir. Her deneme üretim sonrası yeni deneme üretim proses parametrelerinin planlanma sürecinde bu mikroyapı değerlendirmelerinden faydalanılmıştır.

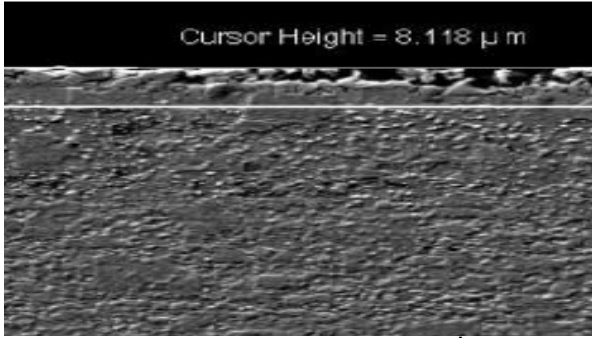
Çalışma kapsamında yer alan, final ürün rotası ve parametreleri ile üretilmiş tüm çelik kalitelerinde yapılan mikroyapı incelemeleri (SEM) ve karbür boyutu tayinleri sonucunda karbür boyutunun spesifikasyonlara uygun olduğu görülmüştür. Şekil 4'te BorCrV_HE çelik kalitesi sacdan alınan numunelerde karbür boyutunun (<2 μm)

tayin edildiği mikroyapı inceleme çalışmalarından bir görüntü sunulmuştur.



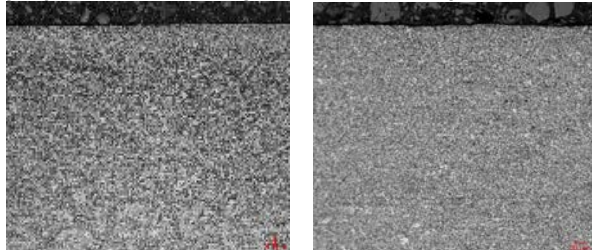
Şekil 4- BorCrV_HE Çelik Kalitesi –SEM İncelemeleri-Karbür Boyutu Tayini

Final ürün rotası ve parametreleri ile üretilmiş tüm çelik kalitelerinde yığın tav sonrası dekarbürizasyon derinliği (<10 µm) tayin edilmiş ve yukarıda bu mikroyapı inceleme çalışmalarından örnek bir görüntü sunulmuştur.



Şekil 5- 51CrV4 Çelik Kalitesi –Mikroyapı İncelemeleri- Dekarbürizasyon Derinliği Ölçümü

Şekil-6'da final üretim parametreleri ile üretilmiş C67 ve 51CrV4 kalite malzemelerin karakterizasyon çalışmalarından örnekgörüntüler sunulmuştur.

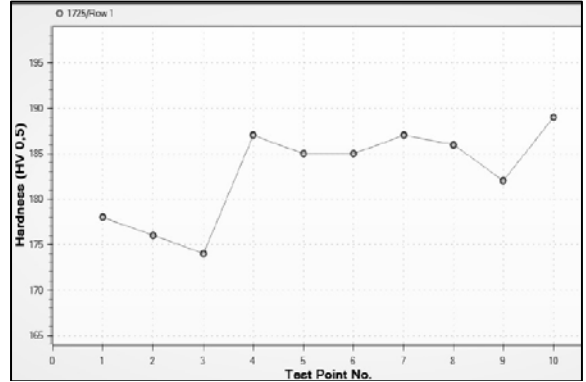


Şekil 6- 51CrV4 Çelik Kalitesi (sol) ve C67 Çelik Kalitesi (sağ) Mikroyapı Görüntüleri

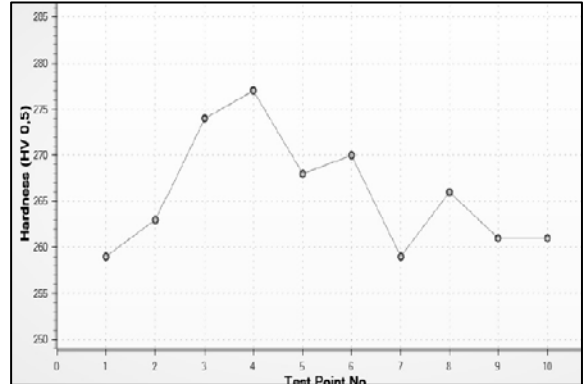
Mikron mertebesinde hassasiyet ile çukur oluşturularak, lokal sertlik dağılımının incelenmesi, sonuçlara bağlı olarak soğuk deformasyon miktarının ve tav koşullarının uygunluğunun mikroyapı ile ilişkilendirilebilmesi için BorCrV_HY ve BorCrV_HE numunelerde mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. Sonuçlar Şekil-7 ve 8'de gösterilmiştir.

BorCrV_HE ve BorCrV_HY kalitelerin yüksek mekanik özellikleri ile paralel biçimde BorCrV_HY mikrosertlik ölçüm sonuçları yüksek çıkmıştır. Ölçülen sertlik değerleri, mikroyapı dağılımında BorCrV_HE kalitesine kıyasla daha yüksek martensit bulunduğuna işaret etmektedir. Ayrıca her iki grafikte de zirve noktaların

daha sert fazların ve karbürlerin yerel olarak kümelendiği bölgeleri, sertliğin aniden azaldığı noktaların ise uygulanan tav işlemine bağlı olarak karbürlerin küreselleştiği veya daha yumuşak fazların bulunduğu bölgeleri gösterdiği öngörülmektedir.



Şekil 7-BorCrV-HE Kalite Mikrosertlik Dağılımı



Şekil 8-BorCrV-HY Kalite Mikrosertlik Dağılımı

3.4.4 Deneme Üretim Parametre Revizyonları

Çalışma kapsamında ele alınan çelik kalitelerinin ilk deneme üretimlerinde hazırlık aşamasında belirlenen başlangıç proses parametreleri uygulanmıştır. Sonraki deneme üretimler için proses parametresi revizyon gerekliliği ilk deneme üretimlerde kullanılan hammaddenin özellikleri ile beraber kimyasal, mekanik ve termal işlemlere verdiği tepkilere ve hedef çelik kalitesinden beklenen malzeme özelliklerinin karşılanma düzeyine göre belirlenmiştir. Proses parametresi revizyon gerekliliği oluşan durumlarda, sonraki deneme üretimler için yeniden reçete oluşturularak devam edilmiştir. Revizyon gerekliliği oluşmayan durumlarda ise farklı tedarikçilerin hammaddeleri ile benzer sonuçlar elde edilebilmesi, farklı parçaların teknik spesifikasyonlarına uygun malzeme geliştirilmesi, proses varyasyonlarının azaltılması, komponent üretim performansı test edilerek sektör talepleri doğrultusunda daha hassas mekanik özellik aralıklarında ürün geliştirilmesi ve üretim verimliliğinin artırılması gibi iyileştirme alanlarına yönelik proses geliştirme çalışmaları yürütülmüştür.

- 51CrV4 Kalitesi Deneme Üretim Değerlendirmeleri ve Parametre Revizyonları: Mekanik test, boyutsal kontrol, mikroyapı, kimyasal analiz ve verimlilik analiz sonuçlarına göre deneme üretim No 1'de 32 bobinden 16'sı hedef malzeme özelliklerini karşılamıştır.

Hammadde kalınlık deęişkenlięi ve düşük redüksiyon Deneme üretim No 6, 7 ve 8'de sırasıyla %9, %8 ve %6 nedeniyle kontrolü güçleşmiş ve üretilen miktarın metraj oranında, bobin baş son kalınlık tolerans harici metrajlar bazında %20'si fire olmuştur. Kayıpların nedenleri göz nedeniyle üretim firesi oluşmuştur. Rotaya ilave edilen önünde bulundurulurak, deneme üretim No 2'de daha ön tav aşaması, uygun tavlama profiline daha hassas dar toleransta hammadde ile çalışılmıştır. Ayrıca yüksek yaklaşılması ve daha uzun tav süreleri uygulanması mukavemetli 51CrV4 malzeme ön tav ile sayesinde fire oranları düşürülebilmektedir. Aynı nedenle, yumuşatıldıktan sonra soğuk haddelenmiş ve soğuk haddedeleme daha az paso ve daha düşük redüksiyon haddede daha yüksek redüksiyon oranları uygulanarak final kalınlığa ulaşılabilmiştir. Ayrıca, uygulanmıştır. Ön tav rotası ile asitlenmiş çelik sacın tavlama profilinin, çekme testi- %uzama etkisi tavlanaarak düzensiz ve laminar halde katılmış karbür incelenmiş ve sıcaklık-süre artırılarak uzama ortalaması bileşenlerinin küreselleştirilmesi ve böylece malzeme artırılmıştır.

yumuşatılıp, yüksek hadde yüklerinin düşürülmesi, baş-son kalınlık tolerans dışı metrajların kabul edilebilir - **C67 Kalitesi Deneme Üretim Deęerlendirmeleri ve seviyeye getirilmesi sağlanmıştır. No1 ve No2 deneme Parametre Revizyonları:** Deneme üretim No 9 ve 10'da üretim sonuçları beraber deęerlendirildiğinde, ön tav üretilen saclar hedef malzeme özelliklerini karşılamıştır. rotasının daha iyi malzeme %uzama ve uygun sertlik Tüm deneme üretim çıktıları mekanik testler, kalınlık deęerlerine ulaşılmasını, hedef akma/çekme ölçümleri, metalografik incelemeler, kimyasal analiz mukavemeti deęerlerinin sağlanmasını ve kalınlık sonuçları deęerlendirilerek üretilen bobinler uygun tolerans dışı bölge kayıplarının yüksek oranda soğuk haddelenmiş çelik ürünler olarak doğrulanmıştır. azaltılmasını (Fire oranı %20'den %15'e düşürülmüştür.) Deneme üretim No 9'da alınan mekanik test sonuçları sağladığı görülmüştür. No 2'de üretilen 51CrV4 kalite da standardı karşılamakla beraber, Deneme üretim No bobinlerin test ve karakterizasyon sonuçları, üretilen 10'da sonuçlarda varyasyonun daha düşük olduğu bobinlerin hedef malzeme özelliklerini karşıladığını ve görülmüştür. daha dar mekanik özellik aralığında üretim Deneme üretim No 9 ve 10'de sırasıyla %8 ve %7 oranında bobin baş son kalınlık tolerans harici metrajlar nedeniyle üretim kaybı oluşmuştur. (%8 oranı rutin ticari kalite üretimlerdeki ortalama kayıp oranına yakındır.)

- **BorCrV_HY Kalitesi Deneme Üretim Deęerlendirmeleri ve Parametre Revizyonları:** Deneme üretim No 9 ve 10'da aynı proses rotası ve Deneme üretim No 3, 4 ve 5'te üretilen BorCrV-HY kalite yakın proses parametreleri izlenmiş, farklı hammadde bobinler hedef malzeme özelliklerini karşılamıştır. tedarikçileri ile eşdeęer üretim performansına ulaşılması Üretilen bobinlerin büyük çoğunluğu; mekanik testler, hedeflenmiş ve başarı sağlanmıştır. Ayrıca, sac fireleri kalınlık ölçümleri, metalografik incelemeler, kimyasal ve proses varyasyonları azaltılmış, daha iyi %uzama analiz sonuçlarına bakılarak ilgili teknik spesifikasyonu oranları elde edilmiş ve yığın tavda bobin atamaları karşılayan uygun soğuk haddelenmiş çelik ürünler kolaylaştırılarak toplam deneme üretim süresi (dolayısı olarak doğruhanmıştır. ile enerji sarfiyatı) düşürülmüştür. Geliştirilen başlangıç Deneme üretim No 3, 4 ve 5'te sırasıyla %14, %8 ve %9 proses parametreleri uygun bulunmuş ve deneme rotası oranında bobin baş son kalınlık tolerans harici metrajlar parametrelerinde revizyon gereklilięi oluşmadığı teyit nedeniyle üretim firesi oluşmuştur. Üretim akışında ön edilmiştir.

tav aşamasının yer alması ve tav çevriminin daha hassas modellenmesi sayesinde, kayıp miktarları - **C45 Kalitesi Deneme Üretim Deęerlendirmeleri ve azaltılmıştır. Nispeten yüksek akma mukavemeti ve Parametre Revizyonları:** Deneme üretim No 11 ve düşük uzama hedeflenerek, BorCrV_HY kaliteleri daha 12'de üretilen C45 saclar hedef malzeme özelliklerini düşük sıcaklık aralığında ve daha kısa süre ön tava ve karşılamıştır. Üretilen bobinlerin tamamı; mekanik aynı şekilde son tava tabi tutulmuştur. Ön tav ve son testler, kalınlık ölçümleri, metalografik incelemeler, tavda aynı ısıl işlem profilinin uygulanması, hedeflenen kimyasal analiz sonuçlarına bakılarak deęerlendirilmiş nihai mikroyapıya yönelik ısıl işlem parametrelerinin ve ürünler doğrulanmıştır. C45 çelik kalitesinin C67 geliştirilmesinin yanı sıra; her yığın tav ünitesine en fazla kalitesine kıyasla daha düşük mekanik özellik üç adet bobin yerleştirilebilmesi itibarıyla üretimin hem beklentileri olmasına bağlı olarak ön tav gereksinimi ön tav hem son tav aşamasındaki bobinlerin aynı yığın olmaksızın haddelenebileceęi öngörülmüş ve C45 tav ünitesine atanabilmesi ve bu sayede üretim deneme üretim rotasında ön tav uygulanmamıştır. verimlilięinin artırılması sağlamıştır. Ayrıca, BorCrV_HY Deneme üretim No 11 ve 12'de sırasıyla %7 ve %6 denemeleri boyunca proses varyasyonunun azalan oranında bobin baş son kalınlık tolerans harici metrajlar eğilim göstermesi ve başlangıç deneme üretime kıyasla nedeniyle üretim kaybı oluşmuştur. (%6 oranı rutin ticari daha iyi malzeme %uzama oranları elde edilmesi, kalite üretimlerdeki ortalama kayıp oranının altındadır.) üretim parametrelerinin daha hassas belirlendięine Deneme üretim sonuçları beraber deęerlendirildiğinde, işaret etmektedir. farklı tedarikçi hammaddesi ile yakın sonuçlar elde edilebildięi, sonuçlarda varyasyonun daha düşük olduğu

- **BorCrV_HE Kalitesi Deneme Üretim Deęerlendirmeleri ve Parametre Revizyonları:** Geliştirilen başlangıç proses parametreleri uygun Deneme üretim No 6, 7 ve 8'de üretilen BorCrV_HE bulunmuş ve deneme rotası parametrelerinde revizyon kalite bobinler ilgili otomotiv yan sanayi gereklilięi oluşmadığı teyit edilmiştir. spesifikasyonundaki hedef malzeme özelliklerini karşılamıştır. Üretilen bobinler, mekanik testler, kalınlık ölçümleri, metalografik incelemeler, kimyasal analiz sonuçlarına bakılarak hedef malzeme özelliklerini karşılayan, uygun soğuk haddelenmiş çelik ürünler Deneme üretimlerde üretilen ve malzeme olarak doğrulanmıştır. karakterizasyon süreçlerinde hedef ürün özelliklerini

karşılıdığı teyit edilen soğuk haddelenmiş ve yığın tavllanmış yüksek karbonlu çelik saclar ile bu sacları kullanan üreticilerin sahalarında komponent deneme üretimleri ve saha performans testleri gerçekleştirilmiştir. Final ürün rota ve parametreleri ile üretilmiş 51CrV4, C67, BorCrV_HY, BorCrV_HE saclar kullanılarak gerçekleştirilen araç emniyet komponenti (debriyaj seti-metalik disk, baskı diskleri, emniyet sistem parçaları, vb.) saha performans testleri başarılı sonuçlanmıştır. Sahasında test gerçekleştirilen çelik kullanıcısı bir firmanın parça basımını kolaylaştırması nedeniyle BorCrV_HE saclarda %uzama değerinin artırılması beklentisine bağlı olarak yapılan deneme üretim parametre revizyonları (tav sürelerinin uzatılması) ile başarılı test sonuçları yanı sıra sektör memnuniyeti hedeflerine ulaşılmıştır. C45 kalite saclar kullanılarak yapılan madeni eşya deneme üretim performans testleri başarıyla sonuçlanmıştır. Madeni eşya (iş güvenliği ekipman üretimi, vb.) üreticisi firmadan geliştirilen malzemenin ticari üretim aşaması için hazır olduğuna yönelik geri bildirim alınmıştır. Parça üretim denemeleri yanı sıra C45 ve C67 saclar metal kesme-dilme denemeleri gerçekleştirmek amacıyla çelik servis merkezlerine gönderilmiş, levha ve dilinmiş bobin üretimleri başarıyla sonuçlanmıştır.

Kaynaklar

- [1]Kılıçaslan İ., Çelik Sektöründe Yapısal Dönüşüm, T.C. Bilim Sanayi Ve Teknoloji Bakanlığı Verimlilik Genel Müdürlüğü-Anahtar Dergisi, 334, s. 4-5, Ekim 2016.
- [2]Çınar E., Tasarımda Malzeme Seçimi, s. 24-25, 2007, Ankara.
- [3]Aydın M., Çelik Malzemeler, s. 200-202, 2015.
- [4]Borçelik Çelik San. Tic. A.Ş., 2015 Pazar Araştırmaları Raporu (Yayınlanmamış)
- [5]British Standards Institution, 2000, *Cold Rolled Steel Strip for Heat Treatment-Technical Delivery Condition-Part 3: Steels for quenching and tempering* (BS EN 10132-3:2000)
- [6]British Standards Institution, 2000, *Cold Rolled Steel Strip for Heat Treatment-Technical Delivery Condition-Part 4: Spring steels and other applications* (BS EN 10132-3:2000)

3.4.6 Final Üretim Rotası ve Üretim Parametrelerinin Tespit Edilmesi

Ürün karakterizasyon ve komponent deneme üretim süreçleri başarıyla tamamlanan, proses maliyetinin en düşük ve üretim verimliliğinin en yüksek olduğu deneme üretilere ait üretim rota ve parametreleri tespit edilmiştir. Bu rota ve parametreler, ilgili yüksek karbonlu çelik kalitesine ait final üretim rotası ve parametreleri olarak sabitlemiş ve kurumsal hafızaya alınmıştır.

4. Sonuç

Bu çalışmada, ithal ürünlere rakip fonksiyonellikte, prosesleri öz mühendislik imkanları ile geliştirilmiş ve yurt içi talebi karşılamaının yanı sıra yurt dışı pazarlarda da yer alabilecek nitelikte yüksek karbonlu çelik kalitelerinin yerli üretimi gerçekleştirilmiştir. Soğuk haddelenmiş ve yığın tavllanmış yüksek karbonlu çelik kalitelerinin proses rota-parametre geliştirme faaliyetlerine, test ve karakterizasyonuna yönelik bilgi ve tecrübe kazanılmıştır. Çalışmanın tamamlanması ile beraber ürün validasyonu gerçekleştirilmiş, yerleştirilmiş ve yüksek ihrac potansiyeline sahip ürünlerin elde edilmiş olmasının yanı sıra; bu ürünlerin yüksek üretkenlik, düşük proses varyasyonu ve düşük maliyetle üretim bilgi ve tecrübesi edinilmiştir. Tüm kalitelere ait nihai uygulama bazında ele alınan üretim rota ve parametreleri ve ürün özellikleri kayıtlı tutularak kurumsal hafızaya kazandırılmış olup çelik sektörü ve çelik tüketici sektörlerin ihtiyaçları doğrultusunda kullanıma hazır durumdadır. Gelecek çalışmalarda, mevcut durumda ithal edilmekte olan diğer yüksek karbonlu çelik kalitelerinin bu çalışmada aktarılan metodoloji ve yetkinliklerden faydalanılarak geliştirilmesi ve ticari ölçekte üretimi planlanmaktadır.

EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF SOFC WITH DIRECT METHANOL AT DIFFERENT TEMPERATURE AND CONCENTRATION

F. Yucel^{1a}, S. Celik^{2b}
^{1,2}Nigde Omer Halisdemir University, Nigde, Turkey
^afethiycl@gmail.com, ^bscelik@ohu.edu.tr

Abstract

Fuel cells are electrochemical power generation devices. There are many kinds of fuel cells. Beside pure hydrogen, solid oxide fuel cells (SOFCs) can use synthesis gas or hydrocarbons as a fuel and can produce directly electrical energy. In this study, the performance of membrane electrode assembly (MEA) under hydrogen and methanol fuel which directly fed to the anode electrode was studied. Also Solid oxide fuel cell (SOFC) operation at different temperatures and different methanol concentrations was investigated. We observed that the SOFC with pure methanol has more power density than hydrogen at 800 °C. Because of more hydrogen concentration in methanol compared to hydrogen fuels in the same amount hydrocarbon fuels. In addition, the power density of SOFC with pure methanol has been observed to increase with increased temperature from 700 °C to 800 °C.

Keywords: Methanol, SOFC

1. Cell Fabrication

MEA was prepared at Nigde University Laboratory by using yttria stabilized zirconia (YSZ) electrolyte and NiO YSZ and Sr-doped lanthanum manganite (LSM) as anode and cathode material respectively. Cell fabrication procedures were detailed in our previous works [1,2]. Fabricated cell has large size of 81 cm² active area yttria stabilized zirconia (YSZ) based electrolyte supported cells fabricated with tape casting, screen printing routes and an experimental set up is performed to measure the performance of a cell as seen in Figure-1.

2. Experimental Study

Experimental setup developed for measurement is shown schematically in Figure 1. The system consists of an in-house built SOFC cell, methanol and hydrogen tank, an electronically controlled peristaltic pump, air pump, digital flow meters for both methanol and air, a pre-heater to control temperature of methanol, a compucell (Arbin instruments, USA) fuel cell test station.

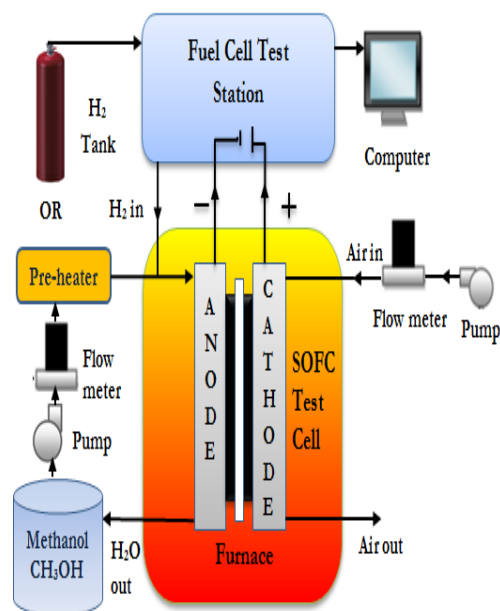


Figure 1. The schematic diagram of direct methanol solid oxide fuel cell experimental setup.

3. Experimental Results



Figure 2. The anode layer of SOFC after experimental study.

Steam carbon ratio is 3 or above which significantly prevents carbon deposits on the anode catalyst layer of SOFC. However, excessive steam rate causes deformation of Ni/YSZ in the anode layer [3]. Deformation of the anode layer occurs due to excessive vapor ratio (1M, 2M, 3M methanol) in the used cell. It can be seen clearly in Figure 2.

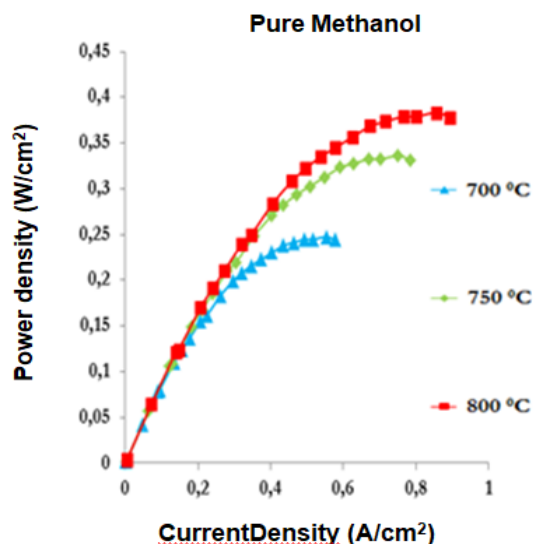


Figure 3-a. Effect of temperature on performance of MEA with pure methanol SOFC.

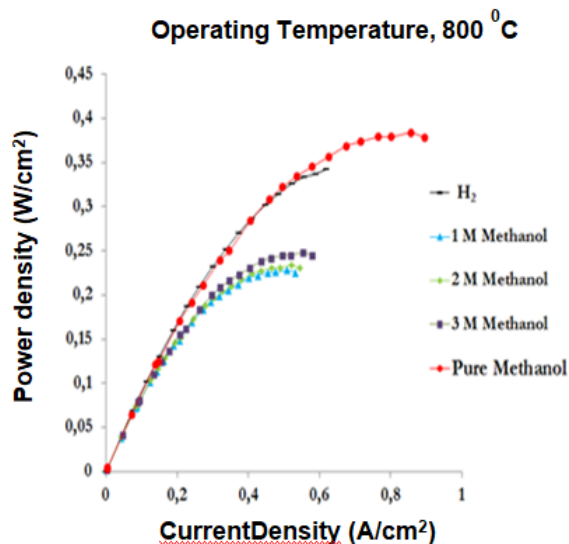


Figure 3-b. Effect of methanol concentration and hydrogen on performance of MEA at 800 °C.

Power density versus current density changes at different temperatures, constant fuel and air flow rate is presented in Fig.3-a. The performance of direct pure methanol SOFC which exhibits the highest performance is shown at 800 °C maximum operating temperature in Fig.3-a. It shows that performance of SOFC is better when temperature is increased. The cell with pure methanol as a fuel shows 247, 336 and 383 mW/cm² peak power densities at 700, 750 and 800 °C operation temperatures, respectively.

Methanol concentration is another parameter which effects performance of SOFC. Fig.3-b shows that performance of SOFC is increasing with increase of methanol molarities. However the performance of SOFC is not affected too much with changing the molarities of methanol. The best performance was obtained with 383 mW/cm² power density when used pure methanol. The

performance of SOFC with pure hydrogen with 342 mW/cm² power density was less when compared by pure methanol at 800 °C operation temperature. Power densities of about 350 mW/cm² at 800 °C were achieved with an electrolyte supported SOFC using syngas and pure (dry) methanol [4].

References

- [1] B. Timurkutluk, S. Celik, S. Toros, C. Timurkutluk, M.D. Mat, Y. Kaplan, Effects of electrolyte pattern on mechanical and electrochemical properties of solid oxide fuel cells, *Ceramics International* 38, 5651–5659, 2012.
- [2] B. Timurkutluk, S. Celik, C. Timurkutluk, M.D. Mat, Y. Kaplan, Novel structured electrolytes for solid oxide fuel cells, *Journal of Power Sources* 213, 47-54, 2012.
- [3] H. Sumi, T. Yamaguchi, T. Suzuki, H. Shimada, K. Hamamoto, Y. Fujishiro, Direct hydrocarbon utilization in microtubular solid oxide fuel cells, *Journal of the Ceramic Society of Japan* 123, 213-216, 2015
- [4] M.L. Faro, A. Stassi, V. Antonucci, V. Modafferi, P. Frontera, P. Antonucci, A. S. Arico, Direct utilization of methanol in solid oxide fuel cells, *International Journal of Hydrogen Energy* 36, 9977-9986, 2011.

THE EFFECTS OF COMPACTION AND LUBRICANT DEBINDING PROCESSES ON PHYSICAL PROPERTIES OF P/M PARTS

T/M PARÇALARIN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNE SIKIŞTIRMA BASINCI VE YAĞLAYICI GİDERME İŞLEMLERİNİN ETKİSİ

¹A.B. Baykal, ²C.G. Delibalta, ³Y. Özçatalbaş

¹Gazi Üniv., Teknoloji Fak., Metalurji ve Malzeme Müh., Ankara, Türkiye, ahmetbaykal4516@gmail.

²Gazi Üniv., Fen Bilimleri Ens., Metalurji ve Malzeme Müh., Ankara, Türkiye, cankizdelibalta@gmail.com

³Gazi Üniv., Teknoloji Fak., Metalurji ve Malzeme Müh., Ankara, Türkiye, yusufoz@gazi.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, ön karışimli Alumix-123 tozlarının yağlayıcısız ve ağırlıkça %1,5 çinko stearat yağlayıcısı ile üretilen numunelerin mekanik ve fiziksel özelliklerine sıkıştırma basıncı ve yağlayıcı giderme parametrelerinin etkisi araştırılmıştır. Karışım tozlar soğuk presleme yöntemiyle 200, 300, 400, 500 ve 600 MPa basınçlarda preslenmiştir. Kompakt numuneler 300, 350, 400, 450 °C'lerde 15'er dakika bekletilip yağlayıcı giderildikten sonra 540°'de 30 dakika sinterlenmiştir. Yağlayıcısız kompakt numunelere de aynı ısıl işlemler uygulanmıştır. Üretilen numunelerin optik mikroskop incelemeleri, SEM analizleri ve numunelerdeki yağlayıcıların farklı basınçlar altında artan sıcaklıkla birlikte termal kararlılığını anlayabilmek için TGA ve DSC analizleri yapılmıştır. Ayrıca yoğunluk ölçümleri ve sertlikleri belirlenmiştir. Deneysel bulgular, yağlayıcı içermeyen numunelerde sinter sonrası yoğunluğun 400 ve 600 MPa basınçla preslenen numunelerde daha yüksek olduğunu göstermiştir. Yağlayıcı içeren numunelerde ise sinter sonrası en yüksek yoğunluk 500 MPa basınçla preslenen numunede görülürken daha fazla artırılan basıncın yoğunluğun düşmesine neden olduğu belirlenmiştir. Ön presleme basıncındaki artış yağlayıcının tamamen giderilmesine engel olmuş ve sinter sonrası üretilen numunelerin yoğunluğunu düşürmüştür.

Anahtar kelimeler:Ön Karışimli Toz, Al-Cu Alaşımı, Toz Metalurjisi, Sıkıştırma Basıncı, Çinko Stearat

Abstract

In this study, the effect of compaction and lubricant debinding processes on the mechanical and physical properties of pre-mixed Alumix-123 powders produced with no lubricant and 1.5 wt% zinc stearate lubricant were investigated. The mixture powders were compacted at 200, 300, 400, 500 and 600 MPa by cold pressing. Lubricant-containing powders were held at 300, 350, 400, 450 ° C for 15 minutes and sintered at 540 ° for 30 minutes after the lubricant was evaporated. The same heat treatments were applied to the pressed samples without lubricant. TGA and DSC analyzes were performed to understand the thermal stability of the produced specimens and also optical microscope examinations, SEM were carried out with increasing temperature of the lubricants in the specimens under different pressures. Also densities and hardnesses of

the specimens were determined. Experimental findings have shown that the density after sintering in samples without lubricant is higher in samples pressed at pressures of 400 and 600 MPa. In the samples containing lubricant, it was determined that the highest density after sintering was observed in the sample compacted at 500 MPa. The evaporation of the lubricant is decreased by increasing the compaction pressure and by the way density of the produced sample is decreased.

Keywords:Pre-mixed powder, Al-Cu Alloy, Powder Metallurgy, Compaction Pressure, Zinc Stearate

1. Giriş

Alüminyum ve alüminyum alaşımlı T/M ürünleri karakteristik olarak düşük ağırlık-yüksek dayanım oranında sahip olduklarından rulman kapakları, ayna köşe bendi, amortisör parçaları ve pompalarının üretimi gibi birçok alanda kullanışlıdır. Bugün en fazla kullanılan yapısal T/M alüminyum alaşımlarında Al-Cu-Mg-Si alaşımı önemli bir yer tutar. Bu alaşımlar, ön karışimli veya ön alaşımlı tozlardan T/M parça olarak üretilir. T/M parça üretiminde yağlayıcı tozların kullanımı yaygındır[1,2,3,4]. Yağlayıcıların başlıca fonksiyonları, tozun görünür yoğunluğunu ve akış özelliklerini iyileştirmek, sıkıştırma sırasında düzgün ham yoğunluk için kuvvetleri eşit olarak dağıtmak ve kalıp ömrünü artırmak için gerekli sıkıştırma kuvvetlerini azaltmaktır. İdeal yağlayıcılar, tozun yüksek sıkıştırılabilirliğini muhafaza ederken, kompakt numunelerde mükemmel ham mukavemeti sağlamalı ve sinterleme sırasında ortamdan uzaklaşmalıdır[5,6,7,8]. Yağlayıcının ham yoğunluğa ve sinter yoğunluğuna etkisi bakır, alüminyum, tungsten ve demir gibi birçok elementte tespit edilmiştir[9]. T/M yağlayıcıları tipik olarak metalik stearatlar, sentetik amit mumları ve ağırlıkça % 0.5-1.5 oranında ön-karışımlara ilave edilen stearatlar ve mumların kompozit karışımlarından oluşur[5,6,10]. Stearat içeren yağlayıcıların presleme sırasında kalıptan çıkarma basıncını azalttığı ve sinterlenmiş numunelerdeki teorik yoğunluğunu arttırdığı bilinmektedir. Düşük miktarda yağlayıcı varlığı numunelerde yüksek miktarda metal-metal kontağı ve toz partiküllerinin bir arada tutulması gibi olumlu özelliklere sebep olmuştur[1,11]. Ancak gereğinden fazla yağlayıcı varlığı ve uygun olmayan yağlayıcı uzaklaştırma prosesleri yağlayıcının tamamen çözünmeden veya gaz halde kompakt parçalarda

kalmasına sebep olmaktadır. Bu durum ise üretilen T/M 200MPa basınçta sinter öncesi ve sonrası yoğunluğun parçaların fiziksel özelliklerini kötüleştirmektedir. Bu yaklaşık aynı olduğu belirlenmiştir. Bu çalışmada, ön karışimli Alumix123 tozuna ilave edilen % 1.5 çinko stearat ile yağlayıcı katkı ve katkısız olmak üzere soğuk presleme işleminin ardından sinterleme işlemi ile TM parçaları üretilmiş, numunelerin fiziksel özelliklerine sıkıştırma basıncının ve yağlayıcı giderme parametrelerine etkisi araştırılmıştır.

2. Malzeme ve Deneysel Metot

Bu çalışmada kimyasal bileşimi Çizelge 1. 'de verilen, Eckart Granulers (Almanya) tarafından üretilen Ecka Alumix123 olarak bilinen ön-karışimli alüminyum esaslı tozlar kullanılmıştır.

Çizelge.1: Derye kullanılan malzemenin kimyasal bileşimi (% ağırlık)

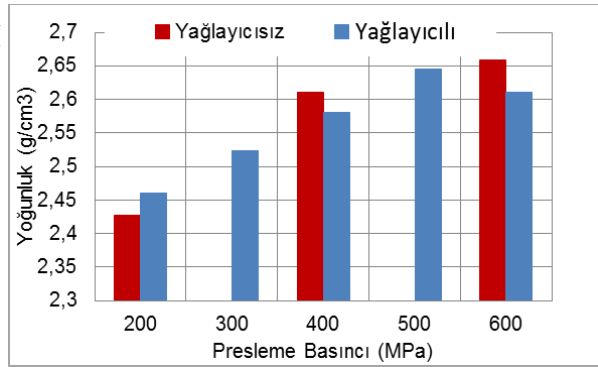
Alaşım	Al	Cu	Si	Mg
AlCuSiMg	94,3	4,5	0,7	0,5

Alüminyum esaslı ön karışimli tozlara % 1.5 çinko stearat (C₃₆H₇₀O₄Zn) yağlayıcı ilave edilerek ve edilmeden Turbula cihazında 40 dakika karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Karışım % 1.5 oranında çinko stearat yağlayıcı alüminyum esaslı tozlar 200,300,400,500,600 MPa basınçlarda soğuk olarak preslenmiştir. Yağlayıcı içermeyen tozlar ise 200,400,600 MPa basınçlarda soğuk olarak preslenmiştir. Soğuk olarak preslenen numunelerin Arşimet prensibine göre yoğunlukları ölçülmüştür. Sinterleme işlemi %99,99 saflıkta argon gaz atmosfer ortamında tüp fırın içerisinde gerçekleştirilmiştir. Fırının sıcaklığı 300°C' ye geldiğinde 15 dakika beklenmiş ve daha sonra sıcaklık 350°C' ye çıkarılmıştır. Bu işlem periyodik olarak (50°C derecelik artışlarla) sıcaklık 450°C' ye ulaşana kadar devam ettirilmiştir. 450°C' de 15 dakika bekletilmiş ve sonra sıcaklık 540°C' ye çıkarılmıştır. Numuneler 540 °C'de 30 dakika süre ile bekletilerek sinterlenmiş, daha sonra, bu sıcaklıktan aynı soğutma hızıyla oda sıcaklığına soğutulmuş fırın ortamından dışarı alınmıştır. Sinterleme sonrası yoğunluk değerleri Arşimet prensibine göre ölçülmüştür. İmal edilennumunelerin mekanik özelliklerinin tayini için mikro sertlik testleri yapılmıştır. Ölçümler Metkon MH3 marka sertlik ölçüm cihazında, Vickers ucu kullanılarak 10 kg yük uygulanarak yapılmıştır. Metalografik muayene için numuneler hazırlanmış, daha sonra % 2' lik NaOH çözeltisi ile dağlanmış ve mikroyapıları belirlenmiştir. Ön karışimli numunelerde yağlayıcıların artan sıcaklıkla birlikte termal kararlılığını anlayabilmek için TGA, DTG ve DSC analizleri yapılmıştır.

3. Deneysel Bulgular ve Değerlendirme

3.1. Yoğunluk Analizleri

Şekil 1'de presleme basıncı ve yağlayıcının sinterlenmiş numunelerin yoğunluklarına etkisi gösterilmiştir. Yağlayıcısız numunelerde sinterleme sonrası yoğunlukta belirgin bir artış mevcuttur. Artan sıkıştırma basıncıyla birlikte yoğunluk artış hızı azalmaktadır.

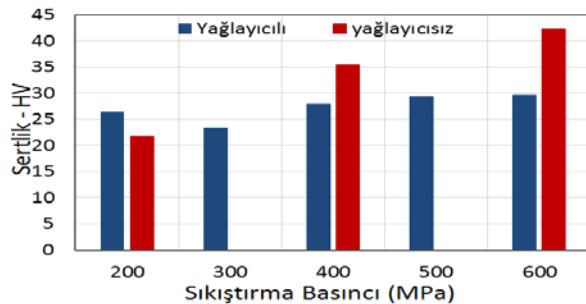


Şekil-1: Yağlayıcı ve yağlayıcısız numunelerin sinter sonrası sıkıştırma basıncı-yoğunluk ilişkisi

Yağlayıcı ilaveli preslenen numunelerde ise 500 MPa'a kadar artan basınçta sinter numunelerin yoğunluğunda lineer bir artış mevcuttur. Ancak, 600MPa basınçta preslenmiş sinterlenen yağlayıcı numunenin yoğunluğu belirgin oranda azalmıştır. 200 MPa hariç, 400 ve 600 MPa basınçlarda en yüksek yoğunluklar yağlayıcısız numunelerden elde edilmiştir. Bu durumda, sıkıştırma basıncının sinter parçaların yoğunluğunu artırdığı ancak yağlayıcı ilavesinin yoğunluk artışını olumsuz etkilediği söylenebilir.

3.2. Sertlik Ölçümleri

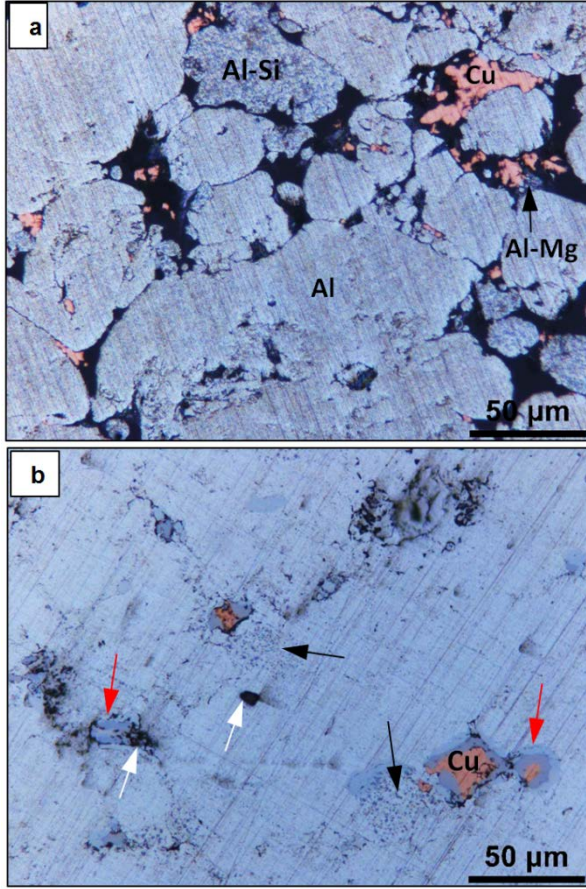
Yağlayıcı içeren ve içermeyen numunelerin sinter sonrası sertlik ölçüm değerleri Şekil-2'de verilmiştir. Numune zımba yüzeyine yakın bölgelerin sertliklerinin, numune merkezine göre daha yüksek olduğu görülmüştür. Tüm numune kesitinin ortalama sertlik değerlerine göre belirlenen verilerden, yağlayıcı numunelerin sertliklerinin sıkıştırma basıncıyla birlikte kısmen arttığı görülmektedir. Ancak sıkıştırma basıncının sertliğe etkisi belirgin değildir. Yağlayıcısız numunelerde ise artan sıkıştırma basıncıyla birlikte belirgin oranda sinter sonrası sertlik de artmıştır. Maksimum basınçta sağlanan yağlayıcısız numune sertliği, yağlayıcı numune sertliğinin %35 daha fazlasıdır. Bu durum, yağlayıcının numune yoğunluğunu düşürürken sertliğini de belirgin oranda olumsuz etkilediğini göstermektedir.



Şekil-2: Sinter sonrası numunelerin sertlikleri

3.3. Mikro Yapı Çalışmaları

3.3.1. Sıkıştırma Basıncının Yağlayıcısız Numunelerin Mikro Yapılarına Etkisi



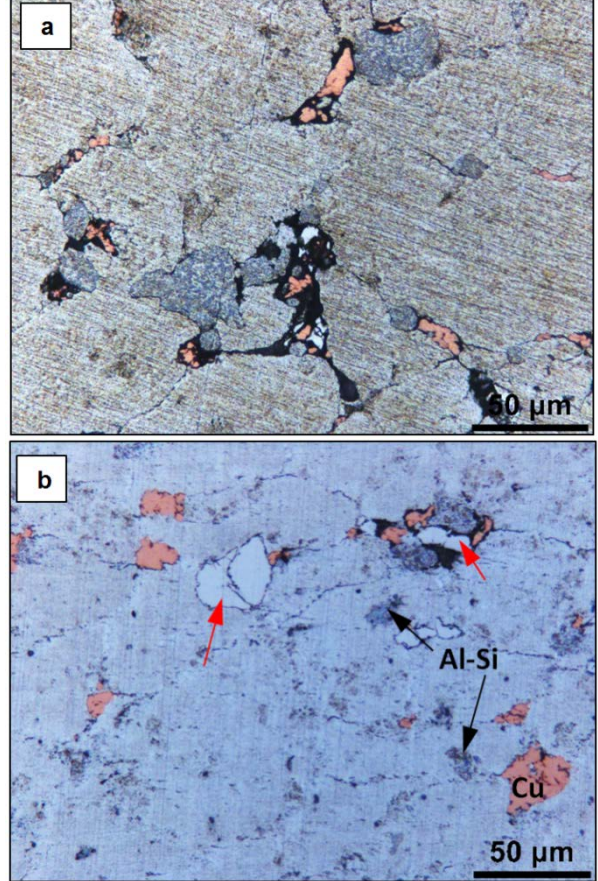
Şekil-3: Sinterlenmiş yağlayıcısız numunelerin mikro yapısı a) 200 MPa b) 600 MPa

Numunelerin mikro yapıları Şekil 3'de verilmiştir. 200 MPa'la preslenen numune yoğun gözenek içermekte ve sıkıştırma basıncının sinterleme için yeterli olmadığı görülmektedir. Ayrıca, Si ve Mg içeren ön alaşımlı tozların ve Cu tozlarının yayılmadığı açıkça görülmektedir (Şekil 3a). Si ve Mg içeren ön alaşımlı ve Cu parçacıklarının Al parçacıkları arasında yalnızca kısmi sinterleşmenin olduğu açıktır. 600 MPa basınçlı numunede ise (Şekil 3b), sinterleşmenin gerçekleşmiş olduğu gözenek yoğunluğunun çok düşük olduğu (beyaz oklarla gösterildi) ve alaşımlama için yayılımının belirli oranda gerçekleşmiş olduğu görülmektedir. Ancak özellikle Cu'ca zengin bölgeler (Kırmızı oklar) fark edilir olmak üzere Si'ce zengin bölgelerin (siyah oklar) varlığı dikkat çekicidir. Bu durum, sıkıştırma basıncının ve sinter işleminin yoğunluk ve sertlik açısından uygun kompakt malzeme oluşturmaya rağmen, alaşımlama için yeterli yayılımının sağlanmadığını göstermektedir.

3.3.2. Sıkıştırma Basıncının Yağlayıcı Numunelerin Mikro Yapılarına Etkisi

200 MPa'lık numunenin mikro yapısı Şekil 4.a'da verilmiştir. Si ve bakırca zengin partiküllerin tane sınırları çevresinde dağıldığı ve genel olarak

gözeneklerle birlikte bulunduğu görülmektedir. Bununla birlikte yağlayıcı numuneye göre gözenek oranının daha az ve sinterleşmenin çok daha iyi olduğu görülmektedir. Genellikle gözenek içinde bulunan ve beyaz renk gözükkenler ise çözünmemiş kalıntı yağlayıcı çinko stearat parçacıklarıdır (beyaz oklarla gösterildi).

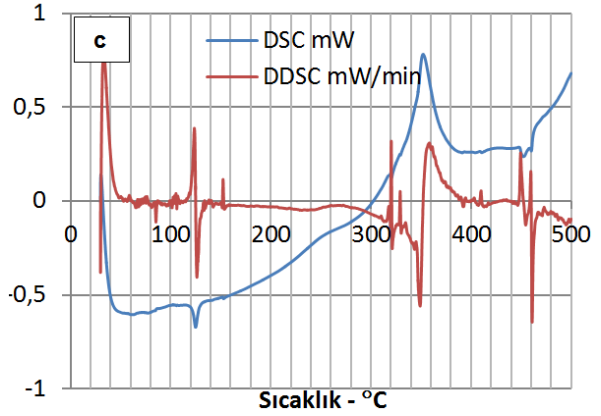
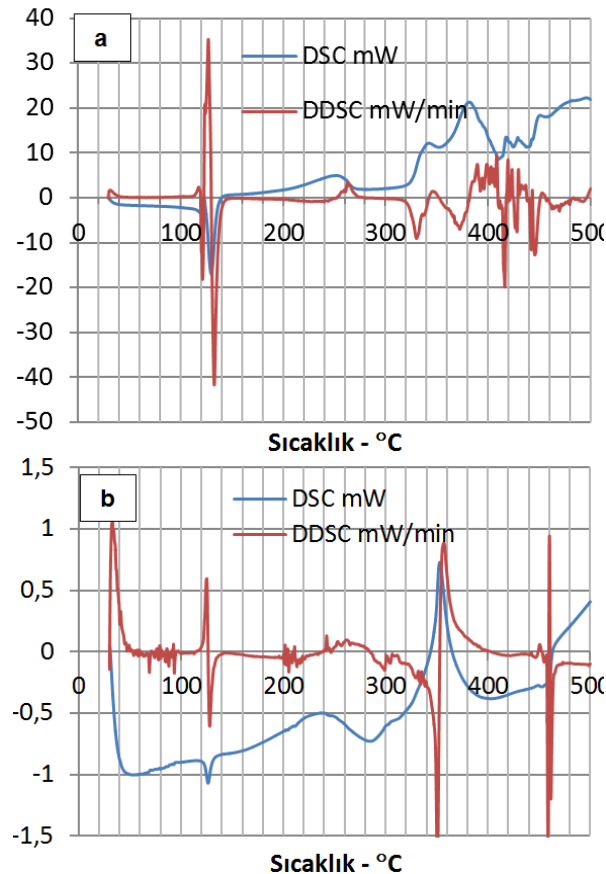


Şekil-4: Sinterlenmiş yağlayıcı numunelerin mikro yapısı a) 200 MPa b) 600 MPa

600 MPa basınçla preslenmiş sinterlenmiş numunenin mikroyapısında çözünmemiş Cu parçacıklar ve Al-Si ön alaşımlı parçacıklar belirgindir. Ayrıca beyaz renkte sınırları keskin belirgin olan çözünmemiş yağlayıcı parçacıklarda (kırmızı okla gösterildi) Al tane sınırlarında ve gözenek yoğun bölgelerde bulunmaktadır (Şekil 4b). Bu mikroyapı, yağlayıcı numunelere sinter öncesi uygulanan ve çinko stearatın kompakt numunelerden ayrılmasını sağlayacak ısı işlemlerinin yeterli olmadığını göstermektedir. Literatürde [5,6] çinko stearatın giderilmesi için tanımlanmış proseslerin uygulanmasına ve devamında sinter sıcaklığına maruz bırakılmasına rağmen numunelerde halen kalıntı yağlayıcı parçacıklar mevcuttur. Gözeneklerin bulunduğu bölgelerde de yağlayıcının yoğunlaşması, ısı işlemler sürecindeki çözünme ile oluşan gaz fazının bu bölgelerde gözenek oluşturma ihtimali mevcuttur. Bu durum ise yağlayıcı numunelerin düşük yoğunluk ve düşük sertliklerini açıklayabilir. Özellikle 600 MPa gibi yüksek basınçta sıkıştırmaya rağmen yağlayıcı numuneye göre yoğunluğun düşmesi, kalıntı yağlayıcının sinterleşmeye engel olmasına bağlanabilir.

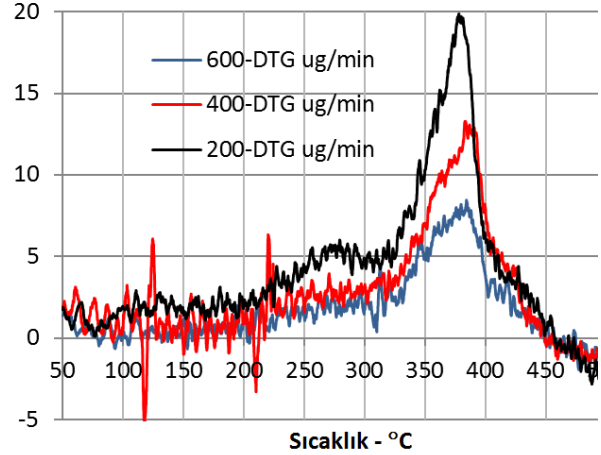
3.4. DTG VE DSC Analizleri

Şekil-5.a'da saf çinko stearata ait endotermik olarak görülen ilk pik 125°C'dedir. Bu durum katı çinko stearatın sıvı faza dönüşümünü gösterir. Bu olayın literatürde 119-121°C arasında görüldüğü bilinmektedir [12,13]. Şekil 5a.'ya göre 320°C'de görülen ekzotermik pik çinko stearatın bozunma reaksiyonunu gösterir. Muhtemel durum, 320°C civarında çinko stearatın bileşenleri bozunmaya (ayrışmaya) başlamıştır. Ayrışmanın ekzotermik bir reaksiyonla oluştuğu görülmektedir ve yaklaşık 340°C'de ikinci aşama reaksiyonla enerji açığa çıkmıştır. 380°C'a kadar artan enerji ile reaksiyon devam etmektedir. Sıvı fazdan gaz faza dönüşümde beklenen endotermik reaksiyonun tersi olması, ayrışma sürecinde enerji artışının olma ihtimalini güçlendirmektedir. Literatürde çinko stearat yağlayıcısının 278°C'de parladığı bilinmektedir [13,14]. Şekil 5b' de verilen 200MPa'da preslenen numunede de benzer sıcaklıkta yaklaşık benzer faz dönüşümleri ve reaksiyonların meydana geldiği görülmektedir. Ancak saf yağlayıcının testindeki hacimsel farklılık daha yoğun enerji değişimlerine (mW/min) sebep olmuştur. Kompakt numunelerde ağırlıkça %1,5 oranında kullanılan yağlayıcının DSC enerji değişim oranları çok daha düşük görülmektedir (Şekil 5b ve c). Şekil 5c'de verilen 600 MPa basınçta preslenen numunedeki yağlayıcının faz dönüşüm sıcaklıklarında 200MPa'lık numuneye göre belirgin fark olmasa da, sıvı faz dönüşümündeki endotermik reaksiyon sonrası yaklaşık 350°C'a maksimum seviyeye ulaşan ekzotermik reaksiyondaki düzenli artış dikkat çekicidir. Sonrasında her iki numunede de yaklaşık 460°C'de tekrar ekzotermik dönüşüm gerçekleşmektedir.



Şekil-5: Farklı basınçlarda preslenen kompakt numunelerdeki yağlayıcının sıcaklığa bağlı DSC verileri; a) Saf çinko stearat, b) 200 MPa ve c) 600 MPa

Şekil 6'da, ağırlıkça %1,5 çinko stearat yağlayıcısı içeren ve farklı presleme basınçlarında üretilen kompakt numunelerden alınan parçaların kütesel kayıp yoğunlukları ($\mu\text{g}/\text{min}$) verilmiştir.



Şekil-6: Farklı basınçlarda preslenen ağırlıkça çinko stearat yağlayıcısı içeren numunelerin DTG verileri

Yaklaşık 325°C'a kadar artan sıcaklıkla birlikte, 200, 400 ve 600MPa'da preslenen ham mukavemetteki numunelerin tamamından düşük yoğunlukta kütesel kayıp artışı olmuştur. Bu sıcaklıktan sonra yine tüm numunelerde kütesel kayıp hızı artmıştır ve her üç numune için bu artış yaklaşık 380-390 °C sıcaklık aralığına kadar devam etmiştir. Bu sürece kadar dikkat çekici husus artan basınçla birlikte sıcaklığa bağlı kütesel kayıp yoğunluğunun (hızının) azalmış olmasıdır. Zira, 380°C de en hızlı yağlayıcı çözünmesi 200 MPa'da preslenen numunede gerçekleşirken, en düşük yağlayıcı kaybı 600MPa'da preslenen numunede gerçekleşmiştir. Bu durum analizde kullanılan numune parçacıklarının yüzey alanına bağlı da değişebilmektedir. Her üç numune boyutunun ve yüzey alanının yaklaşık aynı olmasına rağmen yağlayıcı kayıp hızı sıkıştırma basıncıyla ilişkilendirilebilir. Yani, artan basınçla ham mukavemet ve yoğunluğuna ulaştırılan numunelerde, artan basınçla bağlı olarak yağlayıcının kompakt numuneden çıkış hızı azalmıştır. Yaklaşık 325-425°C sıcaklık aralığında gerçekleşen bu süreçte, 200MPa basınçlı ve nispeten düşük yoğunluklu numuneden uzaklaşan yağlayıcı miktarı, 600MPa basınçta daha

yüksek yoğunlukla üretilen numuneden daha fazla **Kaynaklar**

olmuştur. Bu durumda yüksek basınç ve yoğunlukla yağlayıcı üretilen ham mukavemetteki numunelerin yağlayıcı giderme işlemlerinde kalıntı yağlayıcı olma ihtimali artmaktadır. 500°C'a kadar artan sıcaklıkla birlikte kütleli kayıp hızı düşerek 450°C sıcaklığa kadar devam etmiştir.

4. SONUÇLAR

Alüminyum 123 ön karışimli toz kullanılarak T/M parça üretiminde, yağlayıcı ve sıkıştırma basınçlarının, T/M parçanın fiziksel özelliklerine etkilerini araştırmak amaçlı yapılan bu deneysel çalışmayla ilgili aşağıdaki sonuçlar söylenebilir;

1. Farklı presleme basıncı ile üretilen yağlayıcılı ve yağlayıcısız numunelerde sinter sonrası yoğunluk değişimi incelendiğinde, düşük presleme basıncında yağlayıcılı numune yoğunluğu yüksek, 600MPa'a kadar artan presleme basıncı ile birlikte yağlayıcısız numune yoğunluğunda artış görülmüştür.

2. Sinterleme işlemi sonucunda, düşük presleme basıncıyla üretilen nispeten yüksek yoğunluklu yağlayıcılı numunenin sertliği de aynı basınçta üretilen yağlayıcısız numuneye göre yüksektir. Ancak, artan presleme basıncıyla birlikte yağlayıcısız numune sertliklerinin yağlayıcılı numunelere oranla belirgin miktarda arttığı ve farkın %35'e ulaştığı görülmüştür.

3. Yağlayıcının yoğunluğa etkisi mikroyapı karakterizasyonu ile analiz edildiğinde, düşük basınçlı yağlayıcısız numunenin yoğun gözenek içerdiği ve sinterleşmenin oluşmadığı görülmüştür. Ancak, yüksek sıkıştırma basıncında üretilen yağlayıcısız numunelerde durum tersinedir. Yağlayıcılı numunelere göre gözenek oranı az ve sinterleşme daha iyidir. Zira, 600MPa'da preslenen numunede, özellikle gözenekli bölgelerde olmak üzere kalıntı çinko stearat parçacıklarına rastlanmıştır.

4. Serbest ve farklı basınçlardaki kompakt numunelerde mevcut çinko stearat'ın termal davranışı (DSC) incelendiğinde, kısmi farklılıklarla yaklaşık 360-380 °C aralığında sıkıştırma basıncından bağımsız çözünme reaksiyonlarının farklı enerji değişim yoğunluklarında gerçekleştiği belirlenmiştir. Ancak DTG analizinde, artan sıkıştırma basıncıyla kompakt numuneden ayrılan yağlayıcı oranının azaldığı görülmüştür. Bu durumun yüksek ham yoğunluklu T/M parçalarda yağlayıcının uzaklaştırılmasında problem olacağı söylenebilir. Dolayısıyla sinter sonrası yoğunluklarının düşmesi kalıntı yağlayıcıya bağlanabilir.

[1] Meluch, L., Warm Compaction of Alumix 123, PhD thesis, University of Birmingham, September, 2009

[2] ASM Handbook, Vol.7- Powder Metal Technologies and Applications, p:2084-2086, 1999.

[3] Mahdi A. S., Mustapa M. S., Lajis M. A., Rashid M. W. A., Effect of Compaction Pressure on Physical Properties of Milled Aluminium Chip (AA6061), International Journal of Science and Research (IJSR) ISSN (Online): 2319-7064, Malaysia, 2013.

[4] Isadarea A. D., Aremob B., Adeoyec M. O., Olawalec O. J., Shittuc M. D., Effect of Heat Treatment on Some Mechanical Properties of 7075 Aluminium Alloy, Materials Research.; 16(1), p: 190-194, Nigeria, 2013.

[5] McQuaig, K., Schade, C., Sokolowski, P., Development of a Lubricant System for Performance of Premixes, International Conference on Powder Metallurgy and Particulate Materials, p. 3.60-3.72., 2013.

[6] D. Saha, D. Apelian, Control Strategy for the De-lubrication of P/M Compacts, International Journal Of Powder Metallurgy, p:71-79, May 2002

[7] H.S. Huang, Y.C. Lin, K.S. Hwang, Effect Of Lubricant Addition On The Powder Properties And Compacting Performance Of Spray Dried Molybdenum Powders, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials 20, p:175-180, Taiwan, 2002.

[8] L.P. Lefebvre, Y. Thomas, B. White, Effects Of Lubricants And Compacting Pressure On The Processability And Properties Of Aluminum P/M Parts, Journal of Light Metals 2, USA, p:239-246, 2002.

[9] Ederer, L., The Effect Of Zinc Stearate on the Compaction And Sintering Characteristics of a Ti-6%-4%V Hydride-Dehydride Powder, Master of Science thesis, McGill University, July 1999.

[10] St-Laurent S., Thomas Y., Azzi L., High Performance Lubricants For Debinding PM Applications, P.1, 2006.

[11] ASM Handbook, Vol.7- Powder Metal Technologies and Applications, p:704-715, 1999.

[12] M. Gönen, D. Balköse, F. İnal, S. Ülkü, Zinc Stearate Production by Precipitation and Fusion Processes, V:44 p: 1627-1633, 2005.

[13] Ishioka T., Maeda K., Watanabe I., Kawauchi S., Harada M., Infrared and XAFS Study On Structure And Transition Behavior Of Zinc Stearate, Spectrochimica Acta Part A-56, p:1731 - 1737, Japan, 2000.

[14] Allan Chemical Corporation, Safety Data Sheet-Zinc Stearate, 2015.

EFFECT OF ANNEALING TEMPERATURE ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF ANODIC OXIDE THIN FILM FORMED ON Ti6Al4V

Tuncay Dikici*

*Dokuz Eylul University, Center for Fabrication And Applications of Electronic Materials, Buca, 35390, Izmir, Turkey

*Corresponding Author: E-mail address: tuncay.dikici@deu.edu.tr, tuncaydikici.35@gmail.com

Abstract

In this paper, nanostructured titanium dioxide (TiO₂) thin films were prepared by electrochemical anodization method on the Ti6Al4V substrates. The influence of annealing temperatures (500, 600, 700 and 800 °C) on the surface morphology, phase structure and mechanical properties of the TiO₂ films were investigated. The ultrasonic cleaner for 10 min. Prior to the anodizing samples were characterized by XRD, SEM and process, the samples were cleaned in a mixture of nanoindentation method. The surface morphology of the HNO₃ (70%, Sigma-Aldrich) and HF (48% solution, as-anodized exhibited more irregular on the β-phase, Sigma-Aldrich) solution for 10 s to remove the air-temperature exhibited a great influence on the surface properties of the TiO₂ films. The results indicated that the elastic modulus and surface hardness of nanostructured TiO₂ films were increased with increasing annealing temperatures.

Keywords: Ti6Al4V; electrochemical anodization; microstructure; mechanical properties; hardness.

1. Introduction

TiO₂ nanostructures (nanotubes or nanopores) have extensively studied due to their unique physical and chemical properties. They have been widely used in several practical applications, such as photocatalysis [1], solar cells [2], sensors [3], biomaterials [4] and batteries [5]. There are three main crystalline phases of TiO₂ namely anatase (tetragonal), rutile (tetragonal) and brookite (orthorhombic).

TiO₂ nanostructures with various sizes and geometrical shapes were prepared using different techniques such as template synthesis [6], sol-gel [7], hydrothermal process [8] and anodization [9]. Among these methods, electrochemical anodization is the most versatile and low costing process and morphology can be easily adjusted by the anodization parameters. Anodization in fluorides can be carried out under self-organizing conditions and can be controlled to obtain highly ordered arrays of closely packed vertically aligned tubes or pores [10]. To the best of my knowledge, this is the first time to report the effects of annealing temperatures on the mechanical properties of the TiO₂ film fabricated on the Ti6Al4V. This work may provide new insights for preparing nanostructured TiO₂ thin films.

2. Experimental details

Anodic oxidation was carried out in a 1 wt. % HF solution at a constant potential of 20 V applied to the specimens using a two-electrode system with a DC power supply. The distance between the anode and the cathode was maintained at 4 cm for all the experiments. All experiments were performed at room temperature. After anodization, the specimens were annealed at four different temperatures (500- 800°C) with a heating rate of 2°C /min for 2 h.

The crystalline phases and structures were analyzed using X-ray diffraction (XRD). The surface morphologies of the specimens were characterized by scanning electron microscopy (SEM). Nanoindentation measurements were performed with using an IBIS Nanoindentation System (Fischer-Cripps Lab. Pty. Limited, Model B, Australia) with a Berkovich indenter tip (a three-faceted pyramid) at Dokuz Eylul University, Center for Fabrication and Applications of Electronic Materials (EMUM). For the values of load below 0.5 mN, the nanohardness was measured from the Berkovich indents obtained by nano-indenter. The measurements were performed ten times for each load, thus the mean value of the elastic modulus and hardness were evaluated. Load-displacement curves were obtained in order to determine penetration depth (h), reduced elastic modulus (E) and hardness (H) of the composites as a function of the applied load. The H and E values of the coatings were obtained from the indentation curves according to Oliver and Pharr method [11].

3. Result and Discussion

3.1 XRD analysis

Herein, I have fabricated nanostructured TiO₂ thin films on the Ti6Al4V substrates in 1% HF solution at 20 V under anodization process. The effects of annealing temperature on the surface morphology, crystallization, structures and mechanical properties of the samples were investigated and discussed. Fig. 1 shows the XRD patterns of the nanostructured TiO₂ films without and with annealing at 500 °C, 600 °C, 700 °C and 800 °C for 2 h, respectively.

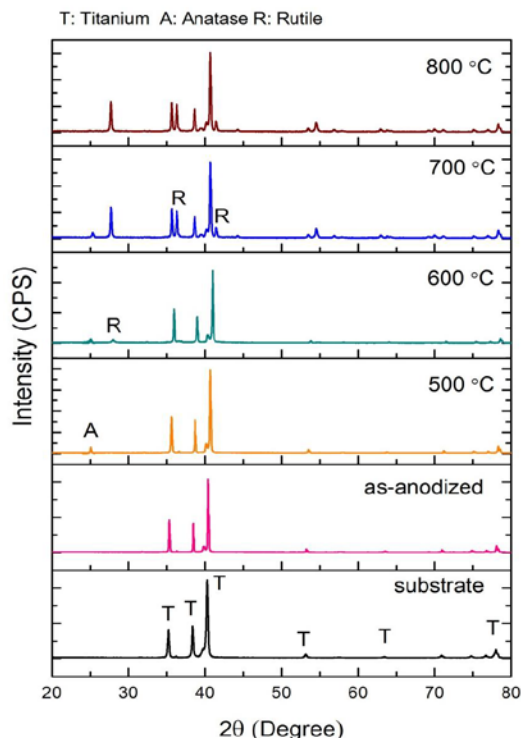


Fig. 1 XRD patterns of the samples

Annealing is one of the most widely used post-fabrication procedures which increases crystallinity of as-produced amorphous TiO₂ nanotubes and removes surface fluorine to improve cell responses [12]. The presence of Ti was detected in the as-anodized sample, indicating an amorphous phase of TiO₂. By increasing the temperature to 500 °C, the transformation of amorphous TiO₂ to anatase is completed. At 600 °C, the sample is consisted of a mixture of rutile and anatase phases. Further increasing the temperature up to 700 °C, rutile and anatase phases co-existed, in which the rutile phase was predominant while the intensity of anatase diminishes. As shown in the figure, it indicates that the anatase has transformed into rutile phase completely at 800 °C.

3.2 Surface Morphology

Fig.2 shows the surface morphologies of the nanostructured TiO₂ films before annealing and after being annealed at different temperatures. As can be seen from Fig.2a and b, it is clear that smooth and vertically oriented TiO₂ nanopores were successfully grown on the Ti6Al4V by anodizing, and the average nanopore diameters were approximately 55 nm, and length was ~300 nm. The oxide film formed on β-phase appeared nodular compared with the smooth film generated on α-phase [13]. SEM images of the TiO₂ structures annealed from 500 °C to 800 °C are shown in Fig. 2c-f. After heat treatment at 500 °C, TiO₂ nanopores had no significant influence on the surface morphology. At 600 °C, the TiO₂ structures slowly disappeared. When the annealing temperature reaches 700 °C, the surface morphology of the calcined nanotubes had an obvious change due to the growth of TiO₂ crystallites. As the annealing temperature increased up to 800 °C, the apparent microstructure of nanotubes was

completely destroyed and only dense rutile crystallites were observed.

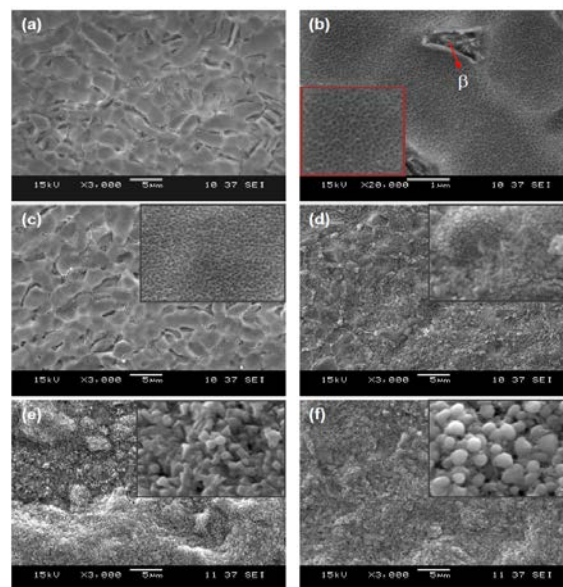


Fig. 2 SEM micrographs of: (a) nanostructured TiO₂ films before annealing and after being annealed at (b) 500 °C, (c) 600 °C, (d) 700 °C and (e) 800 °C, temperatures respectively.

3.3 Mechanical properties

Fig. 3a shows that the typical load versus displacement curve obtained from bulk fused silica as reference sample. The elastic modulus and hardness values of the fused silica were measured as 71.5 GPa and 9.14 GPa. These results are in very good agreement with common results for fused silica.

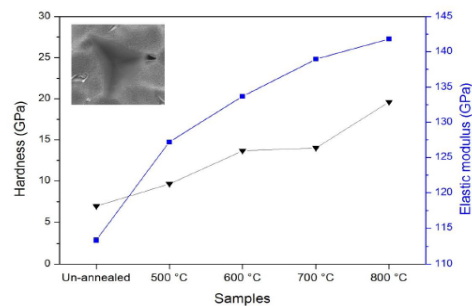
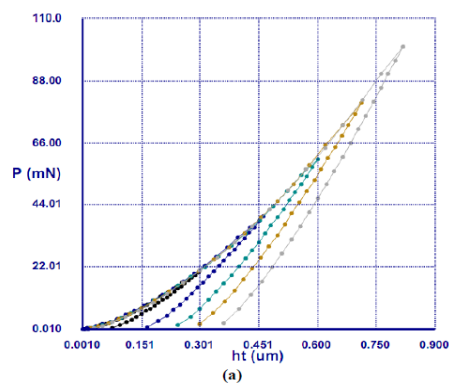


Fig. 3 (a) Typical load versus displacement curve for a calibration experiment in fused silica (b) Hardness and elastic modulus values of the samples.

In general, annealing at different temperatures may [4] S.H. Oh, R.R. Finones, C. Daraio, L.H. Chen, S.H. change the material properties, such as hardness and Jin, Growth of nano-scale hydroxyapatite using strength [16]. The elastic modulus of the films was chemically treated titanium oxide nanotubes, increased from 113.34 GPa to 141.82 GPa as annealing Biomaterials 26 (2005) 4938-4943. temperature was increased from 500 °C to 800 °C. It can be seen that nanohardness of the TiO₂ films [5] Z. Zhang, Z. Gong, Y. Yang, Electrochemical increased with increasing annealing temperature, from performance and surface properties of bare and TiO₂-9.64 GPa to 19.63 GPa in the temperature range of 500- coated cathode materials in lithium-ion batteries, J. Phys. Chem. B 108 (2004) 17546-17552. 800 °C.

4. Conclusion

Nanostructured TiO₂ thin films were successfully formed by electrochemical anodization of the Ti6Al4V [7] J.H. Jung, H. Kobayashi, K.J.C. van Bommel, S. substrates. The TiO₂ films were subsequently annealed Shinkai, T. Shimizu, Creation of novel helical ribbon and for 2h at different temperatures ranging from 500 °C to double-layered nanotube TiO₂ structures using an 800 °C. Low temperatures (below 500-600 °C) had no organogel template, Chem. Mater. 14 (2002) 1445- great influence on surface morphology and architecture 1447. of the nanopores. When the annealing temperature increases to 800 °C, the TiO₂ nanopores are completely [8] M.A. Khan, H.-T. Jung, O. Bong Yang, Synthesis and destroyed. The geometry of the nanogrooves is greatly characterization of ultrahigh crystalline TiO₂ nanotubes, affected by the HF content in the electrolyte and the J. Phys. Chem. B 110 (2006) 6626-6630. anodization voltage. The sample annealed at 800 °C, the higher average nanohardness and elastic modulus [9] Q. Cai, L. Yang, Y. Yu, Investigations on the self- were found about 19.63 GPa and 141.82 GPa, organized growth of nanotube arrays by anodic oxidization, Thin Solid Films, 515 (2006) 1802-1806. respectively.

Acknowledgement

The authors are indebted to State Planning Foundation annealing time and temperature. Chem. Phy. Lett. (DPT, Grant Number: 2009.K120600) and Dokuz Eylul 494(4), (2010) 260-263. University financial and infrastructural support for establishment of Dokuz Eylul University, Center for [11] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for Fabrication and Applications of Electronic Materials determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, J. Mater. Res. 7 (1992) 1564-1583. (EMUM) where this research was carried out.

References

- [1] R. Asahi, T. Morkawa, T. Ohwaki, K. Aoki, Y. Taga, applications of anodized TiO₂ nanostructures: a review Visible-light photocatalysis in nitrogen-doped titanium from orthopedic to stent applications, Nanosci. oxides.science, Science 293 (2001) 269-271. Nanotechnol. Lett. 4 (2012) 483-493.
- [2] S.H. Kang, J.-Y. Kim, Y.-K. Kim, Y.-E. Sung, Effects [13] E. Matykina, A. Conde, J. De Damborenea, D. M. y of the incorporation of carbon powder into Marero, M.A. Arenas,. Growth of TiO₂-based nanotubes nanostructured TiO₂ film for dye-sensitized solar cell, J. on Ti-6Al-4V alloy. Electrochimica Acta, 56(25), (2011) Photochem. Photobiol. A Chem. 186 (2007) 234-241. 9209-9218.
- [3] A.G. Mantzila, M.I. Prodromidis, Performance of [14] E. Zalnezhad, A. M. S. Hamouda, G. Faraji, S. impedimetric biosensors based on anodically formed Shamshirband, TiO₂ nanotube coating on stainless Ti/TiO₂ electrodes, Electroanalysis 17 (2005) 1878- steel 304 for biomedical applications. Ceram. Inter. 1885. 41(2) (2015). 2785-2793.

EFFECT OF CUTTING PARAMETERS OF ABRASIVE WATER JET MACHINING ON THE SURFACE QUALITY OF AlMg3/SiCp COMPOSITES

AlMg3/SiCp KOMPOZİT MALZEMELERİN AŞINDIRICILI SU JETİ İLE KESİLMESİNDE YÜZEY KALİTESİNİ ETKİLEYEN PARAMETRELERİN İNCELENMESİ

Ahmet AKSU^a, Nilhan Ürkmez TAŞKIN^b, Vedat TAŞKIN^b

^aTrakya University, Edirne, Turkey, E-mail: ahmet__aksu@hotmail.com

^bTrakya University, Edirne, Turkey, E-mail: nilhanurkmez@gmail.com

^bTrakya University, Edirne, Turkey, E-mail: vedataskin@gmail.com

Özet

Alüminyum matrisli kompozit malzemeler yapılarındaki geliştirilmesi ihtiyacını ortaya çıkarmaktadır. İleri aşındırıcı parçacıklar nedeniyle geleneksel imalat teknolojisi malzemeleri olarak bilinen Metal esaslı yöntemleri ile işlenmesi zor, özel takımlar ve ek işlemler kompozit malzemeler de bu ihtiyaca cevap vermek gerektirdiğinden yüksek maliyetlidir. Bu çalışmada, son üzere üzerinde çalışılan, üstün özellikler ve performans zamanlarda teknik ve ekonomik üstünlükleri öne çıkan sergileyen malzemelerdir. Metal Matrisli Kompozit aşındırıcılı su jeti teknolojisi kullanılarak farklı takviye malzemeler (MMK) özellikle de Alüminyum Matrisli oranlarına sahip alüminyum kompozit malzemelere Kompozit malzemeler (Al-MMK) hafif ve yüksek kesme işlemi uygulanmıştır. Takviye oranlarının ve dayanımlı olmaları fiziksel ve mekanik özelliklerinin kesme parametrelerinin yüzey kalitesine etkisi isteğe bağlı olarak belirlenebilmesi nedeniyle üzerinde incelenmiştir. Deneysel çalışmada, malzeme olarak en fazla çalışma yapılan kompozit malzeme çeşidi doğrudan yarı-katı karıştırma ve sıkıştırma döküm olarak öne çıkmaktadır. MMK'lar çoğunlukla seramikler yöntemi ile üretilmiş %10 ve %25 SiC takviyeli AlMg3 ile takviye edildiklerinden içerdikleri sert fazlar ve kompozitleri kullanılmıştır. Yanal ilerleme hızı, aşındırıcı homojen olmayan iç yapıları nedeniyle geleneksel besleme oranı ve aşındırıcı boyutu kesme parametreleri işleme yöntemleri ile işlenmeleri oldukça zordur [1-2]. olarak seçilmiştir. Yüzey pürüzlülük ölçümleri ve mikro MMK malzemelerin işlenmesi için özel kaplamalar ya da yapı incelemeleri için Taramalı Elektron Mikroskobu bu amaç için özelleştirilmiş takımlar kullanılmasına kullanılmıştır. Sonuç olarak, hem kalite hem de maliyet rağmen takım aşınması ve takımların yüksek maliyeti açısından aşındırıcılı su jeti teknolojisinin kompozit söz konusu olmaktadır [3]. Yapısal farklılıklar içeren malzeme kesme ve biçimlendirme işlemlerinde başarı ile aşındırıcılı su-jeti teknolojisi sağladığı teknik ve kullanılabileceği sonucuna varılmıştır.

Anahtar kelimeler: Alüminyum, MMC, Aşındırıcılı Su Jeti, Yüzey Pürüzlülüğü, SiCp

Abstract

It is difficult to process aluminium metal matrix composite materials by conventional manufacturing processes due to abrasive particulates in their material structure. It is also expensive to process these materials due to special machining and extra processing. In this study, abrasive waterjet technology, whose usability in industry has been recently increased due to its technical and economic advantages, is applied on Aluminium matrix composite materials with different reinforcement ratios. Effects of some reinforcement rates and cutting parameters on surface quality are investigated. Experimental studies were conducted by using 10% and 25% SiC reinforced AlMg3 composites which are produced by semi-solid mixing method and squeeze casting method. All measurements and micro-structure investigations were conducted by using SEM to examine the surface quality. The results show that abrasive water jet can be used as a cost-effective tool with better quality for cutting and forming processes of composite materials.

Keywords: Aluminium, MMC, Abrasive Water Jet, Surface Roughness, SiC

1. Giriş

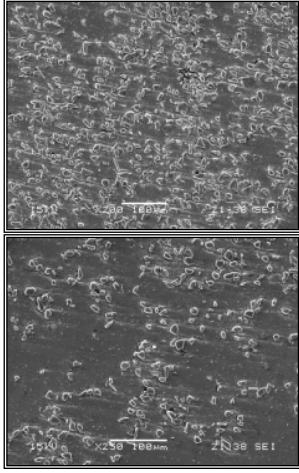
Teknolojinin hızla gelişmesi yeni malzemelerin geliştirilmesi ihtiyacını ortaya çıkarmaktadır. İleri aşındırıcı parçacıklar nedeniyle geleneksel imalat teknolojisi malzemeleri olarak bilinen Metal esaslı yöntemleri ile işlenmesi zor, özel takımlar ve ek işlemler kompozit malzemeler de bu ihtiyaca cevap vermek gerektirdiğinden yüksek maliyetlidir. Bu çalışmada, son üzere üzerinde çalışılan, üstün özellikler ve performans zamanlarda teknik ve ekonomik üstünlükleri öne çıkan sergileyen malzemelerdir. Metal Matrisli Kompozit aşındırıcılı su jeti teknolojisi kullanılarak farklı takviye malzemeler (MMK) özellikle de Alüminyum Matrisli oranlarına sahip alüminyum kompozit malzemelere Kompozit malzemeler (Al-MMK) hafif ve yüksek kesme işlemi uygulanmıştır. Takviye oranlarının ve dayanımlı olmaları fiziksel ve mekanik özelliklerinin kesme parametrelerinin yüzey kalitesine etkisi isteğe bağlı olarak belirlenebilmesi nedeniyle üzerinde incelenmiştir. Deneysel çalışmada, malzeme olarak en fazla çalışma yapılan kompozit malzeme çeşidi doğrudan yarı-katı karıştırma ve sıkıştırma döküm olarak öne çıkmaktadır. MMK'lar çoğunlukla seramikler yöntemi ile üretilmiş %10 ve %25 SiC takviyeli AlMg3 ile takviye edildiklerinden içerdikleri sert fazlar ve kompozitleri kullanılmıştır. Yanal ilerleme hızı, aşındırıcı homojen olmayan iç yapıları nedeniyle geleneksel besleme oranı ve aşındırıcı boyutu kesme parametreleri işleme yöntemleri ile işlenmeleri oldukça zordur [1-2]. olarak seçilmiştir. Yüzey pürüzlülük ölçümleri ve mikro MMK malzemelerin işlenmesi için özel kaplamalar ya da yapı incelemeleri için Taramalı Elektron Mikroskobu bu amaç için özelleştirilmiş takımlar kullanılmasına kullanılmıştır. Sonuç olarak, hem kalite hem de maliyet rağmen takım aşınması ve takımların yüksek maliyeti açısından aşındırıcılı su jeti teknolojisinin kompozit söz konusu olmaktadır [3]. Yapısal farklılıklar içeren malzeme kesme ve biçimlendirme işlemlerinde başarı ile aşındırıcılı su-jeti teknolojisi sağladığı teknik ve ekonomik faydalardan dolayı gelişmiş ülke endüstrilerinde yaygın bir kullanım alanı bulmuştur. Bu metod imalatın temel esaslarından olan düşük maliyet, yüksek kalitede ürün eldesi ve zamandan tasarruf sağlayarak üreticiler için oldukça büyük avantajlar sağlamaktadır [4-6]. Aşındırıcılı su jeti ile metallerin seramiklerin ve kompozit malzemelerin kesilmesinde kullanılan diğer yöntemlerin karşılaştırıldığı çalışmalarda yüzey kalitesi önemli bir gösterge olarak değerlendirilmektedir. ASJ yönteminde yüzey kalitesi kesilen parçanın kalınlığına bağlı olarak değişim göstermekte ve kesme parametrelerinin optimizasyonu ile iyileştirme sağlanabildiği yapılan çalışmalarda görülmektedir [6-8].

2. Deneysel Çalışma

2.1. Malzeme ve Yöntem

Alüminyum kompozitlerin ASJ ile kesme işlemlerinde, yüzey özelliklerini etkileyen parametreleri tespit etmek ve takviye oranlarının kesme işlemine ve yüzey özelliklerine etkisini incelemek amacı ile doğrudan yarı-katı karıştırma ve arkasından sıkıştırma döküm yöntemi uygulanarak üretilen %10 ve %25 SiC(500mesh) takviyeli AlMg3/SiCp kompozit bloklar kullanılmıştır.

Şekil 1. de %10 ve %25 SiCp takviyeli AlMg3 kompozitlerin SEM görüntüleri verilmiştir. Kontrol numuneleri için de aynı şartlarda üretilmiş AlMg3 alüminyum blokları kullanılmıştır.



Şekil 1. AlMg3/SiCp kompozitlerin SEM görüntüleri.
a) %25 SiCp b) %10 SiCp

2.2. ASJ ile Kesme İşlemleri

ASJ ile kesme işlemlerinde; yanıl ilerleme hızı, aşındırıcı besleme oranı, çalışma basıncı, meme-örnek mesafesi, aşındırıcı boyutu ve takviye oranı incelenecek parametreler olarak seçilmiştir.



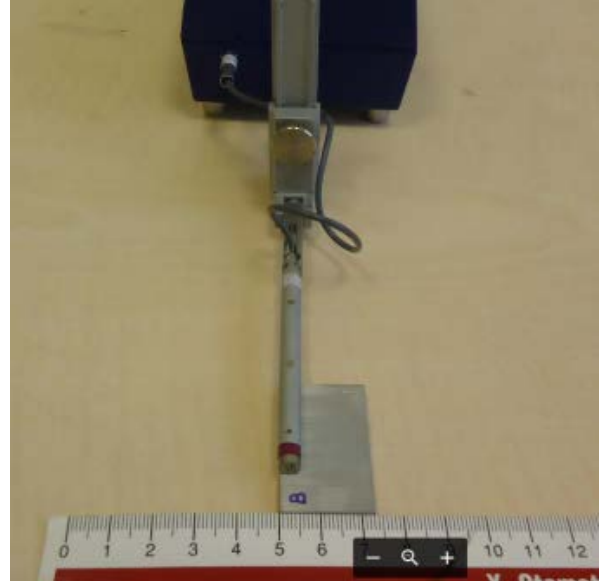
Şekil 2. AlMg3/SiCp kompozit bloklardan ASJ tezgahı ile numune kesme işlemi

Kesme işlemlerinde malzeme türü ve kalınlığı dikkate tutulduğunda kesilen malzemeler için yüksek takviye alınarak yanıl ilerleme hızı değerleri 40 ve 80mm/dk oranına sahip malzemelerde takviyesiz veya daha olarak seçilmiştir. Su jetinin basıncı 380MPa seçilip tüm düşük takviye oranına sahip malzemelere göre daha kesme işlemlerinde sabit basınç uygulanmıştır. Meme-örnek mesafesi kesme işlemlerinin tamamında 2mm olarak uygulanmıştır. Kullanılan meme çapı 1.1mm'dir. Kesimler sırasında 300g/dk, 400g/dk ve 500g/dk olmak üzere 3 farklı aşındırıcı besleme oranı (ABO) seçilmiştir (Şekil 2). Endüstride ASJ uygulamalarında en sık kullanılan aşındırıcı türü garnet olduğundan bu çalışmada da aşındırıcı toz olarak garnet seçilmiştir. Aşındırıcı boyutunun (AB) yüzey kalitesine etkisini inceleyebilmek için garnet toz boyutu (TB) 80 ve 180 mesh olarak kullanılmıştır.

Değişkenler dikkate alınarak, farklı takviye oranlarındaki numunelerin her birinden 12 parça olmak üzere toplam 36 adet 20x40x4mm ölçülerinde numune kesilmiştir.

3. Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümleri

ASJ tezgahında kesilen AlMg3/SiCp kompozit malzemelerinin her numuneden 2 adet olmak üzere profilometre ile toplam 72 adet yüzeyde pürüzlülük ölçümü yapılmıştır (Şekil 3.). Yapılan deneylerde her bir yüzeyden en az 5 ayrı ölçüm alınmıştır. Deneylerde değerlendirme uzunluğu (evaluation length) cihazın menüsünden 8mm olarak seçilmiştir. Ölçümler; 100µm ölçüm aralığında, 0.01µm ölçüm hassasiyeti ile yapılmıştır. Kesilen yüzeylerin hepsi farklı işleme parametreleri ile işlendiğinden birbirinden farklı yüzey pürüzlülük değerleri elde edilmiştir. Yüzey pürüzlülükleri karşılaştırılarak etkili parametreler değerlendirilmiştir.



Şekil 3. Yüzey Pürüzlülük Ölçümleri.

4. Deneysel Sonuçlar

4.1. Yanıl ilerleme hızının etkisi

Çizelge 1'de yanıl ilerleme hızının artması ile beraber tüm numune türlerinde Ra değerlerinde artış gözlenmiştir. Bu grafiğe bakılarak ilerleme hızı sabit düşük pürüzlülük değerleri elde edilmiştir.

Çizelge 1. Yanıl ilerleme hızının Ra ortalama pürüzlülük değerine etkisi. ABO=300g/dk, AB=180mesh

Yanıl İlerleme Hızı (mm/dk)	Takviye Oranı (%SiC)	Ra (µm)
40	0	3,12
40	10	3,03
40	25	2,74
80	0	3,94
80	10	3,80
80	25	3,33

4.2. Aşındırıcı boyutunun etkisi

Yapılan çalışmalarda kaba tanelerin talaş kaldırma miktarının ince tanelere göre daha fazla olduğu ancak oluşan yüzeylerde yüzey pürüzlülüğünün daha yüksek olduğu görülmüştür [7]. Çizelge 2'de aşındırıcı su jeti için önemli parametrelerden birisi olan aşındırıcı partikül boyutunun yüzey pürüzlülüğüne etkileri görülmektedir. Burada 80 ve 180mesh boyutunda 2 farklı garnet aşındırıcı kullanılmıştır. 80mesh aşındırıcı boyutundan 180mesh aşındırıcıya geçişte yüzey pürüzlülüğünde önemli bir hassasiyet farkı ortaya çıkmıştır. 180mesh aşındırıcı ile işlenen numunelerin yüzey pürüzlülükleri oldukça düşük çıkmıştır ve yüzeyler daha düzdür.

Çizelge 2. Aşındırıcı tane boyutunun Ra ortalama pürüzlülük değerine etkisi. (ABO=300g/dk, AB=180mesh)

Aşındırıcı Boyutu (mesh)	Takviye Oranı (%SiC)	Ra (µm)
80	0	4,54
80	10	4,31
80	25	4,07
180	0	3,22
180	10	3,08
180	25	2,79

4.3. AlMg3/SiCp kompozit malzemesindeki takviye oranının etkisi

Çizelge 3'te üç farklı takviye oranında işlenmiş (takviyesiz, %10SiC takviyeli ve %25SiC takviyeli) Al kompozitlerin 400g/dk aşındırıcı besleme oranında ve 180mesh aşındırıcı boyutunda işlenmesi ile elde edilen Ra değerleri verilmiştir.

Çizelge 3. Takviye Oranının Ra ortalama pürüzlülük değerine etkisi (ABO=400g/dk, AB=180Mesh)

Yanal İlerleme Hızı (mm/dk)	Takviye Oranı (%SiC)	Ra (µm)
40	0	3,11
40	10	3,00
40	25	2,85
80	0	3,83
80	10	3,75
80	25	3,33

Takviye oranı artışı ile birlikte hızın artışı pürüzlülük artışını daha az etkilemektedir. En yüksek pürüzlülük değerleri takviyesiz malzemede görülürken en düşük pürüzlülük değerleri ise %25takviyeli malzemede görülmüştür.

4.4 Kesme Süreleri

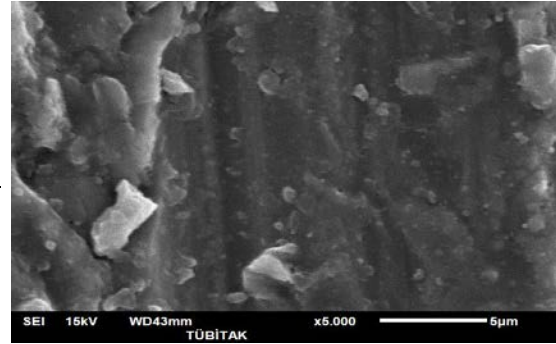
Numuneler kesilirken 40mm/dk ve 80mm/dk olmak üzere 2 farklı kesme hızı denenmiştir. Bu şekilde değişik işleme parametreleri ile farklı takviye oranlarındaki numuneleri ASJ ile keserken kesme sürelerinin nasıl değiştiği incelenmiştir. Çizelge 4'te 40 mm/dk ve 80 mm/dk kesme hızlarında, aşındırıcı boyutu 80 veya 180 mesh garnet ile kesilmiş 3 farklı numunenin kesme süreleri verilmiştir. Kesme hızı arttıkça kesme süreleri azalmış ancak takviyesiz numunelerle takviyeli

numunelerin kesme zamanları arasında önemli fark görülmemiştir.

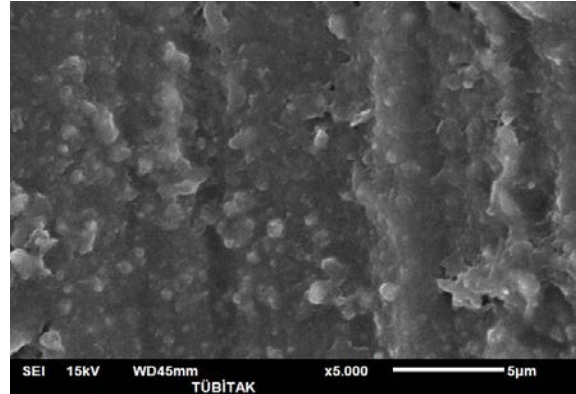
Çizelge 4. Yanal İlerleme Hızı (mm/dk) ve Kesme Süreleri(s)

Malzemenin Cinsi	Hız (mm/dk)	Kesme Süresi (s)
Takviyesiz AlMg3	40	140
%10SiC takviyeli AlMg3	40	145
%25SiC takviyeli AlMg3	40	146
Takviyesiz Al5754	80	73
%10SiC takviyeli AlMg3	80	73
%25SiC takviyeli AlMg3	80	72

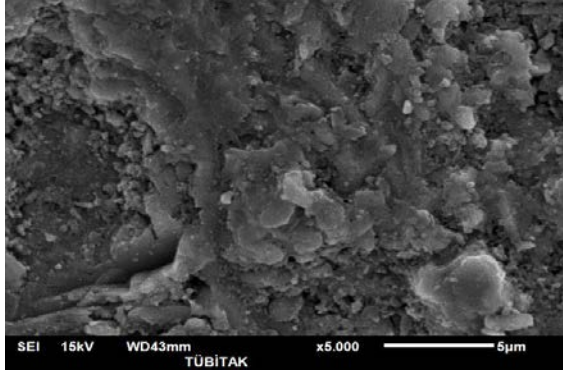
5. Mikro Yapı İncelemeleri



Şekil 4. Takviyesiz AlMg3 malzemesinin SEM görüntüsü. (ABO =300g/dk, Hız=40mm/dk, AB=80mesh, Takviye oranı=%0SiC, 5000X büyütme)



Şekil 5. %10SiC Takviyeli AlMg3 malzemesinin SEM görüntüsü. (ABO =300g/dk, Hız=40mm/dk, AB=80mesh Takviye oranı=%10SiC, 5000X büyütme)



Şekil 6. %25SiC Takviyeli AlMg3 malzemenin SEM görüntüsü. (ABO =300g/dk, Hız=40mm/dk, AB=80mesh, Takviye oranı=%25SiC, 5000X büyütme)

sağlayacak kesme parametrelerinin optimizasyonu yapılabilir.

- Kesim izi aralığı çok dar tutulabildiğinden (1mm civarında), kesme sırasında malzeme kaybı minimum düzeyde olmaktadır.
- Aşındırıcı besleme oranı, genel olarak yüzey pürüzlülüğünü belirli bir eşik değere kadar düşürmektedir. Bahsedilen eşik değere erişildikten sonra pürüzlülük sabit kalmaktadır.
- Farklı takviye oranlarına sahip Al kompozitler eşit sürelerde kesilebilmektedir. Takviye oranındaki değişim ASJ yöntemi ile kesme süresini etkilememektedir.

Kaynaklar

Şekil 4,5 ve 6'da farklı takviye oranlarındaki AlMg3 [1] Shokrani A., V. Dhokia and S.T. Newman, kompozitlerinin SEM görüntüleri bulunmaktadır. Environmentally conscious machining of difficult-to-ABO=300g/dk, Hız=40mm/dk, AB=80mesh machine materials with regard to cutting fluids. parametreleri sabit tutularak ASJ yöntemi ile kesilen International Journal of Machine Tools and Manufacture, AlMg3 kompozitinin yüzeyleri SEM analizi ile 2012. 57: p. 83-101. incelenmiştir. Takviyesiz AlMg3 numunenin yüzeyinde [2] Gururaja S., M. Ramulu and W. Pedersen Machining plastik şekil değiştirme izleri belirgin olarak gözükmemekte of MMCs: A Review, in Mach. Sci. Technol. 2013. p. 41-ve yüzeğe gömülmüş garnet parçacıkları görülmektedir. 73. Buna karşılık takviye oranının %10 ve %25 SiC olduğu [3] Mohankumar V. and Kanthababu M., Review on numunelerin yüzeylerinde takviye parçacıkları tarafından machining aspects in metal matrix and ceramic matrix garnet parçacıklarının kesme etkisini artırması composites using abrasive waterjet. Applied Mechanics sebebiyle gevrek kırılma bölgelerinin daha fazla olduğu and Materials, 2015. 766(9): p. 643-648. görülmüştür. [4] Momber A.W., Kovacevic R., "Principles of abrasive water jet machining", Springer-Verlag London Limited, USA (1998)

6. SONUÇLAR

- Pürüzlülük ölçümleri sonucunda, genel olarak yüksek takviye oranlarında daha düşük yüzey pürüzlülükleri elde edilmiştir.
- Yanal ilerleme hızının artışı, yüzey pürüzlülüğünü artırdığından yüzey kalitesini düşürmektedir.
- Kaba taneli partiküllerle yapılan kesme işlemlerinde yüzey pürüzlülüğü daha yüksek olmaktadır. Aşındırıcı parçacık boyutu arttıkça yüzey pürüzlülüğü artmaktadır.
- Kompozit malzeme ile yapılan kesme işlemlerinde istenen yüzey kalitesi önceden belirlendiği takdirde, istenen yüzey kalitesini [5] Jain P. K, Soni S. C, Baredar P. V. Review on Machining of Aluminium Metal Matrix Composites. Mat.Sci.Res.India;11(2)
- [6] Geren N. ve Tunç, T., "Yapısal farklılıklar içeren su-jeti kesme sistemlerinin en uygununun belirlenmesi", Mühendis ve Makine, 42, 42-49, (2001)
- [7] Akkurt M., Külekci M.K., 'Aşındırıcılı su jeti ile kesilerek elde edilen yüzey kalitesinin değerlendirilmesi, (2001)
- [8] Karakurt İ., Aydın G., Aydın K., 'Aşındırıcılı su jeti ile kesmede kesme parametrelerinin granit yüzey pürüzlülüğüne etkisi', (2010)

SIZE EFFECTS OF RECOVERED Ti-6Al-4V ALLOY SCRAP BY CONVENTIONAL P/M TECHNIQUES

Mustafa Ustundag^a, Mehmet Fahri Sarac^a, Remzi Varol^a

^aDepartment of Mechanical Engineering, Suleyman Demirel University, Isparta, Turkey
E-mail: mustafaustundag@sdu.edu.tr, fahrisarac@sdu.edu.tr, remzivarol@sdu.edu.tr,

Abstract

The main challenge for Titanium alloys are low recycling technologies and methods of using recycled utilization rate and relatively low recycling ratio. For titanium raw materials are rapidly gaining importance. recycled Ti-6Al-4V alloy industry scrap, sieve analysis Particularly during the machining operations, low and compacting pressures are important parameters utilization rate and high amounts of energy are that determine its mechanical properties for low-cost Ti- consumed during the recycling of these raw materials by based alloy applications. Titanium alloy scraps milled at conventional methods. In this case, the necessity of various machining speeds ranging from 800rpm to using more efficient methods such as cold heart melting 1100rpm at constant time. Afterwards, sieve analysis (CHM) and vacuum arc re-melting (VAR) for the classifies powder distribution for four categories such as recycling of these chips is on the foreground. But those -40, 40-105, 105-150' 150-212 μ m. Different particle size methods are expensive and gives inhomogeneous distribution range of Ti-6Al-4V alloy industry scrap is composition at the end product [2]. compacted at various pressure (from 600 MPa to 1500

MPa) and then sintered for final product. 3-point bending The effect of recycling Ti alloy powder on mechanical and microstructural evaluation were conducted on both properties of bulk parts is not clear. Some studies commercially available and recycled Ti-6Al-4V alloy described that certain powders can be recycled many industry scrap to evaluate which particle size distribution times without affecting their mechanical properties of its gives better mechanical performance, uniform end product [3-11]. Tang et al [12] found that after 21 distribution and high apparent density. Results indicate times recycled of Ti alloy powder shows higher ultimate that scrap particle, which has less than -40 μ m size tensile and yield strength. Because of number of distribution, compacted at 1050 MPa and sintered at recycled increase, powders are exposed to air and 1200°C under high vacuum (10⁻⁶ mbar) gives %99,5 powder particle size distribution become narrower up to apparent density while green density of Ti-6Al-4V alloy 80 μ m. During clean-up process, reduced moisture in the industry scrap was about to %80.

Keywords: Ti-6Al-4V, scrap, size effect, compaction, a significant change in powder morphology or particle sintering, size distribution for recycled powder products and also no research describe on mechanical properties of specific particle size distributed recycled Ti alloy parts.

1. Introduction

Titanium (Ti), reactive metal, are known as expensive In this study, Ti-6Al-4V metal powder was produced by materials to produce due to its limitation in refining mechanical grinding methods using used Ti-6Al-4V process. Titanium can be alloyed with many elements implant chips. To compare their mechanical properties and resulted on high strength-to-weight ratio, toughness, and microstructural evaluation, the recycled and low thermal expansion, good processability, excellent classified powder distribution of Ti-6Al-4V powders and corrosion resistance and improving its biocompatible commercially available Ti-6Al-4V metal powders were properties [1]. Ti-6Al-4V is a Ti alloy type which is prepared by conventional P/M techniques and sintered produced to increase the mechanical properties of Ti for final product. At various pressure of powder and is the most commonly used Ti alloy in the compaction was tested to find highest apparent density. biomedical industry as an implant material. Therefore, Ti Mechanical properties of those two groups were demand is drastically increasing depending on the evaluated using three-point bending. Recycled powder progress of technology and the fields of application are properties, such as particle size distribution, chemical considerably higher even though the high expenses of composition and microstructure are evaluated and Ti alloy product. compared against that of the commercially available Ti-6Al-4V powder.

However, due to the rapid increase in demand for titanium implants in the world and the high cost of

2. Material and Experimental Procedure

The Ti scrap used in this study were residual machining chips of Ti-6Al-4V bars. The process of recycling Ti alloy scrap began with cleaning, raw scrap, milling and sieving process respectively. Milling was operated by Retsch Vibratory Disc Mill RS 200 and sieving was analysed on Retsch Vibratory Sieve Shaker AS 200. After milling the raw scrap at 700 rpm for 1 min, raw scrap were crushed to obtain fine chips suitable for milling pod. Afterwards, for getting finest powder distribution, powders were re-milled at 800, 900 and 1000 rpm for 10 min. Each milling conditions were collected and sieved as -100, 100-200, +200 μm size range.

Particle size distribution of classified raw powders and commercially available Ti-6Al-4V powders were performed with Malvern Masterseizer 2000 particle size analyser for confirming their sieve analysis. After particle size analysis, all powders were re-sieved to classify as following -40, 40-105, 105-150, 150-212 μm particle size range.

Before compaction test, for each particle size distribution at above, green density was calculated according to Hall-Petch relation. Compaction test was performed at various pressure ranging from 600 to 1500 MPa. Sintering was taken place in ALD high vacuum sintering furnace. Sintering parameters for all samples were fixed at 1200°C for 2 hours under 10^{-6} mbar vacuum pressure. Mechanical tests were conducted for evaluating the as-sintered scrap powders and commercially available Ti-6Al-4V alloy. The microstructure was observed by Olympus-B51 optical microscope. Particle shape and elemental analysis were characterized by Quanta FEG 250 scanning electron microscopy (SEM). A computer controlled Shimadzu/AG-IC instrument is used to evaluate flexural strength by three-point bending test.

3. Results and Discussion

3.1. Analysis of powder properties

3.1.1. Powder Morphology

Figure 1a. shows the SEM images of -40 μm sized sieved raw powders and commercially available Ti-6Al-4V powder distribution before compaction. It is seen that the dust grains are in irregular, angular and inhomogeneous shapes due to HDH grinding method applied on metal powders. Another reason for the irregular shape and size distribution observed in the commercially available metal powders is accumulation. Depending on the milling time and temperatures, grains were agglomerated or mechanically clamping by secondary binding forces.

Same as Figure 1a, Figure 1b shows similar agglomeration and forging effect on commercially available Ti-6Al-4V metal powders. Main differences between those two metal powders are that, -40 μm sized sieved raw powders have much more rounded corners since the frictional effect that both the powder particles in the pulverized disk grinder are in contact with each other and the powder particles are rubbed against the pot walls and discs in the vibratory disc mill.

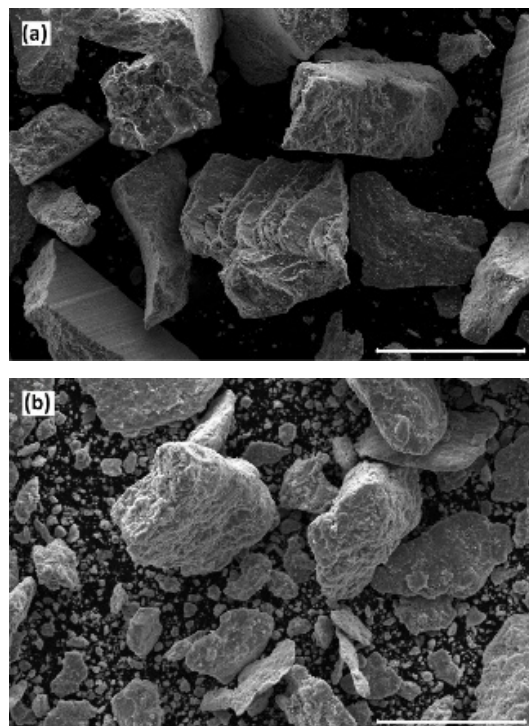


Figure 1. SEM images of (a) commercially available -40 μm sized sieved Ti-6Al-4V powder, (b) recycled -40 μm sized sieved powders before compaction. The SEM scale bar for samples set as 100 μm .

3.1.2. Apparent Density and Flow Rate

Fluency and apparent density strongly depends on the powder characteristics such as powder particle size, shape, homogeneity, surface topography and powder size distribution. Flow rate relies on total surface area between powder particles. The increase in surface area and decrease in dust particles, the decrease the fluidity as it increases the friction surface area. In order to determine the effects of recycling on the various powder properties, as shown in Figure 2, particle size distribution, apparent density and flowability value are measured and classified on both recycled and commercially available Ti-6Al-4V powders.

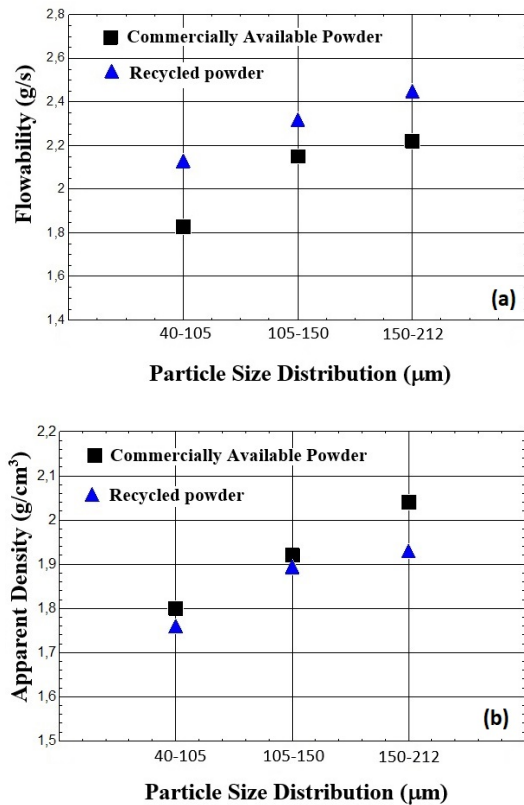


Figure 2. Comparison of commercially available and recycled powders in terms of particle size distribution against (a) flowability, (b) apparent density.

Apparent density decreased with getting smaller the powder size range. However their apparent density at -40 μm particle size show no flow rate because of higher surface area in contact with each powders. The high surface area results in increased friction between the powder granules and a heavier accumulation of large sized powders.

Due to their rounded corners and homogeneous morphological structure on recycled powders, it is clearly seen that recycled powder show higher flowability and lower apparent density than commercially available powders regardless their particle size distribution.

3.2. Analysis of manufactured specimen properties

3.2.1. Pre & Post-sintered Density

According to the literature survey, it has been determined that the %85 theoretical density is an ideal Fractured samples were investigated by scanning pre-sintering density value [6]. In order to get %85 electron microscopy (SEM). By investigating both theoretical density, pre-sintered density measurements fractured commercially available and recycled Ti-6Al-4V were made at different pressure. For -40μm raw powder, samples, it appears that the type of fracture on the zinc stearate used as lubricant for easily removing from macroscale is brittle and there is a proportionally higher the mold. By starting from 600 MPa to 1500 MPa break in grain in commercially available samples (Fig. pressure, 85% pre-sintering density value reached at 4a). It can be said that the neck mechanisms that 1150 MPa and its relative density is 3,66 g/cm³. increase the strength are acting as the beginning of

Experimental studies have shown that even though higher relative density values are reached at pressures higher than 1150 MPa, these pressure values damage the mold and do not significantly increase the relative density value. All samples to be used in the compression tests were made with reference to the pressure value of 1150 MPa.

After compacting all samples at 1150 MPa, all samples were being sintered together at 1200°C for 2 hours under 10⁻⁶ mbar vacuum pressure. 1% mass loss of Zinc stearate was observed in each sample due to evaporation during sintering. Sintered samples reached to %99-99,5 relative density.

3.2.2. Three-point bending test

Flexural strengths of fractured samples were measured by three-point bending test. As shown in Figure 3, samples of recycled Ti-6Al-4V has 468,58 MPa average flexural strength while commercially available Ti-6Al-4V has 665,83 MPa. Depending on their particle shape, the more angular and irregular structure of powder in contact with each other; resulting in increased contact surface quantities and, consequently, increased diffusion field during sintering.

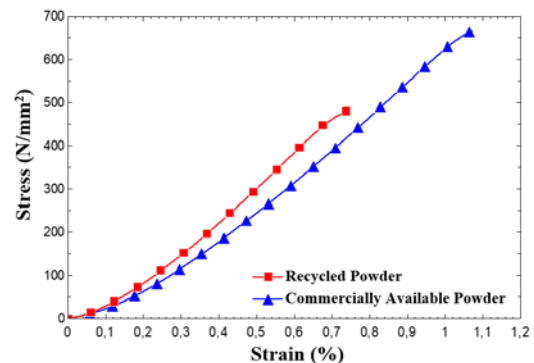


Figure 3. Flexural strength of -40 μm sieved recycled and commercially available Ti-6Al-4V powders.

Apart from their flexural strength, elongation modulus of recycled powder shows higher value than commercial one. Since neck formation against recycled powders change form and become more elongated. This could be a consequence of additional particle movement during the sintering process.

3.2.3. Microstructure

breaking in the grain and that this situation reduces the ductility. It can also be seen that the porosity is not formed in the samples produced from recycled alloys (Fig. 4b).

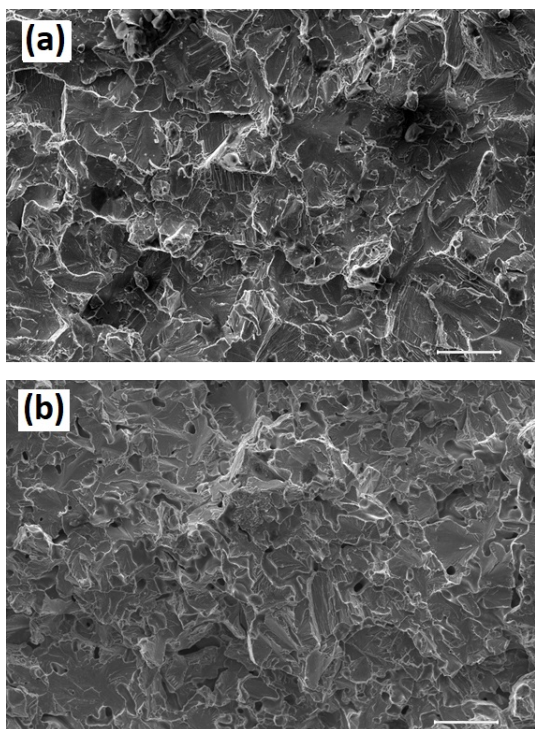


Figure 4. Fractured surfaces of all samples sintered at 1200°C for 120 minutes: (a) commercially available and (b) recycled samples. The SEM scale bar for all samples set as 100 µm.

As seen in Figure 5, investigation of pore size distribution, distribution of α / β phases, grain boundary and grain irregularity were investigated by optical microscope for all samples. α (hexagonal close packed-HCP) phases are shown in region A (bright surface) and β phases are seen in regions indicated by B (dark surface). The β (BCC) phase has a much more ductile structure than α phase. The β phase conversion is low due to the fact that the cooling rate is kept at very low levels during the sintering process. The high rate of α phase in the microstructure confirms that the samples behave brittle.

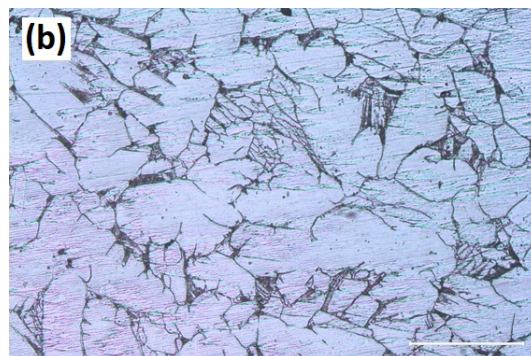
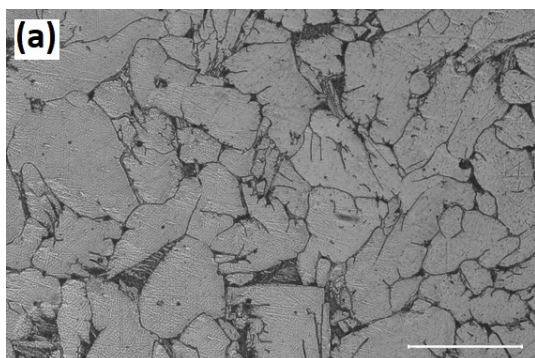


Figure 5. Optical microscope image of (a) commercially available and (b) recycled Ti-6Al-4V alloys. The optical microscope scale bar is set as 100µm.

4. Conclusions

The following conclusions can be made from this study.

- The powder morphology of the recycled Ti-6Al-4V powder is more rounded than commercially available powder Ti-6Al-4V powder due to powders behaviour during milling process.
- Powder flowability and apparent density is significantly affected by particle size, shape and particle size distribution.
- Increase in fine powder size or an increase in spherical powder would contribute to the improved powder flow, increased apparent density and particle size distribution.
- Small change in mechanical properties of recycled and commercially available Ti-6Al-4V alloys were observed.
- Driving force that affects the material microstructure and phase distribution are the temperature conditions and durations during sintering process.

Acknowledgement

This research was supported by Faculty Member Training Program funded by Council of Higher Education [OYP-05276-DR-12]. The authors would like to thank for Dr. Erdem Çamurlu on specimen preparation of SEM and Optical Microscopy analysis and Department of Mechanical Engineering, Katip Celebi University for their help in recycled powder production supply. The authors also gives special thanks to KLP Cutting Tools Company for their assist and guidance on sintering processes for all samples.

References

- [1] Guitar, A., Vigna, G., and Luppo, M.I. "Microstructure and Tensile Properties after Thermo Hydrogen Processing of Ti-6Al-4V", *Journal of Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2, 2, 156-163, 2009.
- [2] Oh, J.M., Roh, K.M., Lee, B.K., Suh, C.Y., Kim, W., Kwon, H., Lim, J.W., "Preparation of low oxygen content alloy powder from Ti binary alloy scrap by

- hydrogenation-dehydrogenation and deoxidation 6Al-4V" International Journal of Fatigue, 55, 81-91, process", Journal of Alloys and Compounds, 593, 61-66, 2013.
- 2014.
- [3] Hill S., "Titanium Revolution", New Scientist Magazine, 170, 2297, 2001.
- [4] Lütjering G., Williams C., "Titanium", Springer-Verlag, Heidelberg, 2003
- [5] Lütjering G., Williams C., "Engineering Materials and Processes", Springer, 2007.
- [6] German R.M., "Powder Metallurgy Science", Metal Powder Industries Federation, USA, 203-335, 1989.
- [7] Frykholm R., Brash B., "Press and sintering of titanium", Key Engineering Materials, 704, 2016.
- [8] Lin W.C., Ju P.C., Chern Lin J.H., "A Comparison of the Fatigue Behaviour of the Cast Ti 7.5Mo with Cp Additive Titanium, Ti-6Al-4V and Ti-13Nb-13Zr Alloys", Biomaterials, 26, 2899-2907, 2005.
- [9] Yan Y., Nash G. L., Nash P., "Effect of density and pore morphology on fatigue properties of sintered Ti-Society, 67, 3, 1-12, 2015.
- [10] Cao F., Chandran R., Kumar P., "New approach to achieve high strength powder metallurgy Ti-6Al-4V alloy through accelerated sintering at β -transus temperature and hydrogenation-dehydrogenation treatment", Scripta Materialia 130, 22-26, 2017.
- [11] Silva A. A. M., Santos J. F., Strohaecker T. R., "Microstructural and mechanical characterisation of a Ti-6Al-4V/TiC/10p composite processed by the BE-CHIP method", Composites Science and Technology 65 1749-1755, 2005.
- [12] Tang, H.P., Qian, M., Liu, N., Zhang, X.Z., Yang, G.Y., Wang, J., "Effect of Powder Reuse Times on Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V by Selective Electron Beam Melting", Journal of the Minerals, Metals & Materials

ELECTROACTIVE SHAPE MEMORY POLYMERS FOR AEROSPACE FIELD AND MEDICAL DEVICE APPLICATIONS

F. Yakuphanoglu

Nanoscience and Nanotechnology laboratory, Firat University, 23119 , Elazig, TURKEY

Abstract

Shape memory polymers are promising materials for aerospace and medical device applications due to their interesting thermal, optic and mechanical properties. These polymers are smart materials and they can deform to temporary shapes to external stimuli such as electrical, magnetic, light, heat, water and pH effects. In present study, I am going to talk about the polyurethane based graphene /epoxy/carbon nanotubes composite for electro-active shape memory applications. The electroactive behavior of the composites will be explained on the basis of electrical conductivity and recovery behavior. The PGEC composites exhibit an excellent conductivity for electroactive behavior. The proposed method is simple and fast to fabricate. It is evaluated that these composite materials can be suitable candidate for the large-scale production of shape memory composite for the aerospace field and medical device applications

Keywords: Shape memory polymer, Electroactive polymer

SELECTION OF MATERIAL TO USE IN DENTAL IMPLANT DESIGN

Bilal DEMIREL^a, Ercan SENYIGIT^b, Sümeyye YILDIRIM^a, Mihriban VURAL^a, Okan CIL^a, Murat SARIUCAK

^a Erciyes University, Department of Material Science and Engineering, TURKEY
bilaldemirel@erciyes.edu.tr

^b Erciyes University, Department of Industrial Engineering, TURKEY
senyigit@erciyes.edu.tr

Abstract

Human being, as a biological entity, has to decide at every stage of its life. Accurate decision-making will help human being reach the right results. Multi-criteria decision making problem is the name given to the problem of determining the best alternative to more than one criterion from more than one alternative. The selection of material is a multi-criteria decision making problem. Multi-criteria decision making problems in the literature are carefully considered, studied problem types, for this reason there are numerous multi-criteria decision making methods in the literature. The Analytic Hierarchy Process (AHP) method was used in our study. Three criteria have been taken into consideration in the selection of materials to be used in the manufacture of dental implants. These criteria are the young module, yield strength and hardness criteria, respectively. Material alternatives to be used in implant construction are Chrome Cobalt, Nickel, Nickel Titanium, Titanium, Stainless Steel. As a result of the analyzes made, it was determined that the best material alternative to be used in implant design is chromium cobalt (0.4076). Chromium cobalt, nickel titanium, titanium, stainless steel and nickel have been identified for ranking materials alternatives as the worst material alternative to the best material alternative to be used in making the dental implants.

Keywords: Multi-criteria decision making problem, AHP, Material selection, Design, Dental implants

KATILAŞTIRMA HIZININ $\text{Sn}_{91.2-x}\text{-Zn}_{8.8}\text{-Ag}_x$ ALAŞIMLARININ ÇEKME DAYANIMINA VE BASMA AKMA DAYANIMINA ETKİSİNİN İNCELENMESİ

M. Şahin¹, E. Çadırlı

¹Ömer Halisdemir Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Elektronik ve Otomasyon Bölümü, Niğde, TÜRKİYE, E-Mail: msahin@nigde.edu.tr

Ömer Halisdemir Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Niğde, TÜRKİYE

Özet

Kütlece oranları belirlenen $\text{Sn}_{91.2-x}\text{-Zn}_{8.8}\text{-Ag}_x$ ($x = \text{ağ.}\% 0.15, 0.3, 0.7, 1.0, 3.0, 10.0$) alaşımları vakumlu eritme fırını ve döküm fırını kullanılarak hazırlandı. Dökümü yapılan numuneler sabit fırın sıcaklığında ($500\text{ }^\circ\text{C}$), farklı katılaştırma hızlarında ($8.3\text{-}790\text{ }\mu\text{m/s}$) Bridgman tipi doğrusal katılaştırma fırınında yukarı yönlü doğrusal katılaştırıldı. Çekme dayanımının (σ_c) ve basma akma dayanımının (σ_b) katılaştırma hızı ile değişimi araştırıldı. Lineer regrasyon analizi ile çekme dayanımının ve basma akma dayanımının katılaştırma hızına bağımlılığı tespit edildi. Katılaştırma hızındaki artışın mikroyapıyı küçülttüğü, bunun sonucunda da çekme ve akma dayanımlarını arttırdığı tespit edildi. Çekme dayanımı $\text{Sn-}8.8\text{Zn-}0.3\text{Ag}$ alaşımında en yüksek, basma akma dayanımında $\text{Sn-}8.8\text{Zn}$ alaşımında en yüksek değerde ölçüldü. Deneysel sonuçlar literatürle karşılaştırıldı.

Anahtar Kelimeler: Doğrusal katılaştırma, katılaştırma hızı, çekme dayanımı, akma dayanımı.

UTILIZATION OF CALCIUM FERRITE ASH IN FLUIDIZED BED COAL BOILER FOR DESULFURIZATION -THE EFFECT OF PYRITE CONTENT IN COAL ON BOTTOM ASH CALCIUM FERRITE FORMATION

Yıldırım İ. Tosun ^{1a}

^{1a} Şırnak University, Engineering Faculty, Şırnak, E-mail:yildirimtosun@sinak.edu.tr

Abstract

Calcium-ferrite and silicate formations are widely observed as an traditional bottom ash silicate in coal combustion in fluidized bed boilers. The common interest in these fouling arises from their high capacity to absorb sulfur oxide gaseous by alkali matters such as sodium and potassium while presenting wide, homogeneous melting surface alkali silicates when mixed with reduced ferrite matter. These aspects partly solve troublesome desulfurization by calcium ferrite occurrence during the combustion in the fluidized boiler. As sorbent, the utilization matter of the bottom ash of Şırnak asphaltite and some lignite in desulfurization with high viscous matter on silicate surfaces at 900-1100°C were defined for boiler combustion chamber and reduced emissions at outlet. In this study regarding the kinetic aspects of calcium ferrite silicate and the effect of CO/CO₂ rate and pyrite content on calcium ferrite were determined. In the systems CaO-FeO-Fe₂O₃ and CaO-FeO_x-SiO₂, most of the data were discussed for ferrite formation at defined surface temperatures. Test information provided the activity of components at 1,273 K and 1,373 K for the phase relations of the CaO-FeO-Fe₂O₃ the CaO-Fe₂O₃-SiO₂ and CaO-FeO-SiO₂ systems under air atmosphere and in equilibrium.

Keywords: Calcium ferrite, desulfurization silicate, bottom ash sorbent, fluidized bed boilers

EXPERIMENTAL AND NUMERICAL INVESTIGATION OF TIE ROD FATIGUE PERFORMANCE

K. Taş^a and Y. Pekbey^b

^aDepartment of Mechanical Engineering, Ege University, E-mail: keremtas03@hotmail.com

^bDepartment of Mechanical Engineering, Ege University, E-mail: yeliz.pekbey@ege.edu.tr

Abstract

Tie rod is part of the steering mechanism in a vehicle. It provides mechanical connection between knuckle and steering rack. This vehicle component are loading with dynamic, static and bearing loads in working conditions. Prediction of fatigue life is one of the important calculations which are critical requirement for auto makers. Tie rod geometry and its total weight are related with the fatigue life criteria. Lightweight design is one most of the time significant target of the automotive industry. Therefore predictions of fatigue life and weight optimization are main studies during tie rod development. Thus, the aim of the research was numerical and experimental approach with different outer tie rod shaft designs to determine fatigue life. In this study, the finite element analysis (FEA) and endurance test have been formed for steel tie rod to determine fatigue life. The FEA and test results have been compared each other. According to results, FEA method has improved with using different parameters to get more accurate analysis results compare to test results. As a result of this study, lightweight outer tie rod was designed with using shape optimization results.

Keywords: Tie rod, fatigue life, FEA, lightweight, outer tie rod

SYNTHESIS AND CRYSTAL STRUCTURE ANALYSIS OF YTTERBIUM OXIDE AND ERBIUM OXIDE DOPED BISMUTH OXIDE FOR SOLID OXIDE FUEL CELLS

KATI OKSİT YAKIT HÜCRELERİ İÇİN İTERBİYUM OKSİT VE ERBİYUM OKSİT KATKILANMIŞ BİZMUT OKSİTİNİN SENTEZİ VE KRİSTAL YAPISININ ANALİZİ

Pelin GÜLER^a, Serdar YILMAZ^b ve Esra KORKMAZ YILDIZ^c

^a Mersin Üniversitesi, Mersin, Türkiye, E-mail: pelinhepguler@gmail.com

^b Mersin Üniversitesi, Mersin, Türkiye, E-mail: syilmaz@mersin.edu.tr

^c Bozok Üniversitesi, Yozgat, Türkiye,
E-mail: esra.korkmaz@bozok.edu.tr

Özet

Mevcut yakıt pilleri arasında, katı oksit yakıt hücresi (SOFC), yüksek enerji dönüşüm verimliliği, farklı yakıt seçenekleri, temiz ve sessiz çalışma gibi avantajlarından dolayı son zamanlarda büyük ilgi görür. SOFC'leri diğer yakıt pillerinden ayıran ve onları farklı bir kategoriye yerleştiren en önemli özellik, yüksek çalışma sıcaklıklarıdır (600-1000 °C). Ek olarak, Carnot'un döngü sınırlamalarına bağımlı olmadığı gerçeği, teorik verimliliklerinin termal motor verimliliklerinden daha yüksek olmasına neden olur. Saf Bi₂O₃'ün altı kristalografik fazı vardır. Bu fazlardan biri kübik (δ) fazdır. δ-Bi₂O₃ fazının iletkenlik özelliği diğer fazlardan çok daha yüksektir.

Bu çalışmada, katı hal reaksiyon yöntemi ile katı oksit yakıt hücrelerinde katı elektrolit malzemesi olarak kullanılan Bi₂O₃ bileşiğine lantanit grubu elementlerinden Yb₂O₃ ve Er₂O₃ oksitleri katkılanmıştır. Kararlı bir yüzey merkezli kübik (δ) kristal fazı elde etmek için gereken şartlar araştırıldı. Araştırmalar farklı tavlama sıcaklıkları için gerçekleştirildi. İlk olarak, tozlar ball mill ile öğütüldü. Ve alümina krezelerde 700-750-800 °C sıcaklıklarda 48 saat boyunca aşamalar halinde ısıya maruz bırakıldılar. Her ısıl işlemten sonra, tekrar agat havan ile 10 dakika boyunca öğütme yapıldı. Elde edilen katı elektrolit üçlü bileşikleri cam şişelerde saklandı. Yapısal karakterizasyon, X-ışını kırınım yöntemi kullanılarak gerçekleştirildi. Tüm aşamalar tablo ile gösterildi. Kararlı δ fazlarının çalışmanın sonunda istenildiği gibi başarıyla elde edildiği görülmüştür.

Anahtar kelimeler: SOFC, Bizmut III Oksit, Katı Elektrolit, Yapı Karakterizasyonu

Abstract

Among the existing fuel cells, Solid Oxide Fuel Cell (SOFC) has attracted great interest recently due to its advantages such as high energy conversion efficiency, different fuel options, clean and quiet working. The most important feature that distinguishes SOFC's from other fuel cells and places them in a different category is high operating temperatures (600-1000 °C). Moreover, the fact that the Carnot is not dependent on cycle limitations results in the theoretical efficiencies being higher than the thermal engine efficiencies. Pure Bi₂O₃ has six crystallographic phases. One of this phases is cubic (δ) phase. The conductivity property of the δ-Bi₂O₃ phase is much higher than the other phases.

In this study Lanthanides of Yb₂O₃ and Er₂O₃ oxides were doped to the Bi₂O₃ compound, which is used as solid electrolyte material in solid oxide fuel cells, using solid state reaction method. The conditions required to obtain a stable surface centered cubic (δ) crystal phase were investigated. Investigations were carried out for different annealing temperatures. Firstly, the powders were grinded with a ball mill. And they were subjected to heat treatment for 48 hours in stages at 700-750-800 °C temperatures in the alumina crucibles. After each heat treatment, it was grinded again with agate mortar for 10 minutes. The obtained solid electrolyte ternary compounds were stored in glass bottles. The structural characterization was carried out using X-ray powder diffraction. All phases display with table. It was seen that stable δ-phases were successfully obtained as requested at the end of the study.

Keywords: SOFC, Bismuth III Oxide, Solid Electrolyte, Structure Characterization

SABİT SICAKLIK GRADYENTİNDE DOĞRUSAL OLARAK KATILAŞTIRILMIŞ Bi-43 Sn ALAŞIMINDA LAMELSEL MESAFE VE MİKRO SERTLİĞİN BÜYÜME HIZINA BAĞLILIĞI

E. Üstün^a ve E. Çadırılı^b

^aRemide Yılmaz Atabek Anadolu Lisesi, Niğde, Türkiye, E-mail: erkanustun_07@hotmail.com

^bNiğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Niğde, Türkiye, E-mail: ecadirli@gmail.com

Özet

Bi-43Sn kompozisyona sahip ötektik numuneler, Bridgman tipi doğrusal katılaştırma fırınında sabit bir sıcaklık gradyentinde ($G=3.55$ K/mm) beş farklı büyüme hızında ($V=8.3-164.8$ $\mu\text{m/s}$) yukarı doğru doğrusal olarak katılaştırılmıştır. Numunelerin aniden suya çekilmesi ve metalografik sürecinden sonra numuneler üzerinden lamelsel mesafeler (λ) ve mikrosertlik değerleri (HV) ölçülmüştür. Doğrusal olarak katılaştırılan Bi-43Sn ötektik alaşımı için alt soğumalar (ΔT) Jackson–Hunt ötektik teorisinden hesaplanmıştır. Lamelsel mesafe, mikro sertlik ve alt soğumanın, büyüme hızına bağlılığı regrasyon analizi ile tayin edilmiştir. Elde edilen deneysel sonuçlara göre sabit sıcaklık gradyenti için artan V değerleriyle lamelsel mesafelerin azaldığı buna karşın HV ve ΔT değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. λ^2V ve $\lambda\Delta T$ bağıntıları λ , ΔT ve V değerleri kullanarak belirlenmiştir. Mevcut çalışmada elde edilen sonuçlar, Jackson–Hunt ötektik teorisi ve benzer deneysel çalışmaların sonuçları ile uyum içinde olduğu gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: ötektik alaşım, mikrosertlik, lamelsel mesafe, altoğuma

INVESTIGATION ON WELDABILITY OF 304L STAINLESS STEEL

304L PASLANMAZ ÇELİĞİN KAYNAK EDİLEBİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ

Furkan GÖKÇE^a, Cemal ÇARBOĞA^a, Bülent KURT^a, Serkan DAL^a, Yusuf KARACA^a

^a Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, NEVŞEHİR.
E-mail: yusufkaraca50@gmail.com

Özet

Bu çalışmada, 304L östenitik paslanmaz çeliğin kaynak edilebilirliği araştırılmıştır. 304L östenitik paslanmaz çeliğin işlenebilirliği zordur ancak tokluğu iyi olan bir malzemedir. 304L östenitik paslanmaz çelik kaynağında yaygın olarak kullanılan TIG kaynağı seçilmiştir. Kaynak esnasında 304L östenitik paslanmaz ince sac malzemeye argon gazı uygulanmıştır. Ayrıca % 2 toryum alaşımlı tungsten elektrot kullanılarak TIG kaynağı gerçekleştirilmiştir. 304L östenitik paslanmaz çeliğin kaynak işlemi sonrası kaynak metalinden başlayarak ana metale doğru sertlik ölçümleri yapılmış ve kaynak etkisinin olduğu bölgelerden optik görüntüler alınmıştır. Optik incelemeler sonucunda ITAB bölgesinde kaynak metalinin ve diğer ince ve kaba taneli bölgeler belirgin bir şekilde optik görüntüleri ortaya çıkmıştır. Özellikle kaynak metali ile ısıdan etkilenen ana metal sınır ayırımı optik incelemelerde belirgin bir şekilde görülmektedir. Elde edilen sonuçlar literatür ile karşılaştırılarak tartışılmıştır.

Anahtar kelimeler: 304L östenitik paslanmaz çelik, TIG kaynağı

Abstract

In this study, weldability of 304L austenitic stainless steel was investigated. The workability of 304L austenitic stainless steel is difficult but a good material with good toughness. 304L austenitic stainless steel welding has been selected as a commonly used TIG welding. During welding, argon gas was applied to 304L austenitic stainless thin sheet material. TIG welding was also performed using a 2% thorium alloy tungsten electrode. After welding of 304L austenitic stainless steel, hardness measurements were made from the weld metal to the base metal and optical microstructures were taken from the regions where welding was effected. As a result of the optical analyzes optical microstructures of the weld metal and other fine and coarse-grained regions in the ITAB region have clearly emerged. Particularly, the division of the base metal boundary, which is influenced by heat from the weld metal, is clearly visible in the optical examinations. The results obtained are discussed in comparison with the literature.

Keywords: 304L austenitic stainless steel, TIG welding

OTOMOTİVDE KULLANILAN ULTRA YÜKSEK MUKAVEMETLİ SAC METAL MALZEMELERİN İLİK ŞEKİLLENDİRİLMESİNDE ŞEKİLLENDİRME HIZ HASSASİYETİNİN (STARİN RATE) TESPİTİ

Nuri ŞEN^a, İlyas UYGUR^b, Fikret POLAT^c

^a IMSTEC'17, Düzce, Türkiye, E-posta: nurisen@duzce.edu.tr

^b IMSTEC'17, Düzce, Türkiye, E-posta: ilyasuygur @duzce.edu.tr

^c IMSTEC'17, Düzce, Türkiye, E-posta: fikretpolat @duzce.edu.tr

Özet

Çelik üreticileri otomotiv sektöründe kullanılan sac metal malzemelerin mukavemetini artırma bunun yanında araç ağırlığını hafifletmek için yeni nesil çelikler olarak adlandırılan yüksek ve ultra yüksek mukavemetli (HSS ve AHSS) sac metal malzemeleri üretmeye başlamıştır. Bu tür malzemelerin yüksek mukavemetli olmasının yanında % uzamalarının düşük olması şekillendirme kabiliyetinin sınırlı kılmaktadır. Şekillendirme proseslerini iyileştirilerek ılık şekillendirme yöntemiyle sınırlı olan şekillendirme oranı geliştirilebilir. Bu tür malzemeleri ister oda sıcaklığında ister ılık sıcaklıklarda şekillendirilsin şekillendirilme işlemine başlamadan önce şekillendirme hız hassasiyetinin olup olmadığı belirlenmesi gerekmektedir. Eğer biz ılık sıcaklıkta şekillendirme yapacak isek ilk aşama şekillendirme sıcaklık aralığının tespit edilmesi, ikinci aşama ise şekillendirme hız hassasiyetinin tespit edilmesi gerekmektedir. Bu çalışmada yeni nesil sac metal malzemelerin şekillendirme hız hassasiyet tespiti yapılabilmesi için ilk aşamada belirlenen şekillendirme sıcaklık aralığında ve çekme testi işleminde 0,017 ile 0,034 S⁻¹ olmak üzere 2 farklı şekillendirme hız oranlarında çekme testleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre malzemenin hız hassasiyetinin olmadığı görülmüştür.

Anahtar Kelimeler : AHSS, İlık Şekillendirme, Şekillendirme Hızı

CHARACTERIZATION OF BORON CARBIDE AND NANO B₄C PARTICLE PRODUCTION

Barış GÜNAY^a, Bülent KURT^b, Cemal ÇARBOĞA^b, Khangardas Askerov^c, Serkan Dal^b

^aErciyes University e-mail gunaybariss@gmail.com

^bNevşehir Hacı Bektaş Veli University, e-mail bkurt74@gmail.com, ccarboga@gmail.com, serkandal@nevsehir.edu.tr

^cBartın University e-mail khangardash@bartin.edu.tr

Abstract

In this study, Characterization of boron carbide (B₄C) dust particles produced by BOROPTİK Engineering R & D Manufacturing and Trade Inc. using electric arc method in the range of about 10-20 microns. In the characterization process, the boron ratio was determined by titration method and carbon ratio was determined by carbon analyzer. Again, particle size analysis was carried out using the factory's existing laser diffractometer and SEM microscopy at the same time. In the thesis study, micron sized B₄C particles characterized by planet type ball mill were tried to be reduced to nano size in various parameters. In this context, boron carbide powders in micron size were subjected to grinding at 650 rpm using 12, 24, 36 and 48 hour periods using WC balls at 1/5 and 1/10 (Powder/ball) ratios. The dust particles grinded in each parameter were subjected to SEM analysis for nanoscale determination and the results were discussed.

Keywords: B₄C, Nano, Characterization

GENERAL OVERVIEW OF PUMICE INDUSTRY IN NEVSEHIR

İsmail DİNÇER^a, Ahmet ORHAN^a, Mutluhan AKIN^a and Serap ÇOBAN^b

^a Department of Geological Engineering, Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Turkey,
Email: ahmet.orhan@nevsehir.edu.tr

^b Department of Economics, Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Turkey

Abstract

The pumice industry is one of the most crucial economic incomes in Nevşehir province. Thus, field studies and interviews with industry stakeholders were carried out to determine the general condition and the main problems of the pumice industry. World pumice reserves are estimated to be around 18 billion tons while Turkey has 15.8% of world pumice reserves. Accordingly, Nevşehir has also a substantial potential (about 17% of Turkey pumice reserves) due to its geological structure. At the same time, 20% of pumice mining operation licenses in Turkey are assigned in Nevşehir leading to the first rank with this rate. The total production amount of pumice was calculated as 1,632,410 tons in 2014. The pumice can be employed for more than fifty industrial fields around the globe. For instance, the pumice is widely used as a lightweight construction material in our country as well as in the world. On the other hand, the pumice is mostly preferred as a construction material in Nevşehir province while a small portion of pumice reserve is employed in textile, agriculture and other industrial sectors. The pumice industry of Nevşehir is mainly domestic and its marketing value in sector reached an amount of 12.5 million TL in 2014. A considerable increase with a rate of 100% has been realized for the last five years in the pumice sector. On the contrary, a decreasing trend has been reported in the export volume due to very high transportation costs, poor quality standards of the suppliers in the sector and less alternative fields of use rather than construction (e.g. textile, chemistry etc.). Furthermore, the R&D activities of pumice operating companies in the sector are very limited and 63% of those companies do not invest any money for R&D. At the same time, the cooperation of university and pumice industry is extremely inadequate. Eventually, the major problems of the pumice industry in Nevşehir can be summarized as; insufficient understanding of the product and quality standardization, unconsciousness in marketing and promotion, limited cooperation of university and industry, limited R&D activities, lack of qualified staff, low prices due to unfair competition, lack of cooperative work habit and low quality products dominating the sector.

Keywords: Pumice, Nevşehir, bims, construction, R&D, marketing

OUTDOOR PERFORMANCE OF THREE DIFFERENT PHOTOVOLTAIC (PV) ON-GRID PANELS IN DUZCE AREA FROM 2014 TO 2016

Özge TÜZÜN ÖZMEN^{a,b}, H. Muzaffer ŞAĞBAN^{a,7}, Tuğba ÖZDEMİR^a

^aDepartment of Physics, Düzce University, 81620 Düzce-TURKEY

^bDÜTEM, Düzce University, 81620 Düzce-TURKEY

Abstract

Last few decades, the energy requirement of the world, which still meets 80% of needs from fossil fuels, is increasing rapidly dependent on industrial development, energy based technologies etc. If the role of the fossil fuels continues, the atmosphere temperature will rise by 3.8 oC in the next 20 years due to high carbon emissions. By considering these drawbacks of using fossil fuels, photovoltaic systems (PV) is a promising alternative to produce clean energy using solar radiation supplied by nature. In this study, we investigate the performance of solar panels dependent on the PV panel type and operation years. For this aim, amorphous silicon (a-Si) (2.40 kW), polycrystalline silicon (poly-Si) (2.64 kW) and single crystalline silicon (sc-Si) (2.35 kW) PV panels were installed as on-grid on the roof of Düzce University Scientific and Technological Researches Application and Research Center (DÜBİT) and investigated for 2014, 2015 and 2016. The data of PV panels, which were produced energy (kWh), amount of radiation (W/m²), environmental temperature (oC) and panel temperature (oC), have been recorded by datalogger with the steps of 5 min as daily, monthly and yearly. The performance ratios, yields of panels and climate changes at Düzce area were analyzed for three different panel type. Additionally, effects of aging on PV panels were investigated by comparing the performance parameters dependent on years. The results show that performance ratios and yields of PV panels were decreased from 2014 to 2016 with the ratio of ~0.5% yearly. Additionally, sc-Si has the highest panel efficiency when compared to the other panel types independent to year.

Keywords: Renewable energy, PV panel types, Effect of aging, Performance comparison

A REVIEW OF TREATMENT OF COKING INDUSTRY WASTEWATERS

Serkan Sahinkaya

Nevsehir Haci Bektas Veli University, Nevsehir, Turkey, E-mail: serkansahinkaya@nevsehir.edu.tr

Abstract

Wastewaters produced by coking industry comprise high concentrations of some inorganic and organic pollutants (phenols, aromatic nitrogenated compounds, polycyclic aromatic compounds, ammonia, sulfide, and cyanide). These wastewaters must be treated before being discharged into receiving waters. The most commonly utilized processes for the treatment of coking wastewaters are caustic treatment and steam stripping as pre-treatment, followed by biological treatment such as the conventional activated sludge process, anoxic/oxic process, anaerobic–anoxic–oxic system and sequencing batch reactor. In this study, the treatment alternatives of coking wastewaters is reviewed and evaluated comprehensively.

Keywords: Coking wastewaters, treatment.

ADSORPTION STUDY OF CARVACROL ON MODIFIED BENTONITE

Doha BERRAAOUAN^{1*}, Mohamed EL MIZ¹, Abdesselam TAHANI¹

¹Laboratoire de Chimie Physique des Ressources Naturelles et Environnement, Université Mohamed Premier, BV
Mohammed VI B.P. 524, Oujda 60000, Maroc, *E-mail: dohaberraaouan@gmail.com,

Abstract

The ability of Modified Bentonite to adsorb carvacrol in aqueous solutions at different solid/liquid ratios has been investigated. The bentonite, that has been collected from the Nador province (North-East of Morocco), underwent a serial process of purifying and doping with sodium chloride, cetyl pyridinium chloride and alumine. The adsorption study has been carried out using carvacrol from Sigma Aldrich, and magnetic stirring at 500rpm. The experimental isotherm data were analyzed using the Langmuir and Freundlich equations. The Bentonite used in this study exhibited a satisfying potential for the adsorption of carvacrol in aqueous solutions.

Keywords: Clays, Modified Bentonite, Carvacrol, Adsorption Isotherm

1.2344 SICAK İŞ TAKIM ÇELİĞİNİN KUTU SEMENTASYON YÖNTEMİ İLE VC KAPLANMASI VE KARAKTERİZASYONU

VC COATING AND CHARACTERISATION OF 1.2344 HOT WORK TOLL STEEL BY BOX CEMENTATION METHOD

Yusuf KARACA^a, Bülent KURT^a, Serkan DAL^a, Lütfullah ÖZDOĞAN^b, Cemal ÇARBOĞA^a

^a Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir, E-mail: bkurt@nevsehir.edu.tr

^a Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir E-mail: yusufkaraca50@gmail.com

^a Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir, E-mail: serkandal@nevsehir.edu.tr

^b Sakarya Üniversitesi, Sakarya, E-mail: lutfullah.ozdogan@gmail.com

Özet

Bu çalışmada, 1.2344 sıcak iş takım çeliğinin yüzeyi TRD metodu ile kaplanarak sert yüzeyler elde edilmeye çalışılmıştır. Kaplanacak olan çelik malzemeler sırasıyla 900, 1000, ve 1100°C proses sıcaklıklarında kaplama tabakasının oluşması için 2 saat beklenilmiştir. Sıcak iş takım çeliğinin yüzeyi Vanadyum Karbürlerle kaplanmıştır. Optik mikroskoba bağlı celemex analiz sistemi sonucu altlık malzeme yüzeyinde oluşan Vanadyum Karbür kaplamanın kalınlıkları proses sıcaklık ve süresine bağlı olarak 12 µm ile 60 µm arasında elde edilmiştir. 1.2344 sıcak iş takım çeliklerinin malzeme yüzeyinde oluşan Vanadyum karbür tabakasının sertliğinin 1401 HV olduğu görülmüştür.

Anahtar Kelime: TRD, 1.2344 çeliği, sıcak iş takım çelikleri, vanadyum karbürler, kutu sementasyon

UNFOLDING OF SHEET METAL COMPONENT USING STEP FILE OF CAD MODEL

Veysel ÇELİK^a and İ. Hüseyin FİLİZ^b

^a ERDEMİR Engineering Co. - Hatay/Turkey (vcelik@erdemir.com.tr).

^b Department of Mechanical Engineering, University of Gaziantep - Turkey. (hfiliz@gantep.edu.tr).

Abstract

In the study, an algorithm is developed for unfolding of sheet metal component. This algorithm is automated with a program written by using visual C# programming language. In the algorithm, flattening operation starts with reading of the STEP file which is obtained from any commercial software used for 3D model of the sheet metal components. The process continues to the recognition of features by going through the analyses for the shape, size, orientation and relationships between various geometric features in such a way that sequence of unfolding operations should be optimum. The flattened component is compared with unfolded component obtained by using any commercial CAD software sheet metal module in order to illustrate the effectiveness of the algorithm. This program is practical and user oriented and independent from any commercial CAD software for unfolding. The only input necessary for this program is the STEP file obtained from any CAD software.

Keywords: Sheet metal, Flat pattern development, Unfolding, STEP file, Feature recognition.

ELECTRICAL CONDUCTIVITY AND MICROSTRUCTURE PROPERTIES OF Cu-Mo COATINGS

Serkan Islak^a, Vahdettin Koç^b ve Cihan Özorak^a

^a Department of Materials Science and Nanotechnology Engineering, Kastamonu University, Kastamonu, Turkey, E-mail: serkan@kastamonu.edu.tr, ozorak@kastamonu.edu.tr

^b Technical Sciences Vocational High School, Adiyaman University, Adiyaman, Turkey, E-mail: vkoc@adiyaman.edu.tr

Abstract

In this study, Cu–Mo composite coatings were produced on copper substrate by plasma spray technique. Electrical conductivity and microstructure properties of the composite coatings were investigated. Microstructure and phase composition of the coatings were examined by using optical microscopy (OM), scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD), and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). The microhardness experiments were also performed by using a microhardness machine. The electrical conductivity properties of the coatings were evaluated with eddy current instruments. Although the electrical conductivities of the coatings are very small compared to the substrate, it has been determined that the coatings exhibit a very good hardness values in comparison to the substrate.

Keywords: Cu-Mo coating, electrical conductivity, microstructure

FIRST-PRINCIPLES INVESTIGATIONS ON STRUCTURAL AND ELASTIC PROPERTIES OF YAl_3

Tahsin Özer^a

^a OsmaniyeKorkut Ata UniversityBahçe Vocational High School ,Osmaniye, Turkey, E-mail: tahsinozer@osmaniye.edu.tr

Abstract

Structural stabilities and elastic properties of YAl_3 are investigated using first-principles calculations within the frame work of the density functional theory which is used as implemented in the Quantum ESPRESSO code. YAl_3 is hexagonal with lattice parameters $a=6.256\text{Å}$, $c=4.636\text{Å}$ and $c/a=0.7409$. The elastic constants are computed using the ElaStic software. Poisson's ratio, shear, bulk and Young's modulus obtained by using the Hill approximations are 0.22, 50.67GPa, 72.05GPa, 123.14 GPa, respectively. All values of calculations are compared with available experimental and theoretical data

Keywords: YAl_3 , Elastic constant, Structural parameters

PP VE PE İSKELET BAĞLAYICILARDAN OLUŞAN BESLEME STOKLARIN TOZ ENJEKSİYON KALIPLANABİLİRLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI

Levent URTEKİN

*Ahi Evran Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Türkiye, levet.urtekin@ahievran.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, toz enjeksiyon kalıplama yöntemi için tasarlanan bir vidalı kemik implantı kalıbının farklı iki besleme stokunun kalıplanabilirlik davranışını belirlemek için yapılan bir analiz çalışmasıdır. Besleme stokları ana, iskelet ve yağlayıcıdan oluşan bir bağlayıcı sistemini içermektedir. Genelde iskelet bağlayıcı ana bağlayıcıya göre daha yüksek erime sıcaklığına sahip termoplastiklerden seçilmektedir. Böylece erime sıcaklığı daha yüksek olan iskelet bağlayıcıya göre kalıplama ve bağlayıcı giderme parametreleri belirlenmektedir. Bu çalışmada Polipropilen (PP) ve Polietilen (PE) iskelet bağlayıcı olarak seçilmiş ve 65:30:5 (ana/iskelet/yağlayıcı) karışım oranlarındaki besleme stoklarının simülasyon çalışması ile kalıplanabilirlik ön-parametreleri belirlenmeye çalışılmıştır. Simülasyon çalışması ile PP ve PE iskelet bağlayıcısının tasarlanan dört gözlü bir kalıp içerisindeki basınç, sıcaklık, ütüleme basıncı, akış hızı ve dolum zamanı analizleri karşılaştırılmıştır. Elde edilen ön veriler sonucunda gerçek uygulamada zaman enerji ve maliyet tasarrufu sağlanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Toz Enjeksiyon Kalıplama, Besleme Stoku, Simülasyon

Not: Bu çalışma TÜBİTAK 114M766 numaralı proje ile gerçekleştirilmiştir.

INVESTIGATION OF POWDER INJECTION MOLDABILITY OF FEEDSTOCKS CONTAINING PP AND PE SKELETER BINDING

Abstract

In this work, an analysis study was conducted to determine the moldability behavior of two different feedstocks of a screw bone implant mold designed for powder injection molding. Feedstocks consist of a binder system consisting of main, skeleton and lubricant. In general, the skeleton binder is selected from thermoplastics having a higher melting temperature than the main binder. Thus, the molding and debinding parameters are determined according to the skeleton binder having a higher melting temperature. In this study, polypropylene (PP) and polyethylene (PE) were selected as skeletal binder and the moldability pre-parameters were tried to be determined by simulating the feedstocks of 65: 30: 5 (main / skeletal / lubricant) mixture ratios. The simulation study compared the pressure, temperature, pressing pressure, flow rate and filling time analysis of a four-chamber mold designed for PP and PE skeleton connectors. Based on the obtained preliminary results, time, energy and cost saving are practically ensured.

Keywords: Powder Injection Molding, Feedstock, Simulation

AN ENZYMELESS HYDROGEN PEROXIDE AMPEROMETRIC SENSOR BASED ON PD NANOPARTICLES SUPPORTED ON (3-AMINOPROPYL) TRIETHOXYSILANE FUNCTIONALIZED CeO₂

Muhammet Guler* Vedat Turkoglu

*YuzuncuYil University, Faculty of Science, Department of Chemistry, 65080, Van, Turkey, E-mail: mguler@yyu.edu.tr

Abstract

Herein, cerium (IV) oxide (CeO₂) was functionalized using (3-aminopropyl) triethoxysilane (APTES). Pd nanoparticles was supported on the CeO₂-APTES. The nanocomposites were characterized using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD), and High-resolution transmission electron microscopy (HRTEM). The Pd@CeO₂-APTES showed better electrocatalytic response to the reduction of H₂O₂ compared with CeO₂-APTES. The fabricated sensor exhibited two linear responses to the reduction of H₂O₂. The first one was from 0.001 to 3.276 mM with 0.47 μM of a low limit of detection (LD) (S/N = 3) and excellent sensitivity of 440.72 μA mM⁻¹ cm⁻² and the second one was from 3.276 to 17.500 mM with the sensitivity of 852.65 μA mM⁻¹ cm⁻² in the optimum conductions. Also, the sensor exhibited 91% of electrocatalytic activity toward H₂O₂ after having been used for 30 days and good reproducibility. The sensor response to H₂O₂ was not affected by ascorbic acid, fructose, glycine, dopamine, arginine, mannose, glucose, uric acid, Mg⁺², Ca⁺² and phenylalanine at the studied potential. Also, the fabricated sensor was used to determine H₂O₂ in milk samples. The data obtained from the milk samples shows that the constructed sensor can be a promising device for the determination of H₂O₂ in real samples.

Keywords: Amine functionalized cerium (IV) oxide, Pd nanoparticles, sensor, hydrogen peroxide.

KORDİYERİT TABANLI VİTRİFİYE FIRIN ATIKLARININ SERAMİK KÖPÜK FİLTRE ÜRETİMİNDE KULLANIMININ ÖN ARAŞTIRMASI

Eray Çaşın, İskender Işık, Mustafa Yaman

¹Ece Banyo Gereçleri San. ve Tic. A.Ş., Türkiye, Çorum, eraycasin@ece.com.tr, mustafayaman@ece.com.tr

²Dumlupınar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Türkiye, Kütahya, iskenderisik@dpu.edu.tr

Özet

Metalik malzemeler farklı yöntemler ile şekillendirilir. Bunlardan bir tanesi de döküm yolu ile şekillendirilmez. Metalik eriyikler içerisinde istenmeyen safsızlıklar barındırırlar. Döküm esnasında bu cürufların bir kısmı alınır fakat erimeyen cüruflar da şekillendirilen ürün içerisinde kalabilir. Bu cürufların malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerini bozmaması için seramik filtreler kullanılır. Kordiyerit tabanlı filtreler pik döküm işlemleri için yüksek sıcaklığa dayanım ve yüksek termal şok direnci gösteren malzemeler olduğundan tercih edilen malzemelerdir.

Bu çalışmada, seramik sağlık gereçleri sektöründe üretim yapan firmalarda kullanılan ve kullanım süresi dolduğunda atık olan mullit – kordiyerit fırın malzemelerinin geri dönüşümü yapılarak metal döküm sektörü için mullit ve kordiyerit-mullit köpük filtre yapılabilirliği araştırılmıştır. Bu fırın malzemeleri yurt dışından alınmakta ve maliyetleri nispeten yüksektir. Çalışma esnasında Ece Banyo Gereçleri Sanayi ve Ticaret A.Ş.'de kullanılmış ve atık olarak ayrılan mullit kordiyerit roller rulo malzemeleri ve fırın plakalarının köpük filtre üretiminde kullanılabilirliği incelenmiştir. Çalışma ile elde edilen malzemenin üretim maliyetleri nispeten düşük, piyasada bulunan kordiyerit tabanlı seramik filtreler ile aynı özellikte olması beklenmektedir. Geri dönüşüm teknikleri kullanılarak elde edilen bu malzemenin, ithal yolla alınıp kullanılan seramik filtrelere alternatif olacağı tahmin edilmektedir.

Kordiyerit tabanlı filtre üretimi için; kimyasal, mineralojik, termogravimetrik, sinterleme davranışlarının tayini, termal genleşmelerin tespiti ve mikro yapı analizleri karakterizasyonda baz alınmıştır. Bu analizler ile piyasadaki filtrelerin karakterizasyon analiz sonuçları karşılaştırılıp doğru reçete belirlenecektir. Şekillendirmeyi sağlayacak köpük malzeme ile şekillendirme işlemi yapıp gözeneklilik analizleri yapılacaktır. Metal döküm sektöründe üretilen köpük filtrenin denemeleri yapılacaktır.

Anahtar kelimeler: Kordiyerit, Mullit, Metal Döküm, Geri Dönüşüm, Seramik Sağlık Gereçleri.

EFFECT OF DIFFERENT CURE PROCESSES ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF EPOXY/CTBN BLEND

Harun SEPET^a and Necmettin Tarakcioglu^b

^a University of Selçuk, Konya, Turkey, E-mail: harunsepet@selcuk.edu.tr

^b University of Selçuk, Konya, Turkey, E-mail: ntarakcioglu@selcuk.edu.tr

Abstract

Epoxy laminating resin was premixed with (10 %wt.) carbonyl-terminated butadiene acrylonitrile copolymer (CTBN) liquid rubber. The CTBN-Epoxy blend was sonicated in an ultrasonic sonicator for 10 min and then cured with a EPIKOTE™ resin MGS L285 and EPIKURE™ curing agent H285 curing agent for two different cure process. First cure process, it was cured at 90°C for one hour and post-cured at 120°C for three hours in an air oven. Second cure process, it was cured at 23°C for 24 hours and post-cured at 60°C for 15 hours in an air oven. Afterwards, fracture and tensile test were carried out to detect mechanical properties. As a result, the mechanical properties of neat epoxy and epoxy / CTBN at high temperature and short curing conditions were found to be higher than those of at low temperature and long-term curing conditions.

Keywords: Epoxy, CTBN, Fracture Toughness, Tensile Properties, Cure Process

REMOVAL OF COBALT IONS FROM AQUEOUS SOLUTIONS BY USING ULTRASONIC-ACID MODIFIED PUMICE

Erkan KALIPCI*^a, Hüseyin CÜCE^a, Osman Önder NAMAL^a

^a Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir, TURKEY, E-mail: ekalipci@nevsehir.edu.tr

Abstract

If Co(II) ions present in the industrial wastewater are discharged without any treatment, they threaten environment and human health due to ecotoxic effect. In this study, removal of Co(II) from aqueous solutions was investigated by using pomice (PS) of Nevşehir district and its modified form with ultrasonic-acid (MPS). Adsorption experiments were carried out for the removal of Co(II) ions with different amounts of adsorbent dosages, for varying contact times (0-300 min.), solution pH (3.0-12.00), temperature (15 °C, 30°C, 45 °C) as well as stirring speeds (200-300 rpm). The adsorption process was also investigated for its convenience to Freundlich and Langmuir isotherms. As a result of the study, it was determined that adsorption was reached to an equilibrium in as short as 120 minutes. For the removal of Co(II) ions, the removal efficiencies at the 120th minute with 1g and 2g PS were found as 49.2% and 78.3%, respectively. It was found that the experimental data for the removal of Co(II) ions with PS and MPS were well fit to Freundlich isotherm model and adsorption process was endothermic and spontaneous. Consequently, it was determined that raw pomice might be used for the removal of Co(II) ions and modified pomice had 10% higher adsorption capacity than the raw pomice. It was concluded that pomice which is low-cost, environmentally-friendly and abundantly found in Nevşehir can be preferably used for the removal of Co(II) ions.

Keywords: Nevşehir, Pomice, Adsorption, Co(II) removal, Ultrasound.

BETON KARIŞIM SUYUNUN DONATI KOROZYONUNA ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

Mine KURTAY^a, Hüsnü GERENGLİ^b

^a Korozyon Araştırma Laboratuvarı, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Düzce Üniversitesi, 81620 Düzce, Türkiye E-mail: minekurtay90@gmail.com

^b Korozyon Araştırma Laboratuvarı, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Düzce Üniversitesi, 81620 Düzce, Türkiye E-mail: husnugerengi@duzce.edu.tr

Özet

Agrega, çimento ve karışım suyunun birleştirilmesi ile oluşan beton, yüzyıldan beri kullanılan ve önümüzdeki yıllarda da yine kullanılacak olan kompozit bir malzemedir. Gerektiği gibi planlanıp uygulandığı zaman ekonomik, dayanıklı, yeterli dayanıma sahip ve istenilen şekilde üretilebilen en uygun yapı malzemesi olmasına rağmen, betonun özellikleri ve bulunduğu ortam koşulları betonarmede donatı korozyonuna neden olmaktadır. Özellikle karışım suyunda mevcut olan yabancı maddelerin meydana getirdiği reaksiyon sonucunda betonun mukavemeti ve durabilitesi olumsuz yönde etkilenmektedir. Ayrıca donatıda meydana gelecek korozyon nedeniyle yapılardan beklenen emniyet ve servis ömrü de büyük ölçüde etkilenmektedir.

Bu çalışmada; karışım suyunun donatı korozyonuna etkisini değerlendirmek amacıyla son 5 yılda SCI kapsamındaki dergilerde basılmış olan özgün makaleler incelenmiştir. Donatı korozyonunu belirlemek üzere uygulanan, elektrokimyasal korozyon ölçme yöntemleri, kullanılan inhibitörler, karışım suyunun kimyasal bileşiminin (klor, sülfat, karbonat vb.) etkisi mukayese edilerek bulgular tartışılmış ve öneriler sunulmuştur.

Anahtar kelimeler: Beton, Donatı korozyonu, Karışım suyu

TEŞEKKÜR: Bu çalışma Düzce Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri tarafından desteklenmiştir.

BİYOBOZUNUR İMPLANT OLARAK MAGNEZYUM VE ALAŞIMLARI

Ertuğrul KAYA^a, Hüsnü GERENGİ^b

^aKorozyon Araştırma Laboratuvarı, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Düzce Üniversitesi, 81620 Düzce, Türkiye E-mail: ertugrul.kaya.92@gmail.com

^bKorozyon Araştırma Laboratuvarı, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Düzce Üniversitesi, 81620 Düzce, Türkiye E-mail: husnugerengi@gmail.com

Özet

Magnezyumun kemik sağlığına olumlu katkısının bilinmesi ve vücut içerisinde kolayca çözünebilmesi gibi özellikleri yeni nesil ortopedik uygulamalarda kullanılabilme potansiyelini arttırmaktadır. Özellikle kardiyovasküler stentler, kısa süren kemik travmaları, çene ve diş implantasyonları gibi uygulamalarda yoğun olarak magnezyum implantlar kullanılmaktadır.

Bu çalışmada; magnezyum ve alaşımlarının vücut içerisindeki korozyon mekanizmasını değerlendirmek ve biyomedikal uygulamalarda kullanımını yaygınlaştırmak amacıyla son 5 yılda SCI kapsamındaki dergilerde basılmış olan özgün makaleler incelenmiştir. Magnezyum ve alaşımlarının, *in-vivo* koşullarda implant yüzeyini iyileştirmek ve korozyon hızını azaltmak için yapılan ön işlemler sonucu elde edilen bulgular tartışılmış ve sonuçlar kıyaslanmıştır.

Anahtar kelimeler: Magnezyum, Biyobozunur implant, Korozyon

TEŞEKKÜR: Bu çalışma Düzce Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri tarafından desteklenmiştir (Proje no: 2017.06.05.566).

DIATOMITE MODIFICATION OBTAINED BY RECYCLED PLASTIC

Filiz BORAN^{1a} and İbrahim BİLİCİ^{2b}

^a Hitit University, Chemical Engineering Department, Corum, TURKEY, E-mail: filizbektas@hitit.edu.tr

^b Hitit University, Chemical Engineering Department, Corum, TURKEY, E-mail: ibrahimbilici@hitit.edu.tr

Abstract

Diatomite is a siliceous mineral based naturel source and used in numerous way such a filter agent, adsorbent, soil amendmets etc. For instance, the diatomite can be used by adequate modifications or directly. In this study natural diatomite modification investigated via recycled plastic as a potential. For this purpose, natural diatomite and waste PET bottle were used. Diatomite was primarily removed from dirt and other foreign substances and then prepared for modification. Collected and cleaned bottle crushed as a flake. After pretreatment of flakes, polyols obtained by PET in batch reactor. Obtained polyols characterized by FT-IR spectrum, acid and hydroxyl number. Diatomite surface area measurement analysis and morphology of modified diatomite were performed by Brunauer-Emmett-Teller (BET) surface area and nitrogen adsorption/desorption technique and scanning electron microscopy (SEM). According to results, it is revealed recycled PET polyols can be a potential modification material.

Keywords: Diatomite, Modification, Polyols, PET recycling

BORONYUM KATKILI KOROZYON İNHİBİTÖRLERİ

Mesut YILDIZ^a, Hüsnü GERENGİ^b, H. İbrahim UĞRAŞ^c

^aKorozyon Araştırma Laboratuvarı, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Düzce Üniversitesi, 81620 Düzce, Türkiye, E-mail: mesutyildiz@duzce.edu.tr

^bKorozyon Araştırma Laboratuvarı, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Düzce Üniversitesi, 81620 Düzce, Türkiye, E-mail: husnugerengi@duzce.edu.tr

^cKimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Düzce Üniversitesi, 81620 Düzce, Türkiye, E-mail: halilugras@duzce.edu.tr

Özet

Çevre ve insan sağlığı üzerinde zararlı etkiye sahip olmadığı için ekolojik inhibitör sınıfına giren iyonik sıvıların günümüzde korozyon inhibitörü olarak kullanımına yönelik çalışmalar önem kazanmaktadır. Bu çalışmada katyon kısmında bor içeren iyonik sıvıların (Bis (1-tritil-1H-imidazol-3il) dihidroboronyum (S)-2-amino-3-metibütanoat (Inh1), Bis (1-tritil-1H-imidazol-3il) dihidroboronyum 2-amino-3-fenilpropanoat (Inh2), Bis (1-tritil-1H-imidazol-3il) dihidroboronyum 2-amino-4-metilpentanoat (Inh3), Bis (1-tritil-1H-imidazol-3il) dihidroboronyum (S)-2,5-diamino-5-oksopentanoat (Inh4)), 0.1 M HCl ortamında, düşük karbon çeliğinin (St37) korozyon mekanizmasına etkisi elektrokimyasal korozyon ölçme yöntemlerinden Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) ve Tafel Polarizasyon yöntemleri ile belirlenmiştir. Elektrokimyasal deneyler sonrası metal yüzeyinde meydana gelen değişimler Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Ray Spektroskopisi (EDS) analizleri ile incelenmiştir. İnhibitör etkinlik değerleri $Inh1 > Inh2 > Inh3 > Inh4$ şeklinde belirlenmiştir. Elektrokimyasal korozyon belirleme yöntemleri ve morfolojik yüzey analizleri sonucunda elde edilen veriler, kullanılan iyonik sıvıların asidik ortamda St37'nin korozyonunu engellemek üzere korozyon inhibitörü olarak kullanılabileceğini ortaya koymaktadır.

Anahtar kelimeler:Boronyum Katyonu, İyonik sıvı, Korozyon

TEŞEKKÜR: Bu çalışma; 1003 - Öncelikli Alanlar Ar-Ge projeleri destekleme programı çerçevesinde TÜBİTAK (Proje No: 114M933) 1003 projesi olarak desteklenmiştir.

BORİK ASİT ESASLI BORLAMA KARIŞIMIYLA BORLANAN SAE 1020 ÇELİĞİNİN BORÜR TABAKASININ KARAKTERİZASYONU

THE CHARACTERIZATION OF BORIDE LAYER ON BORONIZED SAE 1020 STEEL WITH BORIC ACID BASED BORONIZING MIXTURE

İlyas TÜRKMEN^a, Emre YALAMAÇ^a, Sibel CAN, Aysun YOLACAN

^a Manisa Celal Bayar University, Metallurgical and Materials Engineering Department, Manisa, Turkey,
E-mail: ilyas.turkmen@cbu.edu.tr, emre.yalamac@cbu.edu.tr, sblcn0@gmail.com, aysunyolacan@gmail.com

Özet

Bu çalışmada, kutu borlama yöntemiyle farklı sürelerde borlanan SAE 1020 çeliğinin yüzey özellikleri incelenmiştir. Bor kaynağı olarak borik asit (H_3BO_3) içeren yeni bir borlama karışımı hazırlanmış ve borlama işleminde kullanılmıştır. Çelik numuneler $850^\circ C$ sıcaklıkta 2, 4, 8, 12, 16 saat süreler ile borlanmıştır. Oluşan borür tabakaları kalınlık ve morfolojik açıdan optik mikroskop ile incelenmiştir. Optik mikroskop incelemelerinde testere diş morfolojisine sahip tek fazlı bir borür tabakası oluşumu gözlemlenmiştir. Borür tabakasında mevcut faz/fazların tanımlanması için XRD analizi uygulanmıştır. XRD analizi sonucunda oluşan tabakaların tek fazlı (Fe_2B) bir yapıda olduğu görülmüştür. Yüzeyden makro sertlik, kesitten mikro sertlik ölçümleri alınarak borür tabakasının sertlik değerleri belirlenmiştir. Borür tabakalarının yapışma davranışları Daimler Benz Rockwell C adhezyon testiyle belirlenmiştir. Bu test sonucunda borür tabakasının yapışma mukavemeti kalitesi kabul edilebilir bulunmuştur.

Anahtar Kelimeler: Borlama, Borik Asit, Rockwell C indentasyon, SAE 1020

Abstract

In this study, SAE 1020 steel was boronized for different times by powder-pack boronizing method and surface properties of the boronized samples were investigated. A new boronizing mixture containing boric acid (H_3BO_3) as a boron source was prepared and used in the boronizing process. SAE 1020 steel samples were boronized at $850^\circ C$ for 2, 4, 8, 12, 16 hours. Thickness and morphology of the formed boride layers were examined by an optical microscope. Formation of a single-phase boride layer with saw-tooth morphology was observed in all samples. XRD analysis was performed to identify phase/phases in the boride layer. As a result of XRD analysis, it was observed that the formed boride layers had a single phase (Fe_2B) structure. Macro hardness measurements were performed from the surface of the samples. Micro hardness measurements were performed from the cross section of the samples. Thus, the hardness values of the boride layers were determined. Adhesion behavior of the boride layers was specified by Daimler-Benz Rockwell C adhesion test. As a result of this test, the quality of the adhesion strength of the boride layer was found acceptable.

Key words: Boronizing (Boriding), Boric Acid, Rockwell C indentation, SAE 1020

OPTICAL PROPERTIES OF (Cu, Al, In)-DOPED SnO₂ THIN FILMS GROWN BY SPRAY METHOD

Sibel Gürakar¹ and Tülay Serin²

^a Department of Physics Engineering, Ankara University, Ankara, Turkey,
E-mail: sgurakar@eng.ankara.edu.tr, serin@eng.ankara.edu.tr

Abstract

The undoped, Cu, Al and In (2 at. %) doped SnO₂ thin films were grown by spray method on microscope glass substrates. The effect of Cu, Al and In doping on the optical properties of SnO₂ films were studied. The optical transmittances of thin films were measured with UV-Vis-NIR spectrometer in the 300–2500 nm wavelength range. A simple analysis according to Swanepoel's method was applied to derive the real and imaginary parts of the complex index of refraction plus film thickness. The optical band gap, E_g values of the films were obtained from the spectral dependence of the absorption coefficient, using the Tauc relation.

Keywords: SnO₂, doping, thin films, optical properties

PRODUCTION AND COMPARISON OF ALUMINA/ZIRCONIA AND NANO NICKEL REINFORCED ALUMINA/ZIRCONIA COMPOSITES

Betül KAFKASLIOĞLU and Yahya Kemal TÜR

Gebze Technical University, Gebze, KOCAELİ, E-mail: bkafkaslioglu@gtu.edu.tr
Gebze Technical University, Gebze, KOCAELİ, E-mail: yktur@gtu.edu.tr

Abstract

Alumina materials are low cost and they have properties such as high compressive strength, high hardness and corrosive resistance which are desired in many engineering applications. However, their low bending/tensile strength and low toughness restrict their applications. On the other hand, tetragonal zirconia is a high toughness material due to tetragonal monoclinic transformation toughening mechanism, but its hardness is much lower than other technical ceramics. In order to increase strength and toughness of alumina materials, a wide range of research is conducted on zirconia toughened alumina (ZTA) composites. However, these materials have relatively lower hardness and wear resistance. Another approach to improve properties of alumina materials is to reinforce them with a metal phase. If the metal phase dimensions are in micrometers, it contributes to the toughness of the material but a decrease in hardness results. To overcome this decrease, research is being conducted on nano metal reinforced materials.

In this work, the effect of nickel reinforcement to the microstructure and properties of the ZTA composite was investigated. $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ -nano metal powder mixture was prepared by heterogeneous precipitation of the metal phase and the mixture was pressureless sintered in a reducing atmosphere. In the proposed study, 1 vol. % nickel was preferred as nano metal phase with 5 vol. % yttria stabilized zirconia (YSZ) reinforcement. Also, polypropylene carbonate (PPC) which would decompose in reducing atmosphere was used to increase the green density and green strength of the specimens.

The phase analysis was carried out by X-ray diffractometry (XRD) and the bulk density was measured with the Archimedes' method. SEM analysis of the thermally etched specimens was conducted to characterize the microstructure. The flexural strength of specimens was tested in three-point bending test. Toughness and hardness of the sintered specimens were measured by Vickers indentation technique. It was observed that the desired composite powder mixture could be prepared by the heterogeneous precipitation method. The highest relative density was obtained from ZTA composites as 99.15 %. With metal reinforcement, there was a slight decrease in densification from 99.15 to 98.8. On the other hand, the measured hardness values revealed that 1 vol. % nickel reinforcement could provide a hardness increment in ZTA composite from 20.77 GPa to 22.52 GPa.

Keywords: Alumina, Zirconia, Composite, Metal Reinforcement, Mechanical Properties

CHARACTERIZATION OF SM123 INFILTRATED-Y123 SUPERCONDUCTORS

Nihat Simsek^a, İbrahim Karaca^b

^aYıldırım Beyazıt Anatolian High School, Krikkale, Turkey, E-mail: n.simsekr@gmail.com

^bDepartment of Physics, Ömer Halisdemir University, 51240 Nigde, Turkey, E-mail: i.karaca@ohu.edu.tr

Abstract

(RE)BCO superconductors were produced by Melt Growth Infiltration (MGI) method. The process basically established that all phases are grown in the same powder pellets and outside of the infiltrated Sm123 pellet powders were a mixture which fifty percentages of Sm_{1.46}Ba_{1.54}Cu_{3.20}O_y(Sm123) and Y₁Ba₂Cu₃O_y(Y123) without CeO₂ doping. The pellets were heated at 1040 °C and then cooled to 1005 °C slowly, after than they cooled to room temperature rapidly. The effects of infiltration Sm123 phase have been investigated in terms of XRD, and AC susceptibility. AC susceptibility result was showed that the transition temperature (T_c) was measured at 94.288 K by in the sample Free-IP. At the end of the annealing process, from XRD peak analysis, Y123 phase volume fraction reached to 37.0079% at sample IP6.

Keywords: RE123 Superconductor; Infiltration Process(IP); X-ray Diffraction; AC Susceptibility.

THE INFLUENCE OF MULTISTAGE COATING ON THE STRUCTURAL INTEGRITY OF THE RETICULATED ZNO CERAMICS FABRICATED BY THE REPLICATION METHOD

ÇOK AŞAMALI KAPLAMANIN REPLİKA YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN AĞ YAPILI ZNO' NUN YAPISAL BÜTÜNLÜĞÜNE ETKİSİ

Memnune Kardeş^a and Koray Öztürk^b

^a Gebze Teknik Üniversitesi, Kocaeli, Türkiye, E-mail: memnunedaglar@gtu.edu.tr

^b Gebze Teknik Üniversitesi, Kocaeli, Türkiye, E-mail: kozturk@gtu.edu.tr

Özet

Yüksek gözenekli (>%60) ve kendi kendini destekleyebilen ZnO ağ yapılı seramiklerin polimer sünger "replika" yöntemiyle üretimi gerçekleştirilmiştir. Açık gözenekli 24 ppi' lik (liner inç başına gözenek sayısı) poliüretan sünger başlangıç şablonu olarak seçilmiş ve ilk aşamada yüksek katı içerikli (%62,5) ve mikron-altı ZnO seramik tozu içeren asıltı ile kaplanmıştır. Gözeneklerin kapanmasını engellemek amacıyla, fazla seramik asıltı hava üflenerek uzaklaştırılmıştır. Sinterleme işleminden önce, yaş yapı oda sıcaklığında bir gece bekletilerek yavaşça kurutulmuş ve makro boyutlu çatlak oluşumunun önüne geçilmiştir. Yapının sinterlenmesi esnasında polimer altlık sünger ve seramik asıltıdaki bağlayıcıların parçalanarak uçması sonucunda bünyede çatlaklar oluşmakta ve mekanik mukavemeti düşmektedir. Bu çatlaklar özellikle ağ duvarlarının kenarlarında ve keskin köşeler boyunca gözlemlenmektedir. Aynı zamanda ağ duvarlarının merkezinde üçgen boşluklar mevcuttur. Birinci kaplama adımı sonucunda yapıda ortaya çıkan bu çatlaklar, ikinci kez kaplama uygulanarak farklı ısıtma rejimiyle sinterlenmiş ve bunun sonucunda çatlakların bir kısmı giderilerek, yoğunluk kazanımı sağlamıştır. Üçüncü kaplama adımından sonra yapıda bulunan mevcut çatlaklar büyük ölçüde giderildiği görülmüştür. Çok aşamalı kaplama süreçleri, sinterleme esnasında ağ duvarları üzerinde meydana gelen çatlaklar ve ağ merkezlerindeki üçgen boşlukların giderilmesinde başarılı olmuştur.

Anahtar kelimeler: Ağ yapısı, ZnO, replika yöntemi

Abstract

Highly porous (> 60%) and self-supporting ceramics with reticulated ZnO structure were produced using the polymer sponge "replica" method. The open pore polyurethane foam of 24 ppi (number of pores per linear) was selected as the initial template and was covered with a suspension containing high solids content (62.5%) and submicron ZnO ceramic powder at first stage. The excess ceramic suspension was removed by blowing air to prevent the pores from closing. The samples were allowed to stand overnight at room temperature in order to avoid excessive shrinkage and macro-scale cracks before sintering process. During the sintering of the structure, cracks are formed in the inner surface as a result fragmentation of the polymer substrate sponge and binders in ceramic suspension and the mechanical strength is reduced. These cracks are observed especially on the edges of the reticulated walls and along sharp edges. At the same time, there are triangular spaces in the center of the reticulated walls. These cracks which are formed in the structure at the end of the first coating step are sintered by applying a second coating and by different heating regime and as a result, some of the cracks are removed and the density gain is ensured. After the third coating step, the existing cracks in the structure were found to be largely removed and the construction was more resistant. It is seen that the additional coating processes are successful in removing the triangular spaces in reticulated centers and cracks on the reticulated walls during sintering.

Keywords: Reticulated structure, ZnO, replica method

EFFECT OF N₂ FLOW RATE ON THE STRUCTURAL AND OPTICAL PROPERTIES OF TiN_x THIN FILMS PREPARED BY CATHODIC ARC EVAPORATION

Belgin Tanışan^{a*} and Tugay Tosun^b

^{a,b} Department of Metallurgical and Materials Engineering, Eskisehir Osmangazi University, 26480 Eskisehir, Turkey, btanisan@ogu.edu.tr

Abstract

TiN_x thin films (coatings), grown by physical vapour deposition processes (PVD), are widely used in a variety of tribological and decorative applications because of their high hardness, good wear resistance and pleasing golden appearance. The proportion of reagents during the growth of the TiN_x films on the substrate has strong influence on film properties such as structure, morphology, composition and colour. In present study, TiN_x thin films were deposited on glazed tile substrates by cathodic arc PVD process using pure Ti target. The effects of reactive gas flow rate (N₂) on the crystal structure and optical properties of the films were investigated. From X-ray diffraction pattern of the prepared films, it was found that all of them are composed of multi-phase crystal structure as α -Ti, ϵ -Ti₂N and δ -TiN phases and the intensities of ϵ -Ti₂N and δ -TiN phases increased with increasing the N₂ flow rate during deposition. Furthermore, as the amount of nitrogen gas is increased, the reflection spectra of the films are reduced and as a result, their colours are changed from light gold to dark gold.

Keywords: Titanium nitride, Cathodic Arc Evaporation, structure, optical properties

MOLECULAR SEMICONDUCTORS BASED ON LADDER TYPE ACCEPTOR CORE AND THIOPHENEDONOR UNITS

ResulÖzdemir^a, Mehmet Özdemir^b, and HakanUsta^{*c}

^aAGU, Department of Materials Science & Nanotechnology Engineering, Kayseri, Turkey,
E-mail: resul.ozdemir@agu.edu.tr

^bAGU, Department of Materials Science & Nanotechnology Engineering, Kayseri, Turkey,
E-mail: mehmet.ozdemir@agu.edu.tr

^{*c}AGU, Department of Materials Science & Nanotechnology Engineering, Kayseri, Turkey,
E-mail: hakan.usta@agu.edu.tr

Abstract

Organic semiconductors have been drawn great interest due to their superior properties such as flexibility, low cost of fabrication and large area coverage. In order to reduce cost of production, device fabrication via spin coating and printing, the semiconductors should exhibit good solubilities in common organic solvents. To date, very few solution-processed organic semiconductors are known to operate in air. This is mainly due to achieving such low HOMO-LUMO energy gaps and sufficiently low LUMO energy level. When compared with the polymers, small molecules offer advantageous properties including small batch to batch variation, higher crystallinity and degree of purity. In thin film production case, the compatibility with flexible plastic substrate based on low temperature annealing (<50-60 °C). So, we focused on low temperature annealed small molecular solution-processed and air stable organic semiconductors. In this work we synthesized two new highly electron deficient small molecules with Donor-Acceptor-Donor (DAD) molecular architecture. While the first molecule was found to be inefficient for required solubility, the second molecule freely soluble in various organic solvents. The high solubility endowed by branched alkyl substituents, which also allows the fabrication of low temperature annealed bottom gate/top-contact OFET device via spin coating. The device exhibited *n*-channel behaviour with perfect air stability thanks to very low LUMO energy level of the material. Preliminary information about the electronic and geometric structure have been obtained via density functional calculations. Surprisingly thermal properties of the new semiconductor was found to exhibit liquid crystalline behaviour with hexagonal shape. The relation between the device performance and the annealing temperature have been investigated. When semiconductor thin films annealed at liquid crystalline state, the electron mobility decreased four order of magnitude. The alkyl chain engineering provides crucial structural guidelines to the realization of good charge transport in OFETs. Our finding show that new solution-processable and air stable small molecular semiconductor has great potential for OFET applications.

Keywords: Semiconductors, Solution Processing, Field-Effect Transistors (FETs)

NOVEL MOLECULAR MICRORIBBONS FOR ORGANIC FIELD-EFFECT TRANSISTORS

Mehmet Özdemir^a, Resul Özdemir^b, and Hakan Usta^{*c}

^aAGU, Department of Materials Science & Nanotechnology Engineering, Kayseri, Turkey, E-mail: mehmet.ozdemir@agu.edu.tr

^bAGU, Department of Materials Science & Nanotechnology Engineering, Kayseri, Turkey, E-mail: resul.ozdemir@agu.edu.tr

^{*c}AGU, Department of Materials Science & Nanotechnology Engineering, Kayseri, Turkey, E-mail: hakan.usta@agu.edu.tr

Abstract

Organic semiconductors have been significantly improved in the past two decades. P-type OFET devices achieved many important milestones including high charge carrier mobility, solution processability, and air-stability. The development of novel organic semiconductors is very crucial to enable these superior devices in comparison with silicon counterpart. Benzothieno[3,2-b][1]benzothiophene (BTBT) derivatives hold great promise for OFET application, due to its high mobility and great air stability. Another organic semiconductor, BODIPY-based π -conjugated small molecules have been extensively studied in various fields of sensing and biochemical labelling; however, the application of organic optoelectronic is very limited. A new solution-processable acceptor–donor–acceptor (A–D–A) type small molecule, BDY-PhAc-BDY, consisting of BODIPY π -acceptors and a rod-shaped 1,4-bis-(thienylethynyl)2,5-dialkoxybenzene π -donor, has been synthesized and fully characterized as a novel n-channel semiconductor with bottom-gate/top-contact organic field-effect transistors (OFETs) architecture. The new semiconductor shows an electrochemical band gap of 2.12 eV with highly stabilized HOMO/LUMO energy levels of -5.68 eV/ -3.56 eV. Single-crystal X-ray diffraction (XRD) analysis of BDY-PhAc-BDY reveals a relatively low “BODIPY-meso-thiophene” dihedral angle ($\theta = 44.94^\circ$), antiparallel π -stacked BODIPY dimers with an interplanar distance of 3.93 Å, and strong “C–H $\cdots\pi$ (2.85 Å)” interactions. Solution processed OFET devices exhibit the formation of highly-crystalline, one-dimensional (1-D) microribbons, which results in clear n-channel semiconductivity with an electron mobility of $0.004 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ and an on/off current ratio of 10^5 – 10^6 . So far, this is the highest reported for BODIPY-based small molecular semiconductors with alkyne linkages. Our results clearly prove that BODIPY is an effective π -acceptor unit for the design of solution-processable, n-channel organic semiconductors and easily fabricable 1-D semiconductor micro-/nano-structures for fundamental/applied research in organic optoelectronics.

This work has been supported by AGU-BAP (FDK-2017-97).

Keywords: Semiconductors, Solution Processing, Field-Effect Transistors (FETs)

POWDER METALLURGY PROCESSING OF TITANIUM-NIOBIUM ALLOYS FOR MEDICAL IMPLANT APPLICATIONS

Nuaman Jasim Filamarz Al-ZANGANA^a, Dana Kareem Hameed PALANI^b,
Fevzi KELEN^c, Tarik AYDOĞMUŞ^d

^aYuzuncu Yil University, Van, Turkey, E-mail: nuaman.zangana@yahoo.com

^bYuzuncu Yil University, Van, Turkey, E-mail: danakareem86@gmail.com

^cYuzuncu Yil University, Van, Turkey, E-mail: fkelen@yyu.edu.tr

^dYuzuncu Yil University, Van, Turkey, E-mail: aydogmus@yyu.edu.tr

Abstract

Cobalt-chromium, stainless steel, pure titanium, Ti6Al4V and TiNi alloys are the most commonly used metallic materials in biomaterials applications such as artificial bone implant, tooth root, stent and orthodontics. There are basically two drawbacks for metallic biomaterials. Firstly, the biocompatibility is not at the desired level, secondly the elastic modulus is too high compared to the bone. This difference between the elastic modulus leads to the majority of the load being carried by the implant. The surrounding bone, which experiences very little load, gradually undergoes resorption and weakens over time. This phenomenon, known as stress shielding, may even result in loss of implant material and in most cases makes a second implantation operation impossible. Alloys containing allergic or toxic elements such as vanadium, nickel, cobalt, aluminum and chromium are in fact not suitable as biomaterials. Although it is possible to reduce their solubility in body fluids forming thin oxide films on the surface or applying various coatings, it is anticipated that alloys containing elements completely inert and compatible with body tissues and fluids such as titanium, zirconium, tantalum and niobium will replace the existing implant materials in the near future.

For the production of Ti-Nb alloys, generally the casting methods (vacuum induction melting or vacuum arc remelting) have been used up to now. Since the melting temperatures of pure Ti and Nb are extremely high (1668 and 2477°C, respectively), it is not economical to produce Ti-Nb alloys by casting. In the case of powder metallurgy, it is possible to produce these alloys economically at much lower temperatures (less than melting temperature of Ti) completely in solid state. Although these alloys with low elastic modulus (60-100 GPa) minimize the stress shielding effect, which may be seen after implantation, the elastic modulus still needs to be reduced to similar levels of the bone (10-30 GPa). While the elastic modulus varies slightly with alloying or heat treatment, it can easily be decreased to the desired values by introducing pores at different ratios. Porosity decreases alloy density as well as allowing to bone ingrowth. In the present study, pure Ti and pure Nb elemental powders were used to produce bulk and porous Ti₇₄Nb₂₆ alloys. Firstly, processing parameters were optimized for production of bulk samples and then similar parameters were used to fabricate porous specimens. Mixed Ti and Nb powders were poured into hollow cylindrical graphite dies with inner diameter of 15 mm and hot pressed at 600, 700 and 800°C for 1h under a constant pressure of 50 MPa and flowing argon gas to produce nonporous samples with a height of 10 mm. Density measurements (Archimedes' technique) showed that hot pressing at 800°C provides full density. After hot pressing at optimum temperature, 800°C, specimens were further sintered in a vertical furnace at 1200°C for 1, 2, 3 and 4 hours to provide Nb for dissolution in Ti and accordingly to get β phase. X-Ray Diffraction and Scanning Electron Microscopy investigations revealed that amount of β increases with increasing sintering time. 4 hours of sintering resulted in little amount of remaining α phase in the microstructure. In order to fabricate porous samples with 40, 50, 60 and 70% porosity by volume, pure spherical Mg powders were used as space holder materials. For hot pressing, 600°C (1 hour) was used to prevent melting of Mg (650°C) while sintering temperature and time were 1200°C and 4 hours, respectively. As a result of Mg vaporization at 1090°C pores were formed and porous Ti₇₄Nb₂₆ alloys were produced successfully.

Keywords: Titanium-niobium alloys, Powder metallurgy, Hot pressing, Sintering, Microstructure

AMBIPOLAR SMALL MOLECULAR SEMICONDUCTORS FOR FIELD EFFECT TRANSISTOR AND COMPLEMENTARY LIKE INVERTER APPLICATIONS

Resul Özdemir^a, İbrahim Deneme^b, Mehmet Özdemir^c, and Hakan Usta^{*d}

^aAGU, Department of Materials Science & Nanotechnology Engineering, Kayseri, Turkey,
E-mail: resul.ozdemir@agu.edu.tr

^aAGU, Department of Materials Science & Nanotechnology Engineering, Kayseri, Turkey,
E-mail: ibrahim.deneme@agu.edu.tr

^cAGU, Department of Materials Science & Nanotechnology Engineering, Kayseri, Turkey,
E-mail: mehmet.ozdemir@agu.edu.tr

^{*d}AGU, Department of Materials Science & Nanotechnology Engineering, Kayseri, Turkey,
E-mail: hakan.usta@agu.edu.tr

Abstract

Ambipolar organic semiconductors are the potential alternatives to conventional inorganic semiconductors for the fabrication of flexible, low-cost, and light-weight optoelectronic devices. Various techniques have been employed to realize ambipolar charge transport in organic field effect transistors (OFETs). There are few crucial points to achieve high device performances including close HOMO-LUMO orbitals, balanced electron and hole mobility and good solubilities in common organic solvents. Up to now, ambipolar semiconductors have been mainly reported with polymers and very few solution-processed small molecules with ambipolar charge transport are known to operate in air. When compared with polymers, small molecular π -conjugated systems offer advantageous properties including enhanced solubility, higher crystallinity, better synthetic reproducibility, and higher degree of purity. Therefore, we focused on developing new ambipolar small molecules with solution-processability and ambient-stability. Ladder type electron deficient acceptor core and thiophene based donor units have been used to enable donor-acceptor-donor molecular architecture. Prior to the synthesis, the total energy minimizations and the optimization of the molecular geometries were carried out using density functional theory (DFT) to provide insights about the strategy of the process. The high solubility of the new semiconductors has been achieved via branched alkyl substituents, which also enables the fabrication of bottom gate/top-contact OFET device via solution shearing. The relation between the functional group and device performance have been investigated. Changing functional group from ketone to cyano has dramatic effect on the ambient stability of the device. The new semiconductors have successfully demonstrated the application of the new ambipolar transistors to complementary-like inverters, which is the building block of integrated circuits for data processing. The inverters exhibit high voltage gains of 30 and 223 for the new semiconductors. Considering the processing, charge-transport and inverter characteristics, the current molecular semiconductors are among the best performing ambipolar small molecules in the OFET and CMOS-like inverter literature.

Keywords: Semiconductors, Field-Effect Transistors (FETs), Complementary Metal Oxide Semiconductor (CMOS)-like Inverters

THE SELECTION OF MATERIAL TO USE IN SAVONIUS TYPE WIND TURBINE DESIGN BY ANALYTIC HIERARCHY PROCESS METHOD

Bilal DEMIREL^a, Ercan SENYIGIT^b, Çağlar KIZILTAN^a, Mert OZTURK^a, Seyda Elinaz YARIS^a,
Murat SARIUCAK

^a Erciyes University, Department of Material Science and Engineering, TURKEY

bilaldemirel@erciyes.edu.tr

^b Erciyes University, Department of Industrial Engineering, TURKEY

senyigit@erciyes.edu.tr

Abstract

Nowadays competition is antagonistic at every stage. We need to make the right decisions to succeed in the recruitment. Multi-criteria decision making problem is the name given to the problem of determining the best alternative to more than one criterion from more than one alternative. The selection of material is a multi-criteria decision making problem. Choosing the right material by making the right decision will ensure that we are superior to our competitors. The Analytical Hierarchy Process (AHP) method is one of the many multi-criteria decision making methods available in the literature and this method was used in our work. The selection criteria for the materials used in the construction of the Savonius wind turbines are Density, Price, Elasticity, Minimum Working Temperature and Hardness Criteria, respectively. The alternative materials to be used in the construction of Savonius wind turbines are PA, POM, PPO, PUR, SPS. As a result of the analyzes made, it was determined that PPO (0.558) is the best material alternative to be used in Savonius wind turbine design.

Keywords: Multi-criteria decision making, AHP, Material selection, Design, Savonius type wind turbine

AZ91 ALAŞIMININ SICAK PRESLEME YÖNTEMİ İLE ÜRETİLMESİ

Erhan AYDEMİR^a, Fevzi KELEN^b, Tarık AYDOĞMUŞ^c

^aYüzüncü Yıl Üniversitesi, Van, Türkiye , E-mail: e_aydemir065@hotmail.com

^bYüzüncü Yıl Üniversitesi, Van, Türkiye , E-mail: fkelen@yyu.edu.tr

^cYüzüncü Yıl Üniversitesi, Van, Türkiye , E-mail: aydogmus@yyu.edu.tr

Özet

Yer kabuğunda en fazla bulunan sekizinci element olan magnezyum (Mg), 1.74 g/cm^3 lük yoğunluğu ile endüstride kullanılan yapısal metalik malzemeler arasında en hafif olanıdır. Mg ve Mg alaşımlarının düşük yoğunluğunun yanısıra sahip oldukları yüksek özgül dayanım, kolay geri dönüştürülebilirlik ve yüksek titreşim sönümlenme kapasitesi gibi özellikleri dikkate alındığında otomotiv ve havacılık gibi sektörlerde geniş bir uygulama potansiyeli bulunmaktadır. AZ91 (ağırlıkça %9 Al ve %1 Zn içeren Mg alaşımı), diğer Mg alaşımları ile karşılaştırıldığında daha yüksek dayanım özellikleri gösteren ve bu nedenle endüstride en çok kullanılan (%90) ticari Mg alaşımıdır. Aynı zamanda çok iyi bir dökülebilirlik sergileyen AZ91 alaşımlarının üretilmesinde en çok basınçlı döküm yöntemi kullanılmaktadır. Bu yöntemin yüksek miktarlarda üretilebilirlik, iyi yüzey kalitesi, yüksek soğuma hızlarından dolayı küçük tane boyutu, karmaşık şekil üretim kolaylığı, düşük maliyet gibi avantajları olmasına rağmen, malzeme içinde kalan gaz boşlukları, kalın kesitte döküm sınırlılığı, kaynak ve ısıl işlem sınırlılığı gibi dezavantajları bulunmaktadır. Basınçlı dökümde sıvı metalin kalıba doldurulması esnasında meydana gelen türbülans nedeniyle sıvı metal içerisinde hapsolan gazlar hızlı soğumanın bir sonucu olarak katılaşıp döküm mikroyapısında da bulunmaktadırlar. Bu gazlar döküm sonrası uygulanan çözeltiye alma (T4) ve yaşlandırma (T6) ısıl işlemleri sırasında genişleterek yüzey kabarmalarına ve malzemenin çarpılmasına neden olmaktadır. Bu yüzden basınçlı döküm yöntemi ile üretilen AZ91 alaşımları ısıl işlem yapılmadan kullanılmaktadırlar.

Bu çalışmada, mikroyapısında üretim sonrasında herhangi bir şekilde hapsolmuş gaz ve boşluk içermeyen dolayısıyla ısıl işlemlere uygun AZ91 alaşımlarının üretilmesi hedeflenmiştir. AZ91 alaşımı toz metalurjisi metotlarından biri olan tek eksenli sıcak presleme yöntemi ile üretilmiştir. Sıcak presleme metodunu geleneksel toz metalurjisinden ayıran yönü basınç ve sıcaklığın eş zamanlı olarak uygulanmasıdır. Başlangıç tozları olarak 150-300µm boyutlarında, inört gaz atomizasyonu ile üretilmiş küresel şekilli AZ91D alaşım tozları kullanılmıştır. Tozlar 40 mm iç çapında içi boş silindirik grafit kalıplara doldurulduktan sonra sıcak prese yerleştirilmiş ve 10°C/dak hızla presleme sıcaklığına ısıtılmıştır. Sıcak presleme işlemi 420, 450 ve 500°C sıcaklıklarında 1 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Sonrasında numuneler sıcak pres içerisinde soğutulmuş ve sıcaklık 180°C 'ye düştüğünde cihazdan alınmıştır. Isıtma, presleme ve soğutma aşamalarının tümünde 50MPa'lık sabit bir gerilme uygulanmıştır. Yine bütün aşamalar sırasında numuneler argon gazı akışı ile oksitlenmeden korunmuştur. Üretilen numuneler tel erezyon ile 5x5x10 mm boyutlarında kesildikten sonra Arşimet metodu ile yoğunlukları ölçülmüş, X-Işını Difraktometresi (XRD) ve Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ile mikroyapıları incelenmiştir. 450 ve 500°C 'de yapılan sıcak presleme işlemi sırasında AZ91 alaşımında kısmi erime meydana geldiği gözlenmiş ve bunun nedeninin kullanılan AZ91 alaşım tozlarının $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ fazını içermesi nedeniyle Mg-Al ikili faz diyagramındaki 437°C 'de yer alan ötektik faz dönüşümünün gerçekleşmesi olduğu ortaya konulmuştur. Tamamen katı halde presleme veya sinterleme yapabilmek için uygulanabilecek maksimum sıcaklığın ötektik sıcaklıktan daha düşük olması gerektiği sonucuna varılmıştır. 420°C 'de 1 saat süre ile yapılan sıcak presleme sonrasında AZ91 alaşımının tam yoğunluğa ulaştığı tespit edilmiştir. SEM incelemeleri sırasında da herhangi bir gözenek veya boşluğa rastlanılmamıştır. XRD ve SEM analizleri sonucunda mikroyapının α (Mg'ca zengin) ve β ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$) fazlarından oluştuğu belirlenmiştir. SEM çalışmalarından beklenenin aksine, mikroyapıda oldukça fazla miktarda β fazının oluştuğu gözlenmiş ve bu durum soğutma sırasında uygulanan gerilimin etkisi ile açıklanmıştır.

Anahtar kelimeler: Sıcak presleme, Magnezyum, AZ91 alaşımı, Mikroyapı, Toz metalurjisi.

SILVER CATALYZED NICKEL MESH CATHODE FOR ALUMINIUM AIR BATTERY

Rasiha Nefise MUTLU and Birgül YAZICI

Çukurova University, Science and Letters Faculty Chemistry Department, Balcali, Adana, Turkey,
E-mail: esifen@gmail.com, byazici@cu.edu.tr

Abstract

Since the collapse of limited sources of energy and the common increase necessitate for energy universally, Metal-Air batteries have been proposed as alternative energy storage device. In the Metal-Air battery, Al-air batteries grasp large promise for future important energy applications due to their lowest cost and high theoretical specific capacity of 2.98 Ah g^{-1} . Al-Air battery is important with an aluminium anode and an air cathode in contact with an aqueous electrolyte. The air cathode is one of the critical components of an Al-air battery. The oxygen reduction reaction (ORR) is the central cathodic reaction in the Al-air system. The slow-moving efficiency of the oxygen reduction reaction is the critical obstacle for the application of workable Al-air batteries [1]. To accelerate oxygen reduction, the most commonly used noble metal include platinum (Pt), palladium (Pd), gold (Au) and silver (Ag) but these metals are expensive. It is preferred that inexpensive nickel mesh instead but it is not active for the reduction of oxygen. Therefore, in this study, silver catalyst is coated on the nickel mesh with air permeability by both chemical and electrochemical method.

Before coating, nickel mesh (Ni) ($1 \times 1 \text{ cm}^2$) was cleaned in ultrasonic bath with ethanol 0.1 M HCl. In the electrochemical method (Ni-Ag doped), silver is reduced on nickel mesh, at a fixed potential (-0.8 V), for a period of 200 seconds, in the 0.075 M AgNO_3 solution. In the chemical method (Ni-Ag coated), the coating bath was formed by silver nitrate (0.1 M), glucose and ammonia. After the nickel mesh has been coated with silver, time change curve of the open circuit potential and current were taken during 3600 sec. The electrochemical performance of electrodes has been investigated in 4 M NaOH by using EIS, polarization techniques and cyclic voltammogram. Galvanostatic discharge test is carried out at the current density of 50 mA cm^{-2} . As a result, the silver addition on the nickel mesh increased the catalytic efficiency in oxygen reduction.

Keywords: air-battery, cathode, silver catalyst, nickel mesh

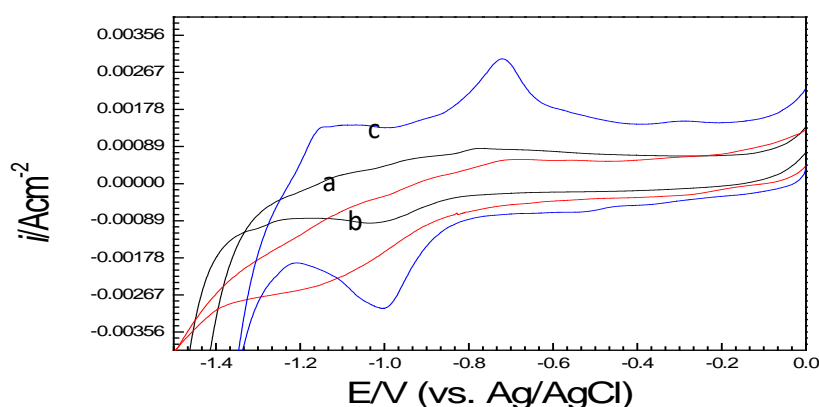


Figure: The cyclic voltammograms in 4M NaOH of Ni (a), Ni-Ag doped (b) and Ni-Ag coated (c) electrodes.

Acknowledgements

The authors are greatly thankful to Çukurova University Research Fund and I also have the Prime Ministerial Scholarship that gives me financial support during my studies. I'm also grateful for that.

Category: (Oral presentation):

References

[1] Y. Liu, Q. Sun, W. Li, K.R. Adair, J. Li, X. Sun, A comprehensive review on recent progress in aluminum-air batteries, *Green Energy & Environment*, (2017).

TOZ METALURJİSİ İLE ÜRETİLEN Ti-16Nb-4Sn ALAŞIMININ MİKROYAPI ÖZELLİKLERİ

^aMehmet Kaya*, ^bÖmer Çakmak

^aAdıyaman Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
Bölümü, 02040 Adıyaman-Türkiye *mehmetkaya75@hotmail.com

^bGebze Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kocaeli, Türkiye,
omrcakmak@outlook.com

Özet

Bu çalışmada gözenekli Ti-16Nb-4Sn alaşımı biyomalzeme olarak kullanılmak için toz metalurjisi yöntemi ile üretildi. Ti-16Nb-4Sn atomik oranlarında karıştırılan tozlar 300 MPa basınç altında soğuk briketlendikten sonra argon gazı ortamında 1200 °C ve 1400 °C sıcaklıklarda 2 saat süreyle sinterlendi. Numunelerin mikro yapılarında β ve α fazları baskındır ve az miktarda α' fazı da bulunmaktadır. Sinterleme sıcaklığının artmasıyla homojen bir yapı oluşarak β fazı daha da artmakta, ayrıca gözenek oranı azalırken basma dayanımı da artmaktadır.

Anahtar kelimeler: Toz metalurjisi, Ti16Nb4Sn alaşımı, Mikroyapı

MICROSTRUCTURE CHARACTERISTICS OF Ti-16Nb-4Sn ALLOY PRODUCED BY POWDER METALLURGY

Abstract

In this study, porous Ti-16Nb-4Sn alloy was produced by powder metallurgy method to be used as biomaterial. Powders mixed as atomic ratios of Ti-16Nb-4Sn were cold-briquetted at 300 MPa, and then the green samples were sintered at 1200 °C and 1400 °C for 2 hours under argon gas atmosphere. In the microstructure, β and α phases are predominate, α' phase are seen as little. The amount of β phase increases with increasing sintering temperature, and homogeny microstructure occurs, and also compressive strength increases with decreasing porosity.

Keywords: Powder metallurgy, Ti16Nb4Sn alloy, Microstructure

INVESTIGATION OF BIOCOMPATIBILITY PROPERTY OF POROUS TiNbSn ALLOY GÖZENEKLİ TiNbSn ALAŞIMININ BİYUYUMLULUK ÖZELLİĞİNİN İNCELENMESİ

Mehmet KAYA^a, Ömer ÇAKMAK^{b*}, Ebru Elibol^c, Mustafa Köm^d

^aAdıyaman Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
Bölümü, Adıyaman, Türkiye, mehmetkaya75@hotmail.com

^bGebze Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Kocaeli, Türkiye,
*omrcakmak@outlook.com

^cAdıyaman Üniversitesi, Tıp Fakültesi, Adıyaman, Türkiye, ebruelibol55@gmail.com

^dFırat Üniversitesi, Veteriner Fakültesi, Elazığ, Türkiye, mkom@firat.edu.tr

Özet

Titanyum esaslı alaşımlar; yüksek mukavemet, iyi biyoyumluluk, şekil hafıza özelliği, düşük yoğunluk ve korozyon direnci gibi özelliklerinden dolayı biyomedikal uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu çalışmada gözenekli Ti-16Nb-4Sn alaşımı biyomalzeme olarak kullanılmak için toz metalurjisi yöntemi ile üretildi. Üretimin ilk aşamasında yüksek saflıkta element tozları Ti-16Nb-4Sn atomik oranlarında karıştırılarak 300 MPa basınç altında soğuk briketlendi. İkinci aşamada briketlenen ham numuneler 1200 °C sıcaklıkta argon gazı ortamında 2 saat süreyle sinterlendi. Sinterlenen numunelerin mikro yapılarında β ve α fazları baskın olduğu, ayrıca düşük miktarda α'' fazının da varlığı görüldü. Üretilen implant numunelerinin basma dayanımlarının kemiğin basma dayanımına göre yüksek olduğu ve numunelerin rat bacağında canlı dokuyla gayet uyumlu olduğu belirlendi.

Anahtar kelimeler: Toz metalurjisi, TiNbSn alaşımı, Mikroyapı, Biyoyumluluk

Abstract

Titanium based alloys are used generally in biomedical applications due to their properties such as high strength, good biocompatibility, shape memory property, low density and corrosion resistance. In this study, porous Ti-16Nb-4Sn alloy was produced by powder metallurgy method to be used as biomaterial. In first stage of production, high purity elemental powders were mixed as atomic percent Ti-16Nb-4Sn, and cold-briquetted under 300 MPa. In second stage, briquetted green samples were sintered at 1200 °C for 2 hours under argon gas atmosphere. It was seen that β and α phases were dominate in the microstructures of the sintered samples; also α'' phase was seen as little. It was determined that the compression strengths of the produced implant samples were higher than that of bone, and also the samples were biocompatibility with living tissue in leg of rat.

Keywords: Powder metallurgy, TiNbSn alloy, Microstructure, Biocompatibility.

MULTI-WALLED CARBON NANOTUBE – GOLD DEPOSITED MODIFIED GLASSY CARBON ELECTRODE SURFACE FOR HEAVY METAL DETECTION

Abdurrahman Taha GULDEREN^a and Yasemin OZTEKİN^{a, b}

^a Selcuk University Faculty of Science, Department of Chemistry, Konya, Turkey, atgulderen@gmail.com

^b Selcuk University, Advanced Technology Research and Application Center, Konya, Turkey, yoztekin@gmail.com

Abstract

Heavy metal pollution became one of the biggest menaces because of the industrial period for humankind. This pollution could be cause of public health problems like diseases or even sudden deaths [1]. Further than direct human health issues, heavy metal pollution also affects the environment, which is consist of animals, plants, and even microorganisms [2], [3]. In order to live in a sustainable world, waste of metals must have been regulated. For regulation, concentration of pollutants should have been determined in correct and reliable way. For this aim, many techniques such as inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), inductively coupled plasma-atomic/optical emission spectrometry (ICP-AES/OES), energy dispersive X-ray fluorescence (EDXRF), atomic absorption spectrophotometry (AAS), electrochemical methods, and more have been developed [4].

This study includes formation of layers in the presence of multi-walled carbon nanotubes (MWCNT) and HAuCl_4 onto glassy carbon electrode surface. For this purpose, various ratios of MWCNT- HAuCl_4 composites were electrochemically deposited in different durations on carbon surfaces. Bare glassy carbon and selected modified surfaces were characterized by atomic force microscope (AFM) and scanning electron microscope (SEM).

Modified surfaces were evaluated as electrochemical heavy metal sensor.

Keywords: metal sensor, multi-walled carbon nanotube, gold composite, surface modification

[1] D. Paul, *Annals of Agrarian Science* (2017) 15 278-286

[2] M. Roane, Timberley & L. Pepper, Ian & J. Gentry, Terry, (2015) *Microorganisms and Metal Pollutants. Environmental Microbiology: Third Edition*, 415-439

[3] Tchounwou, P. B., Yedjou, C. G., Patlolla, A. K., & Sutton, D. J., *EXS*, (2012) 101 133–164

[4] Y. Lin, D. Gritsenko, S. Feng, Y. C. Teh, X. Lu, J. Xu, *Biosensors and Bioelectronics* (2016) 83 256–266

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF TRI-CALCIUM PHOSPHATE DOPED WITH STRONTIUM, CHLORIDE AND FLUORIDE IONS

^aRedar Wasurahman AHMED, ^b Serap GÜNGÖR KOÇ

^aDepartment of Mechanical Engineering YUZUNCU YIL University, Van, Turkey, rr.ahmed83@gmail.com,

^bDepartment of Mechanical Engineering YUZUNCU YIL University, Van, Turkey, serapgungor@yyu.edu.tr

Abstract

In the biomechanical utilization, the researches regularly explore for the design and selection of biomaterials with favorable mechanical characteristics and particular requirements. This is for the purpose of utilizing it for bone reform and hard tissue replacement. Several bioceramic materials, which are a huge inorganic class of nonmetallic substances, are utilized for implantation in the human body. An example of these materials is β -tri-calcium phosphate (β -TCP). It is produced from the procedures NaH_2PO_4 and an aqueous solution of $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ by wet precipitation method. The aim of this study was to combine tri-calcium phosphates doped with strontium, chloride and fluoride ions in one doping. A precipitation procedure was applied for synthesizing pure and doped tri-calcium phosphates. The doped samples were sintered at 1100°C for 1 hour. To determine the effect of sintering temperature the measurement of the density was applied. It was observed that the addition of strontium Sr^{+2} and chloride Cl^- decreased the amount of density of the samples while, the increasing of the fluoride F^- increasing the density of the samples at the same time and the same sintering temperature. The strontium Sr^{+2} , chloride Cl^- and fluoride F^- doped samples showed the variety in their density conduct after the sintering at 1100°C for 1 hour. The XRD diffraction was employed for the characterization of the presence of phases and bonds. The out comes of the study reached the pickes of TCP in the XRD diffraction for all samples. SEM was applied for obtaining grain sizes of the sample. For determining the mechanical properties of the samples micro hardness test was conducted on the samples.

Keywords: Tri-calcium phosphate, strontium, chloride, fluoride, precipitation method

AN ALTERNATIVE COPPER ALLOY FOR WIRE MESH WELDING

Tuba Özeren^a and Feriha Birol^b

^a Sağlam Metal A.Ş., Kocaeli, Turkey, tuba.ozeren@saglammetal.com

^b Sağlam Metal A.Ş., Kocaeli, Turkey, feriha.biol@saglammetal.com

Abstract

Cu-Be alloys are widely used in wire mesh welding electrodes due to their high hardness and good wear resistance. However, due to the high cost of the Cu-Be alloy, searching for a more cost effective alternative copper alloy is always on going. In this study, the results of electrode materials that is produced by new generation CuNiSi + Cr hard copper alloy, which is developed by heat treatment at Sağlam Metal A.Ş., are presented in comparison with CuCoNiBe alloy. The performances of two alloys were compared in a wire mesh welding company under direct production conditions. In addition, the softening temperature curves and wear properties of the set of alloys were obtained and investigated directly with production performance tests.

Keywords: Electrodes, Welding, Welding consumables

THE PHOTOCATALYTIC DEGRADATION OF METHYL ORANGE BY $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-NP/InSnO}_2$ ELECTRODE

Sevgi Ateş^{1a}, Evrim Baran^{2b} and Birgül Yazıcı^{3a}

^{1,3}Department of Chemistry, Science and Letters Faculty/Cukurova University, Adana, Turkey

²Department of Chemistry, Faculty of Science and Literature/Kilis 7 Aralık University, Kilis, Turkey

E-mail: sevgiatess@gmail.com, evrimbaran@kilis.edu.tr, byazici@cu.edu.tr

Abstract

Indium tin oxide (ITO) thin films have attracted intensive interest because of their unique characteristics of good conductivity, high optical transmittance over the visible wavelength region, excellent adhesion to the substrate, stable chemical property and easy patterning ability [1]. It has a wide band gap of around 4 eV. Thin films of ITO is widely used in the manufacture of transparent electrode, photo electronic devices, photo sensors, LCD display, solar cells [2]. In this the study, the photocatalytic activity of the synthesized $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-NP/InSnO}_2$ electrode were offered for photodegradation of methyl orange (MO) under UV irradiation. For this purpose, the $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-NP}$ electrode was formed under the suitable conditions by two-step anodization technique and $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-NP/InSnO}_2$ electrodes were synthesized by spin coating technique. The structure and morphology of the electrode were studied by field emission scanning electron microscope (FE-SEM) and EDX analysis. The photocatalyst efficiency of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-NP/InSnO}_2$ was studied at various concentrations of MO (10 - 60 ppm). The percentages of maximum degradation were determined to be 99.89%, 92.10%, 71.15%, and 61.16% for the MO concentration of 10,20,40,60 ppm, respectively. It is seen that the photodegradation process is in the best agreement with the pseudo first-order kinetic model ($R^2 > 0.9$).

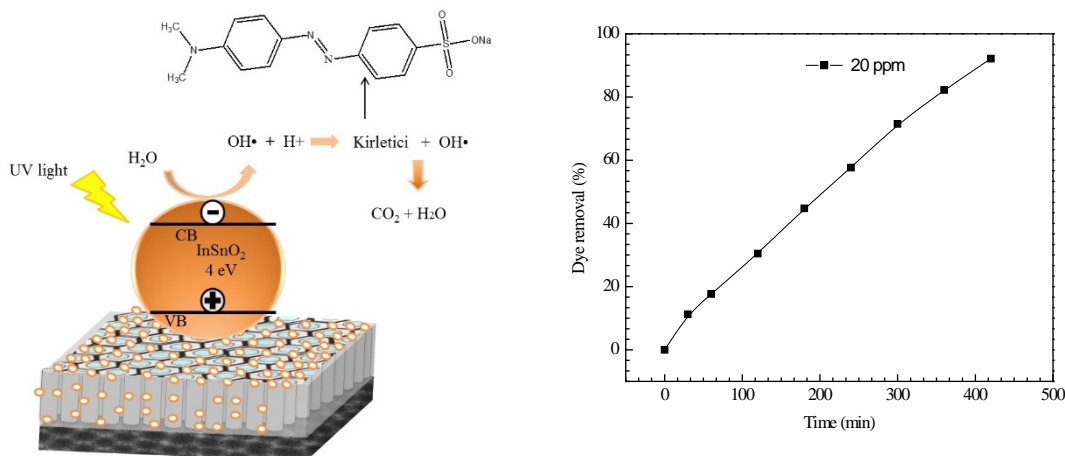


Figure 1. (a) Schematic diagram of the photochemical degradation of MO by $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-NP/InSnO}_2$ electrode and (b) Photodegradation efficiency of MO under UV illumination for 7h.

Acknowledgements

The authors thank for financial support of the Scientific and Technological Research Council of Turkey (TÜBİTAK 2211-C program) and Cukurova University Scientific Research Unit (Project No: FDK-2015-5385).

[1] M.J. Alam, D.C. Cameron, Thin Solid Films 420 –421 (2002) 76–82.

[2] N.K. Verma, B. Goyal, A. Kulshreshta, C.S. Malvi, IJACSA. 2 (2014) 2347-761X.

ÇELİK ÜRETİMİNDE KALSİYUM İŞLEMİNİN ÇELİK TEMİZLİĞİNE ETKİLERİ

Barış KARABAYRAK^a ve Dilek TURAN^b

^a Anadolu Üniversitesi Havacılık ve Uzay Bilimleri Fakültesi, Eskişehir, Türkiye,
E-mail: bariskarabayrak@anadolu.edu.tr

^b Anadolu Üniversitesi Havacılık ve Uzay Bilimleri Fakültesi, Eskişehir, Türkiye, E-mail: dtetik@anadolu.edu.tr

Özet

Çelik üretiminde son yıllarda üzerinde durulan en önemli konu temiz çelik olarak tabir edilen, metalik olmayan kalıntılardan arınmış çeliği elde edebilmektir. Çelik içerisinde bulunan kalıntıların büyük bir kısmı oksit ve sülfürlerden oluşur. Çelik temizliği ile kalıntıların giderilmesi ve modifikasyonu sonrasında tokluk, darbe mukavemeti, yorulma mukavemeti, şekillendirilebilme ve kaynaklanabilme gibi özellikler iyileştirilir. Çelik üretim sürecinde kimyasal bileşimde yer alan oksijen çeşitli yöntemlerle yapıdan uzaklaştırılmaktadır.

Bu çalışmada, üretim sürecinde Al ile deokside edilmiş çeliklere kalsiyum işlemi uygulanarak elde edilmiş temiz çelikler incelenmiştir, işlemsiz ve kalsiyum işlemi uygulanmış numuneler çelik temizliği yönünden karşılaştırılmıştır. Bu amaçla numunelerin mikroyapıları incelenmiştir. Mikroyapı incelemelerinde optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskopundan (SEM) yararlanılmıştır. Numunelerin kesitleri alınarak yapılan mikroyapı incelemelerinde EDS ile mikroyapıda yer alan kalıntılardaki kimyasal değişim, görüntü analiz teknikleri ile de şekil ve boyut değişimleri hesaplanmıştır.

Yapılan çalışmalar sonucunda elde edilen bulgulara göre; kalsiyum işlemi uygulanmış numunelerin mikroyapılarında yer alan kalıntıların şekilleri, sayıları ve boyutlarının değiştiği tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Çelik temizliği, Kalsiyum işlemi, İnklüzyon, Mikroyapı

INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF LIGHT ALLOYS PRODUCED BY CASTING METHOD

Hakan Yaykaşlı^{1a} and Musa Gögebakan^{2b}

^aKahramanmaraş Sutcu Imam University, Materials Science and Engineering, Kahramanmaraş, 46100, Turkey
hakanyaykasli@ksu.edu.tr, hakanyaykasli@gmail.com

^bKahramanmaraş Sutcu Imam University, Department of Physics, Kahramanmaraş, 46100, Turkey
gogebakan@ksu.edu.tr

Abstract

In this work, AlMgTiB light alloys were produced at different rates and their structure and mechanical properties were examined. This alloys, 4 different alloys $Al_{92}Mg_5Ti_2B_1$, $Al_{91}Mg_5Ti_2B_2$, $Al_{90}Mg_5Ti_2B_3$, $Al_{89}Mg_5Ti_2B_4$ were produced by changing the proportions of "AlMgTiB" (metal form of Al: Aluminum, Mg: Magnesium, Ti: Titanium, B: Boron with the purity of 99.99%) alloy elements. "AlMgTiB" alloy were produced by metal die casting method. After alloys are produced, the advantages and disadvantages of Magnesium, Titanium and Boron on Aluminum-based alloys were investigated. These alloys were characterized the crystal and phase content of the samples by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) for their morphological properties, the alloys compositions as well as the concentrations of elements impurities were controlled by Energy-dispersive X-ray spectroscopy(EDX), mechanical properties for Vickers microhardness measurement. X-ray diffraction analysis has revealed that all the prepared compositions had strongly crystal structures. Morphological structure SEM images of Magnesium and Titanium phases and boundaries were determined. The highest value of microhardness of $Al_{91}Mg_5Ti_2B_2$ ingots was determined.

Keywords: Light Alloys, Metal Mold Casting, SEM-EDX, XRD, Vickers Hardness(HV)

This study was supported by Kahramanmaraş Sutcu Imam University Scientific Research Projects Coordination Unit.(Proje No: 2017/2-42 D)

SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE OF NB DOPED LIFEP04/C CATHODES BY MECHANOCHEMICAL ACTIVATION

Cengiz Bagci^a and Oncu Akyildiz^b

^{a,b} Department of Metallurgical and Materials Engineering, Hitit University, 19030, Corum, Turkey, E-mail:
cengizbagci@hitit.edu.tr
oncuakyildiz@hitit.edu.tr

Abstract

In this study, Nb doped LiFePO₄/C nano composite cathode materials with high purity and high electrochemical performance has been produced by mechanochemical activation. The starting chemicals of Li₂CO₃, FeC₂O₄.2H₂O, NH₄H₂.PO₄ and C₆H₈O₇ as lithium, iron, phosphate and carbon sources are mixed in a high-energy ball-assisted atomizer and calcined at 650 °C and 10 hours. The resultant materials are structurally (XRD, SEM, TEM-EDS) and electrochemically characterized and high purity LFP with high electrochemical performance is obtained. Voltage vs. specific capacity, discharge capacity vs. cycle number in manufactured batteries will be presented.

Keywords: LiFePO₄, lithium ion battery, electrochemistry, mechanochemical activation

PRODUCTION OF HYALURONIC ACID/ CARBOXYMETHYL CELLULOSE NANOFIBERS

HYALURONİK ASİT/ KARBOKSİMETİL SELÜLOZ NANOLİFLERİN ÜRETİMİ

Şerife ŞAFAK ^a and Esra KARACA ^b

^a Textile Engineering Department, Namık Kemal University, Tekirdağ, Turkey,
E-mail: ssafak@nku.edu.tr

^b Textile Engineering Department, Uludağ University, Bursa, Turkey, E-mail: ekaraca@uludag.edu.tr

Abstract

In this study, Hyaluronic acid (HA) /Carboxymethyl Cellulose (CMC) nanofibers were produced by electrospinning method and characterized. Hyaluronic acid (HA) and carboxymethyl cellulose (CMC) are anionic, water soluble polymers. It is very difficult to electrospin aqueous HA and CMC polymer solutions due to high viscosity and surface tension. Furthermore, water retention ability of HA and CMC cause the insufficient evaporation of the solvents during electrospinning. The aim of this study is to produce smooth, uniform and beadless HA/CMC nanofiber. The morphology of the produced nanofibers was studied by scanning electron microscopy (SEM). Nanofiber diameter was measured by SEM images with ImageJ software (National Institute of Health, USA). It was found that the HA polymer solution concentration was affected the producing of smooth, uniform and bead-free nanofibers.

Keywords: Hyaluronic Acid, Carboxymethyl Cellulose, Nanofiber, Electrospinning, Polysaccharide

Acknowledgements

This work was supported by a TUBITAK-1001 project with grant number 241M415. Also, this study was supported by Namık Kemal University Scientific Activities Participation Support Programme

Özet

Bu çalışmada, elektrospinning yöntemiyle Hyaluronik asit (HA)/ Karboksümetil selüloz (CMC) nanolif üretimi yapılarak karakterize edilmiştir. HA ve CMC polimerlerinin sulu çözeltilerinden nanolif üretimi yüksek viskozite ve yüzey gerilimi nedeniyle çok zordur. Ayrıca HA ve CMC'nin su tutma özelliği nedeniyle elektrospinning esnasında çözücü yeterince buharlaşmamaktadır. Bu çalışmanın amacı düzgün, üniform ve boncuksuz HA/ CMC nanoliflerin üretimidir. Üretilen nanoliflerin morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM), nanolif çapları ise ImageJ programı yardımıyla analiz edilmiştir. Sonuç olarak HA polimer çözeltisinin konsantrasyonunun düzgün üniform ve boncuksuz nanolif üretimini etkilediği görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Hyaluronik Asit, Karboksümetil Selüloz, Nanolif, Elektrospinning, Polisakkarit

Teşekkür

Bu çalışma 241M415 proje numarasıyla TÜBİTAK tarafından desteklenmiştir. Ayrıca, bu çalışma Namık Kemal Üniversitesi Bilimsel Etkinlikleri Destekleme Programı tarafından desteklenmiştir.

2D-3D STRUCTURAL TRANSITION IN $\text{Si}_n\text{C}_{5-n}\text{H}_8$ ($n=0-5$) SERIES

İskender MUZ^a and Mustafa KURBAN^b

^a Department of Science and Mathematics Education, Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, 50300 Nevşehir, Turkey

E-mail: iskender.muz@nevsehir.edu.tr

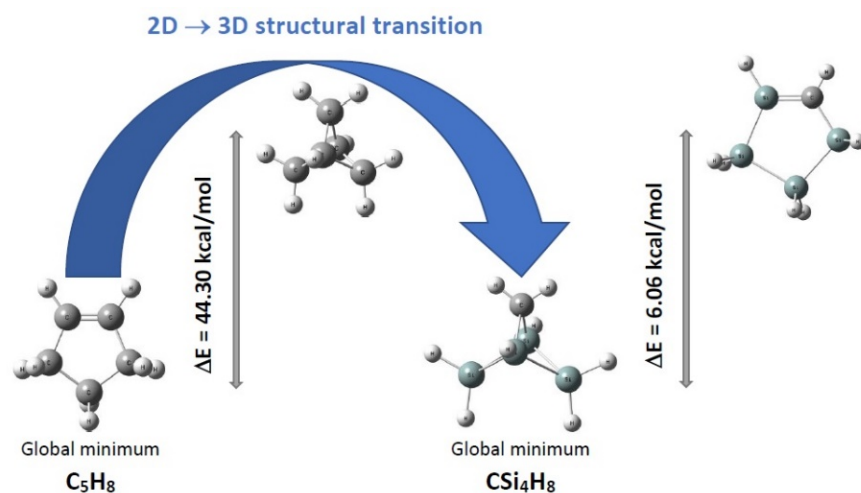
^b Department of Electronics and Automation, Ahi Evran University, 40100 Kırşehir, Turkey,

E-mail: mkurbanphys@gmail.com

Abstract

Although silicon and carbon are in the same group on the periodic table, the structures and properties of their compounds are very different. For example, as for hydrocarbons with C_5H_8 stoichiometry, the cyclopentane having ring structure is the lowest-energy among various isomers such as 1,3-pentadiene, 1,4-pentadiene, 1-methylcyclobutene, methylenecyclobutane, ethylenecyclopropane and housane. Moreover, the possibility of ring formation presents an alternative that adds diversity to hydrocarbons. However, this is not a known case in silicon hydrides (Si_xH_y). Silicon hydrides, contrary to hydrocarbons, are usually characterized by electron-poor bonds and weaker π - π interaction. On the other hand, it could induce a significant change in structural and electronic properties of the system when the substitution of a silicon atom for a carbon atom in hydrocarbons. We examined a structural transition from two-dimensional to three-dimensional in the $\text{Si}_n\text{C}_{5-n}\text{H}_8$ ($n = 0-5$) series. We found that 2D-3D transition occurs at $n = 4$ (Si_4CH_8), where trigonal pyramidal-like structure become more stable than the cyclopentane structure. The stability of clusters is also discussed on the basis of the binding energy per atom, second-order energy difference, vertical ionization potential, HOMO-LUMO energy gap. According to these results, it is found that $\text{Si}_2\text{C}_3\text{H}_8$ stoichiometry has a higher stability. Moreover, the charge transfer of carbon-rich clusters is from hydrogen atoms to carbon atoms, whereas, that of silicon-rich clusters is from silicon atoms to hydrogen atoms.

Keywords: Hydrocarbons, Silicon Hydrides, Substitution of Si by C, Structural Transition, Electronic Properties



OPTIMIZATION OF CATHODIC ARC-PVD TITANIUM NITRIDE COATING PROCESS PARAMETERS FOR DECORATIVE APPLICATIONS

Belgin Tanışan^{a*} and Tugay Tosun^b

^{a,b} Department of Metallurgical and Materials Engineering, Eskisehir Osmangazi University, 26480 Eskisehir, Turkey, btanisan@ogu.edu.tr

Abstract

In this study, the optimization of cathodic arc PVD process parameters to obtain gold-like colour TiN coating for decorative purposes was aimed. Glazed ceramic tiles as substrate, pure Ti discs as cathode and nitrogen as reactive gas were used in the coating unit. Coating trials were performed at constant deposition time (90 s) and varying cathode currents (100-150-200 A) and N₂ gas flow (550-650-750 Scm³). *L*a*b** colour parameters were measured by spectrophotometer and compared with that of commercial TiN coatings. It was observed that, processing conditions that are considered to be close to obtaining stoichiometric TiN (550 Scm³-150 A and 650 Scm³-200 A) resulted in gold-like coloured TiN coating, similar to commercial ones.

Keywords: Physical vapor deposition, coating, TiN, decoration

THE DETERMINATION OF MICROSTRUCTURE, THERMAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF SOME INTERMETALLIC ALLOYS IN Sn-Zn-Cu SYSTEM

Sezen AKSÖZ^a, Pınar ATA ESENER^b, Esra ÖZTÜRK^c, Necmettin MARAŞLI^d

^a Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir, Turkey, sezenaksoz@nevsehir.edu.tr

^b Erciyes University, Kayseri, Turkey, pinarata88@gmail.com

^c Kocaeli University, Kocaeli, Turkey, esra3.ozturk@gmail.com

^d Yıldız Teknik University, İstanbul, Turkey, nmarasli@yildiz.edu.tr

Abstract

The Sn-Zn-Cu alloy system is generally used metallic connections between conducting wires, films or contacts. Also it is used in soluble joints of fire safety devices and other high temperature detectors. The goal of this study is to determine the microstructure, microhardness, tensile strength, thermal and chemical composition analysis of Sn-0.5 at.%Zn-6.5 at.%Cu (Cu_6Sn_5), Sn-4.5 at.%Zn-2.5 at.%Cu (Cu_5Zn_8), Sn-11 at.%Zn-12 at.%Cu (CuZn), Sn-50 at.%Zn-10 at.%Cu (CuZn_5) alloy system which have 230-250 °C range of melting temperature. Each specimen was prepared for microstructure examination by using standard metallographic techniques and examined through an optical microscope. The tests of tensile strength and microhardness were performed at room temperature. The amount of energy and the melting temperature values were measured in Differential Scanning Calorimeter (DSC). In addition heat capacity of the specimens was calculated too.

Keywords: Intermetallic Phases, Microstructure, Mechanical Properties, DSC

Acknowledgments

Support from TUBITAK (Project No: 116F010)

EFFECT OF HEAT INPUT ON MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS OF Fe-Cr-W-B-C COATING ON AISI 1020 PRODUCED BY USING PTA WELDING METHOD

Cihan ÖZEL^{1a}, Turan GÜRGENÇ^{2b} and Selçuk KARATAŞ^{3c}

^a Firat University Engineering Faculty, Elazig, Turkey, E-mail: cozel@firat.edu.tr
^b Firat University Technology Faculty, Elazig, Turkey, E-mail: tgurgenc@firat.edu.tr
^c Firat University Engineering Faculty, Elazig, Turkey, E-mail: skaratas@firat.edu.tr

Abstract

In this paper, AISI 1020 steel surface was coated in different heat inputs with (%-wt.) 50 FeCr-20FeW-30FeB powder mixture by using plasma transferred arc (PTA) welding method. To obtain different heat inputs, steel surfaces were coated at 120, 140, 160 A currents and 0.1, 0.15 m/min. speeds. The microstructure of the coated samples were investigated by using optical microscope (OM), scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD) and energy dispersive X-ray (EDS). The hardness was measured with microhardness test device. Surface coating depths were increased as heat input increased. Different microstructures were formed according to the heat input change. Coating layers were consisted of mostly $M_{23}(C, B)_6$ (M=Cr, Fe, W) carbide, M_7C_3 (M=Cr, Fe, W) carbide, (Cr, Fe)B boride, FeB boride and FeCr. The microhardness of the all coatings are higher than AISI 1020. The highest average microhardness value was measured at 1217 HV on sample coated with low heat input. The average microhardness was decreased as heat input increased.

Keywords: PTA welding, Ferro alloys, Fe-Cr-W-B-C coating, Heat input, Microhardness.

IMPROVEMENT IN ENERGY EFFICIENCY OF A BOILER BY PERIODIC MEASUREMENT

Aydın Rüşen^a, Mehmet Ali Topçu^b, Selmin Ener Rüşen^c

^aDept. of Metallurgical and Materials Eng. Karamanoğlu Mehmetbey University, Karaman, Turkey, aydinrusen@kmu.edu.tr

^bDept. of Metallurgical and Materials Eng. Karamanoğlu Mehmetbey University, Karaman, Turkey, topcumali@kmu.edu.tr

^cDept. of Energy Systems Eng. Karamanoğlu Mehmetbey University, Karaman, Turkey, selminerusen@kmu.edu.tr

Abstract

Depending on the technological developments, the demand for energy in the countries is increasing day by day. With the search for alternative energy sources due to decreasing the fossil fuels and increasing energy costs, considerable efforts are being carried out by the countries towards efficient use of the energy. In energy efficiency applications, it is very important to make regular and accurate measurements at short intervals in the energy consumption points and to record the obtained data in order to observe the effectiveness of the activities aimed at improvement. The operating data of a combustion system (boiler) are regularly monitored by flue gas analyser to improve the combustion efficiency of the system by optimizing fuel-air mixture. The maximum combustion efficiency in the boiler is achieved by tuning the excess air level to 15% for natural gas; otherwise the energy loss will increase a lot by means of stack gas. In this study, it was aimed to reveal the possible fuel savings as well as to reduce the CO₂ emissions by measuring weekly the stack gas of the boiler located at the Karamanoğlu Mehmetbey University heat center between the dates of 15.10.2016-15.05.2017 with Testo 350 Flue Gas Analyzer. By monitoring the quantities of the flue gas components (O₂, CO₂, CO and SO₂) during the periodic measurements, the burner of the boiler was adjusted to supply the optimum combustion conditions if the values were higher or lower than the required values. In addition, the rate of combustion in the boilers and the amount of waste heat in the flue gas could be determined by these measurements. Thus, timely interventions to the air-fuel ratio in the burner of the boiler during the mentioned period have provided an important financial gain in terms of energy efficiency, resulting in lower annual fuel consumption. The result of this study shows that the monitoring of the flue gas components by periodic measurements could be finalised with significant energy savings in the boiler systems.

Keywords: Energy Efficiency, Flue Gases, Combustion, Boiler, Periodic Measurement.

THE INFLUENCE OF TRISODIUM PHOSPHATE CONCENTRATION ON TRIBOLOGICAL AND CORROSION PROPERTIES OF MAO'ED AZ91 MAGNESIUM ALLOY

Faiz Muhaffel^a, Ali Serdar Vanli^b, Huseyin Cimenoglu^a

^a Department of Metallurgical and Materials Engineering, Istanbul Technical University, Istanbul, Turkey

^b Department of Mechanical Engineering, Yildiz Technical University, Istanbul, Turkey
muhaffel@itu.edu.tr, svanli@yildiz.edu.tr, cimenoglu@itu.edu.tr

Abstract

Magnesium alloys are the lightest structural metallic alloys amongst modern manufacturing materials due to their low specific weight. These alloys can exhibit about 75% lower specific weight than steel and about 25% than aluminum alloys. The demand of magnesium alloys in automobile industry is rapidly increasing due to important economical and environmental concerns such as fuel economy, weight savings and reduction of carbondioxide emission. However, their poor wear and corrosion resistances require surface treatments, which commonly include conversion coatings, anodizing, electro/electroless plating etc. Among surface modification methods, micro arc oxidation of magnesium alloys presents high hardness, good wear resistance, excellent adhesion strength and good resistance to corrosive environments along with environmentally friendly and cost-effective processing. In the present study, AZ91 magnesium alloy was micro arc oxidized in aluminate-based electrolytic solution in order to evaluate the influence of trisodium phosphate concentration in the electrolyte on properties of MAO coating. Subsequent to microstructural characterization of the coatings, samples were investigated by wear and corrosion tests in chlorine-rich corrosive environment.

Keywords: micro arc oxidation; magnesium alloy; oxide coating; wear; corrosion.

THE INVESTIGATION OF OPTICAL AND DIELECTRIC PROPERTIES OF NI DOPED ZNO NANOPOWDERS SYNTHESIZED BY SOL-GEL CALCINATION METHOD

Cihat Aydin^a and Handan Aydin^b

^aDepartment of Metallurgy and Materials Engineering., Faculty of Technology, Firat University, Elazig, Turkey

^bDepartment of Metallurgy and Materials Engineering, Faculty of Engineering, Munzur University, Tunceli, Turkey

Abstract

The nanostructured ZnO semiconductor oxides were successfully synthesized by the sol-gel calcination method. Optical and dielectric properties of the samples were characterized by means of spectrophotometric measurements at room temperature. The reflectance spectra of the undoped and Ni doped ZnO samples obtained in the wavelength range from 200 to 1200 nm. It is shown that the average reflectance decreases with increasing Ni content in the visible region. The maximum reflectance is undoped ZnO. The optical band gaps of the ZnO nanocrystalline were calculated for the various Ni doping (0, 0.01%, 0.1%, 0.5%, 1% and 2%). The E_g values are non-monotonously changed with Ni doping. The obtained optical band gap values of the Ni doped ZnO nano powders are in agreement with the literature. Optical constants (refractive index, n , and absorption index, k) of the undoped and Ni-doped ZnO were determined and discussed based on the single oscillator model. The optical constants and dispersion parameters of the ZnO samples such as refractive index, extinction coefficient and dielectric constants were changed with the Ni doping. The obtained results suggest that the optical properties of ZnO can be controlled by Ni doping .

Keywords: Sol-Gel method, Zinc Oxide, Nickel, Optical Properties.

SUPERHYDROPHOBIC SURFACES OBTAINED WITH CARNAUBA-WAX

Hasan Hüseyin İPEKÇİ^{a,b} and Hatice Nur EKİNCİOĞLU^b and M.Serdar ONSES^b

^a Department of Metallurgy and Materials Engineering, Necmettin Erbakan University, Konya, Turkey, hipekci@konya.edu.tr

^b Department of Materials Science and Engineering, Nanotechnology Research Center (ERNAM) Erciyes University, Kayseri, Turkey, onses@erciyes.edu.tr

Abstract

We present a low-cost and practical approach based on spray-coating of carnauba-wax dispersed in chloroform for preparation of superhydrophobic coatings. Carnauba wax forms a superhydrophobic surface with the hierarcihal roughness layer obtained by evaporation of the solvent after spraying on the surfaces. The most important aspect of this work is the use of natural and non-fluorinated particles, which is carnauba-wax. The effect of processing parameters including wax concentration, thermal annealing and solvent type on the wetting properties and the mechanical resistance of the coatings against abrasion is investigated.

Keywords: Superhydrophobic, contact angle, carnauba wax.

DYNAMICS OF THE MIXED SPIN (1/2, 1) ISING NANOTUBE SYSTEM

Bayram Deviren^a, Seyma Akkaya Deviren^b and Barış Recber^c

^a Department of Physics, Nevsehir Hacı Bektaş Veli University, Nevsehir, Turkey,
bayram.deviren@nevsehir.edu.tr

^b Department of Science Education, Nevsehir Hacı Bektaş Veli University, Nevsehir, Turkey,
sadeviren@nevsehir.edu.tr

^c Institute of Science, Nevsehir Hacı Bektaş Veli University, Nevsehir, Turkey, mevrek_50@hotmail.com

Abstract

Nowadays, magnetic nanoparticles are a developing subject of great interest for both theoretical and experimental researchers due to their great potentially technological applications from a wide range of disciplines, including medical applications [1], environmental remediation, catalysis [2], sensors, biotechnology [3], magnetic particle imaging [4], magnetic recording media, data storage, nonlinear optics, nanofluids, bio-separation, and propagation losses. The investigation and improvement of the magnetic nanoparticles can lead to the discovery of advanced magnetic materials with great impact on the new challenges and technologies [5].

In this study, we have investigated the dynamical aspects of a mixed spin (1/2, 1) Ising nanotube system in the presence of a time-dependent oscillating magnetic field within the mean-field approach and the Glauber-type stochastic dynamics. The mean field dynamic equations are derived by employing the Glauber transition rates. First, we have studied time variations of the magnetizations in order to find the phases in the system. Second, the dynamic magnetizations, Dynamics hysteresis loop areas, and the dynamic correlations have been calculated and studied as functions of the temperature. These studies lead us to characterize the nature of the dynamic phase transitions as well as to obtain the dynamic phase transition points. The obtained phase diagrams are presented in the (T, h) plane. We found that the dynamic behavior of the system strongly depends on the values of interaction parameters.

References

- [1] Wong A.P.Y. and Chan M.H.W., Liquid-vapor critical point of 4He in aerogel, Phys. Rev. Lett. 65, 2567, 1990.
- [2] Lu A.H., Schmidt W., Matoussevitch N., Bönnermann H., Spliethoff B., Tesche B., Bill E., Kiefer W. and Schüth F., Nanoengineering of a magnetically separable hydrogenation catalyst, Angew. Chem. 116, 4403-4406, 2004.
- [3] Gupta AK and Gupta M, Synthesis and surface engineering of iron oxide nanoparticles for biomedical applications, Biomaterials 26, 3995-4, 2005.
- [4] Gleich B. and Weizenecker J., Tomographic imaging using the nonlinear response of magnetic particles, Nature 435, 1214-7, 2005.
- [5] Hadjipanayis G.C., Prinz G.A (Eds.), Science and Technology of Nanostructured Magnetic Materials, Plenum Press, NewYork, 1991.

Keywords: Nanotube, Mixed spin, Dynamic phase transition, Ising model

This work is supported by the Scientific Project Fund of Nevsehir University Hacı Bektas Veli University under the project number: NEÜLÜP16F3.

MAGNETIZATION PLATEAUS AND GROUND-STATE PHASE DIAGRAMS OF THE SPIN-1 ISING MODEL ON THE SHASTRY-SUTHERLAND LATTICE

Seyma Akkaya Deviren^a and Bayram Deviren^b

^a Department of Science Education, Nevsehir Hacı Bektaş Veli University, Nevsehir, Turkey, sadeviren@nevsehir.edu.tr

^b Department of Physics, Nevsehir Hacı Bektaş Veli University, Nevsehir, Turkey, bayram.deviren@nevsehir.edu.tr

Abstract

Shastry Sutherland (S-S) model provide to investigate frustrated spin systems which exhibit remarkable magnetic behaviours and have attracted widespread interest. The S-S lattice as a frustrated quantum antiferromagnetic AFM model with an exact ground states was first introduced by Shastry and Sutherland in 1980s [1]. This lattice and its experimental realization in the material $\text{SrCu}_2(\text{BO}_3)_2$ [2] have much attention due to fascinating sequence of magnetization (m) plateaus at fractional values of the saturated magnetization (mS). Magnetization plateaus at $m/m_s=1/2, 1/3, 1/4, 1/8$ were observed in this material [3, 4].

In this study, the magnetization plateaus and ground-state phase diagrams of the spin-1 Ising model on the Shastry-Sutherland lattice with the crystal field interaction are studied by using the effective-field theory (EFT) with correlations. The applied field dependence of the magnetizations is investigated to find the existence of the magnetization plateaus. For strong enough magnetic fields, several magnetization plateaus are observed, e.g., at $1/4, 1/3, 1/2, 3/5, 2/3$ and $7/9$ of the saturation. The magnetization plateaus exhibit single, triple, quintuplet and six-plateaus according to the interaction parameters, hence the magnetization plateaus originate from the competition between the crystal field and exchange interaction parameters. The ground-state phase diagrams of the model are constructed in three different planes, namely $(h/J, J'/J)$, $(h/J, D/J)$ and $(D/J, J'/J)$ planes. These phase diagrams display the Néel order (N), collinear order (C) and ferromagnetic (F) phases with appropriate values of the system parameters. These results are compared with some theoretical and experimental works and a good overall agreement has been obtained [5].

Keywords: Shastry Sutherland lattice, Effective-field theory, Ising model

References

- [1] B. S. Shastry, B. Sutherland, *Physica B & C* 108 (1981) 1069.
- [2] R.W. Smith, D.A. Keszler, *J. Solid State Chem.* 93 (1991) 430.
- [3] H. Kageyama, K. Yoshimura, R. Stern, N.V. Mushnikov, K. Onizuka, M. Kato, K. Kosuge, C.P. Slichter, T. Goto, Y. Ueda, *Phys. Rev. Lett.* 82 (1999) 3168.
- [4] K. Onizuka, H. Kageyama, Y. Narumi, K. Kindo, Y. Ueda, T. Goto, *J. Phys. Soc. Jpn.* 69 (2000) 1016.
- [5] S. Akkaya, "Magnetization plateaus and ground-state phase diagrams of the S=1 Ising model on the Shastry Sutherland lattice", *Solid State Commun.*, 251 (2017) 73.

INFLUENCE OF THE NITROGEN DOPING SITE IN STONE-WALES DEFECT ON THE THERMAL CONDUCTIVITY OF ZIGZAG GRAPHENE NANORIBBONS

Ahmet Emin Senturk^a, Ahmet Sinan Oktem^a and Alp Er S. Konukman^{a,*}

^a Department of Mechanical Engineering, Gebze Technical University, 41400 Gebze, Kocaeli, Turkey

* Corresponding Author E-mail: konukman@gtu.edu.tr

Abstract

In this study, effects of nitrogen (N) doping and Stone-Wales (SW) defect on the thermal conductivity of zigzag graphene nanoribbons (ZGNRs) of size 15.6 nm × 7.31 nm were investigated using classical molecular dynamics (MD) simulations with the optimized Tersoff potential via Materials Studio and LAMMPS (Large-scale Atomic/Molecular Massively Parallel Simulator) softwares at room temperature. The physical model of the ZGNR constituted of 4480 atoms. The ZGNRs were assumed to be 0.34 nm thick, and the C–C bonding distance was about 0.142 nm. The influence on the thermal conductivity of ZGNRs with four different concentrations of N-doping at various doping sites in SW defect was examined. The N doping and SW defect concentrations were 0.5% N doping + 1% SW defect, 1% N doping + 2% SW defect, 1.5% N doping + 3% SW defect and 2% N doping + 4% SW defect. Results showed that the thermal conductivity of ZGNRs was sensitive to the N doping site in SW defect and N doping at the center site of SW defect was found to yield higher thermal conductivity than that at the edge of SW defect.

Keywords: Molecular dynamics, Zigzag graphene nanoribbon, Thermal conductivity, Stone-Wales, Nitrogen doping

LATEST DEVELOPMENTS IN SOLID-STATE DIFFUSION BONDING OF UN-WELDABLE ALLOYS AND THEIR APPLICATIONS IN JET ENGINES, ELECTRIC CARS, VACUUM SYSTEMS AND NUCLEAR POWER PLANTS

Amir A. Shirzadi

The Open University, Milton Keynes, UK, a.shirzadi@open.ac.uk
University of Cambridge, Cambridge, UK, as10043@cam.ac.uk
Cambridge Joining Technology Limited, Cambridge, UK, joining@cjt-limited.com

Abstract

Due to the high temperatures inherent in fusion welding processes, the use of these methods for joining certain materials, such as Ni-base superalloys, oxide-dispersion steels and metal matrix composites, has proved unsuccessful. Similarly, welding two alloys with different physical and thermo-mechanical properties (*e.g.* Al to Ti both with vast applications in aerospace industry) is very difficult if not impossible. Also, even if an alloy is weldable, due to the local melting during fusion welding processes, it is not possible to maintain the original shape or profile of high-precision components, *e.g.* microwave guides and laminated heat exchangers.

The latest developments and inventions in diffusion bonding of various combinations of similar and dissimilar alloys *e.g.* Al, Ti, stainless steels *etc.* will be outlined. Some samples will be available for viewing including a prototype heat exchanger designed for heating the fuel in jet engines. The presentation should be of interest to academics and particularly the research engineers who are looking for new value-added manufacturing processes.

Keywords: Solid State Diffusion Bonding, Joining Dissimilar Alloys

HARDNESS AND TENSILE STRENGTH OF Al-Cu-Si-Mg QUATERNARY EUTECTIC ALLOY

Yusuf KAYGISIZ^a, Necmettin MARAŞLI^b

^aDepartment of Energy Systems Engineering, Ereğli Faculty of Engineering and Natural Sciences, Necmettin Erbakan University, Konya, Turkey, E-mail: ykaygisiz@konya.edu.tr

^b Department of Metallurgical and Materials Engineering, Faculty of Chemistry and Metallurgical Engineering, Yıldız Technical University, Davutpaşa-Esenler, İstanbul, Turkey, Email: nmarasli@yildiz.edu.tr

Abstract

In the present work, Effects of growth rates on microhardness and tensile strength were studied in the directionally solidified Al-Cu-Si-Mg quaternary eutectic alloy. The composition of quaternary alloy in the Al-Cu-Si-Mg system was chosen to be Al-28wt.%Cu-6wt.%Si-2.2wt.%Mg to growth the eutectic phases from quaternary liquid. Directional solidification process were carried out with different growth rates ($V=9.63\text{--}173.5\mu\text{m/s}$) at a constant temperature gradient ($G=6.88\text{ K/mm}$) by using synchronous motors running at different speed by Bridgman-type furnace. The Hall-Petch type relationships between the microhardness and growth rate for directionally solidified the Al-Cu-Si-Mg quaternary eutectic alloy were obtained as; $HV = 170.7 + 79.08V^{0.25}$. The exponential relationship between HV and V for directionally solidified Al-Cu-Si-Mg eutectic alloy was determined to be; $HV = 237.68(V)^{0.043}$. The value of tensile strength also increases from 172.0 to 260.0 MPa with increasing growth rate from 9.63 to 173.5 $\mu\text{m/s}$ and the relationship between σ and V was found to be as; $\sigma = 343.45(V)^{0.15}$. The value of microhardness increases from 195 ± 3.0 to $223\pm 5.0\text{ kg/mm}^2$ with increasing growth rate from 9.63 to 173.5 $\mu\text{m/s}$.

Keywords: Directional solidification; Quaternary eutectic alloy; Aluminium alloy; Microhardness

JOINING OF ALUMINUM ALLOYS WITH A NOVEL SOLID STATE WELDING METHOD

Isam Jabbar Bajilane^a and Guney Guven Yapici^a

^aOzyegin University, Istanbul, Turkey, E-mail: guven.yapici@ozyegin.edu.tr

Abstract

6061 series aluminum alloys have found utilization in a range of technological applications. Joining of this alloy with friction stir welding has been a topic of interest in recent years. However, the keyhole associated with traditional methods is still a problem. A novel process incorporating a center filler is utilized for spot welding of sheet samples leading to a solid state metallurgical bond. The keyhole is eliminated in the process. Keeping other process parameters constant, effect of pin descending depth on the mechanical behavior of welded joints are investigated. Accordingly, a lap shear force over 2500N was achieved for a joint formed by two 1 mm thick aluminum plates and a 6 mm diameter filler disc. Micro and macrostructural observations on the weld zone demonstrating the interface region revealed the influence of process parameters on weld quality.

Keywords: Joint Strength, Friction Stir Welding, Aluminum, Keyhole

STRUCTURAL AND DIELECTRIC PROPERTIES OF LA DOPED Co-Mg FERRITE

Tuğba Şaşmaz Kuru^a

^a Vocational School of Health Services, Radiotherapy Program, Okan University, Istanbul, Turkey, tugba.sasmaz@okan.edu.tr

Abstract

Ferrite nanoparticles are distinguished from many other materials by their structural dielectric and conductivity properties. These properties of ferrites depend on their chemical components, cation distribution, crystal size, roughness, etc. [1]. Cobalt ferrites are preferred in areas such as biomedical, electric generators, storage devices and humidity sensors, for their high electrical resistivity and high coercivity properties [2,3]. Ferrites can be produced by various methods in order to have the desired properties. These methods include the co-precipitation method [4], the hydrothermal method [5], the sol-gel method [6] and the solid state reaction route [7].

In this study, La-doped Co-Mg ferrite was produced by co-precipitation method. Structural properties of the sample were investigated by XRD, morphological properties by SEM and dielectric and conductivity properties by dielectric spectroscopy. Dielectric measurements were made at 20 Hz - 10 MHz frequency range and 293 K - 453 K temperature range. Impedance analysis results show that the dielectric mechanism fits to the cole-cole model. In addition, the AC and DC conductivities of the sample were examined and electrical parameters were obtained.

Keywords: Co-ferrites, co-precipitation, structural properties, dielectric properties, conductivity

References:

- [1] Jian-ming Gao, Zhi-kai Yan, Jing Liu, Mei Zhang, Min Guo, Synthesis, structure and magnetic properties of Zn substituted Ni-Co-Mn-Mg ferrites, *Materials Letters* Volume 141, 15 February 2015, Pages 122-124.
- [2] Tulu Wegayehu Mammo, N. Murali, Yonatan Mulushoa Sileshi, T. Arunamani, Studies of structural, morphological, electrical, and magnetic properties of Mg-substituted Co-ferrite materials synthesized using sol-gel autocombustion method, *Physica B* 523 (2017) 24–30.
- [3] T. Şaşmaz Kuru, E. Şentürk, Humidity sensing properties of ferrite based Al-Cd nanoparticles as a fast response sensor device, *Sensors and Actuators A* 249 (2016) 62–67.
- [4] T. Şaşmaz Kuru, E. Şentürk, V. Eyüpoğlu, Overlapping Large Polaron Conductivity Mechanism and Dielectric Properties of $Al_{0.2}Cd_{0.8}Fe_2O_4$ Ferrite Nanocomposite *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism* 30 (2017) 647–655.
- [5] E. Şentürk, Y. Köseoğlu, T. Şaşmaz, F. Alan, M. Tan, RC circuit and conductivity properties of $Mn_{0.6}Co_{0.4}Fe_2O_4$ nanocomposite synthesized by hydrothermal method, *Journal of Alloys and Compounds* 578 (2013) 90–95.
- [6] Ram A. Pawar, Sunil M. Patange, Qudsiya Y. Tamboli, V. Ramanathan, Sagar E. Shirsath, Spectroscopic, elastic and dielectric properties of Ho^{3+} substituted Co-Zn ferrites synthesized by sol-gel method, *Ceramics International* 42 (2016) 16096–16102.
- [7] N.H. Vasoya, Prafulla K. Jha, K.G. Saija, S.N. Dolia, K.B. Zankat, and K.B. Modi, Electric Modulus, Scaling and Modeling of Dielectric Properties for Mn^{2+} - Si^{4+} Co-substituted Mn-Zn Ferrites, *Journal of Electronic Materials*, Vol. 45, No. 2, 2016.

NİTİNOL ALAŞIMININ MİKROYAPISI ÜZERİNE YAŞLANDIRMA SICAKLIĞININ ETKİSİ

^aMehmet Kaya, ^bTuğba Yıldız Saygılı, ^cÖmer Çakmak

^aAdıyaman Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
Bölümü, 02040 Adıyaman-Türkiye mehmetkaya75@hotmail.com

^bAdıyaman Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksek Okulu, Makine Bölümü
Bölümü, 02040 Adıyaman-Türkiye tsaygili@adiyaman.edu.tr

^cGebze Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kocaeli, Türkiye,
omrcakmak@outlook.com

Özet

Nitinol alaşımı şekil hatırlamalı alaşımlar içerisinde en önemli sınıfı oluşturmakta olup medikal, otomotiv ve uzay sanayisi gibi alanlarda geniş bir kullanım alanı oluşturmaktadır. Alaşımın şekil hatırlama özelliği mikroyapısındaki austenit ve martensit faz dönüşümleri ile ilişkilidir. Alaşımın mikroyapısında austenit ve martensit fazların haricinde farklı fazlar da mevcut olup bu fazlar ısı-ışıl işlem ve yaşlandırma sıcaklıkları ile değiştirilebilmektedir. Bu çalışmada dökümle elde edilen Nitinol alaşımı 1050 C sıcaklıkta homojenleştirme ısı-ışıl işlemine tabi tutulduktan sonra farklı sıcaklıklarda yaşlandırma yapılarak mikroyapısındaki fazlar optik mikroskobu, SEM-EDX ve XRD analizleri ile incelendi.

Anahtar Kelimeler: Nitinol, Şekil hatırlamalı alaşımlar, Mikroyapı, Isıl-ışıl işlem

THE EFFECT OF AGING TEMPERATURE ON MICROSTRUCTURE OF NITINOL ALLOY

Abstract

Nitinol alloy forms the most important class among shape memory alloys and forms a wide field of use in fields such as medical, automotive and aerospace industries. The shape memory property of the alloy is related to the austenite and martensite phase transformations in the microstructure. There are different phases in the microstructure of the alloy other than austenite and martensite phases, and these phases can be replaced by heat treatment and aging temperatures. In this study, Nitinol alloy obtained by casting was subjected to homogenization heat treatment at 1050 C, then aged at different temperatures and phases of the microstructure were examined by optical microscopy, SEM-EDX and XRD analyses.

Keywords: Nitinol, Shape memory alloys, Microstructure, Solution heat-treatment

FRACTURE TOUGHNESS AND TOUGHENING MECHANISM OF CTBN MODIFIED EPOXY

Harun SEPET^a and Necmettin Tarakcioglu^b

^a University of Selçuk, Konya, Turkey, E-mail: harunsepet@selcuk.edu.tr

^b University of Selçuk, Konya, Turkey, E-mail: ntarakcioglu@selcuk.edu.tr

Abstract

Epoxy laminating resin was premixed with (0, 1, 3,5,10 and 15 %wt.) carbonyl-terminated butadiene acrylonitrile copolymer (CTBN) liquid rubber. The CTBN-Epoxy blends was sonicated in an ultrasonic sonicator for 10 min and then cured with a EPIKOTE™ resin MGS L285 and EPIKURE™ curing agent H285 curing agent for one hour at 90°C and post cured at 120°C for three hours in an air oven. Fracture toughness and toughening mechanism of CTBN filled epoxy blends were determined. The results showed an improvement of the fracture toughness of the epoxy with the presence of CTBN. The increase in fracture toughness was supported by investigating from the literature. As it is clear from the literature, SEM observations at the tip of a propagating crack evince the fracture mechanism of rubber filled epoxy blends. Rubber particles, which bridge the crack, stretch to large strains before tearing and failing.

Keywords: Epoxy, CTBN, Fracture Toughness, Toughening mechanism

DIFFERENT CROSS-LINKED PVA/CHITOSAN HYDROGELS FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS

Seda Ceylan 1^a, H. Başak Yıldırım 2^b, Murat Oturakçı 3^c

^aAdana Science and Technology University, Bioengineering Department, Adana, Turkey,
E-mail: sceylan@adanabtu.edu.tr

^bAdana Science and Technology University, Energy Systems Engineering Department, Adana, Turkey,
E-mail: byildirim@adanabtu.edu.tr

^cAdana Science and Technology University, Industrial Engineering Department, Adana, Turkey,
E-mail: moturakci@adanabtu.edu.tr

Abstract

The present study aims to produce different crosslinked hydrogels based on polyvinyl alcohol (PVA) and chitosan. Chitosan is a biocompatible, non-toxic and natural polymer and attracts considerable interest in a wider range of biomedical and pharmaceutical applications. PVA is a water-soluble, non-toxic, flexible and biodegradable synthetic polymer. In order to improve mechanical properties and biocompatibility of scaffolds; chitosan and PVA polymers were used. Crosslinking time, PVA to chitosan weight ratio, and concentration of the crosslinker were studied as synthesis parameters. Effect of chemical crosslinkers (genipin, formaldehyde, sulfuric acid) on the hydrogel properties were analysed. Chemical structure and pore morphology were demonstrated by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and Scanning electron microscopy (SEM). Swelling ratio and degradation profile of the scaffolds were also determined. In addition to this, drug release models from hydrogels will be investigated in future analysis.

Keywords: Polyvinyl alcohol, Chitosan, Scaffold, Crosslinking, Biomaterials

SYNTHESIS OF NANO-STRUCTURES FROM CARBONIZED PINE NUTS SHELL

Mustafa Boyrazlı^a, Ömer Güler^b

^a Metallurgical and Material Eng. Dept.,Firat University, Elazig, Turkey

^b Metallurgical and Material Eng. Dept.,Mersin University, Mersin, Turkey

E-mail: oguler@mersin.edu.tr

Abstract

Purpose of this study is to synthesize qualified carbon structures from an environmental waste by using a fast, easy method with minimum damage against environment. In accordance with this purpose, Nano-structures were synthesized from pine nuts shells at the end of 3-stage process. pine nuts shells were carbonized at the first stage. pine nuts shells are rich in carbon, nitrogen and potassium but poor in phosphorus. Carbonization process was conducted by processing sample which was placed into a screw-cap crucible in a muffle type furnace at different temperature for different periods.

Carbon and sulfur content of sample processed at 800 °C for 1440 minutes occurred as 86.32% and 0.03 %, respectively. Calorific value of the same sample was determined as 7986 cal/gr. It was found that sulfur ratio of samples subjected to carbonization process decreased from 0.44% to 0.03% in parallel with increase of carbon ratio as the temperature increased.

Obtained carbonized structure was subject to milling process as the second stage. Milling process was carried out in order to decrease the particle size of carbon rich sample, which was obtained from carbonization process, into nano size and to bring the energy, required for the 3rd stage, to the structure. Amorphous carbon structure obtained after milling process was subjected to annealing process at 1400 °C as the 3rd stage. After 3rd stage, obtained samples were investigated via scanning electron microscopy (SEM), X-Ray diffraction and Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR). As a result of these processes, carbon nano-tubular, carbon nano-onion structures, and amorphous carbon structures were observed in the structure.

Keywords: Carbon, nano-structure, carbonization

AGRICULTURAL MACHINERY INDUSTRY AND IMPORTANT IN TURKEY

Osman Gökdoğan^a and Oktay Erdoğan^a

^a Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir, Turkey, E-mail: osmangokdogan@gmail.com

Abstract

In this study, the current condition of the agricultural equipment and machinery industry in Turkey has been analysed. In this scope, the manufacturing pattern of enterprises producing agricultural equipment and machinery in agricultural equipment and machinery industry has been examined. As well as the agricultural equipment and machinery used from soil processing to transporting in agricultural equipment and machinery industry, the enterprises manufacturing up to the drying stage have been assessed. Material of the study consists of enterprises producing agricultural equipment and machinery in Turkey and the data of Association of Turkish Agricultural Equipment and Machinery Producer. In the study, a general assessment on equipment and machinery produced in accordance with the production pattern of enterprises has been evaluated, and the economic significance of agricultural equipment and machinery industry, in terms of employment, export and import have been considered. In conclusion, production and export of agricultural equipment and machinery in Turkey has increased in recent years.

Keywords: Agricultural machinery, Industry, Turkey

THE USE OF INDUSTRIAL WASTES IN HEAVY METAL CONTAMINATED WASTE WATER TREATMENT: THE CASE OF FOUNDRY WASTES

Hüseyin CÜCE^a and Mustafa YEMEN^b

^{a,b}Department of Environmental Engineering, University of Nevşehir Hacı Bektaş Veli, Nevşehir, Turkey
E-mail: huseyincuce@nevsehir.edu.tr

Abstract

Nowadays, one of the most important issues is industrial wastewater treatment because much of the water used by homes, industries, and businesses must be treated before it is released back to the environment and if wastewater is not treated suitably, then it can negatively affect on the environment and human health. In this research, a novel method has been offered for chromium wastewater (from metal plating) treatment using the waste of casting iron plant (foundry) as the fenton material. This type of waste could be an attractive extracting agent because of having iron, carbon and silicon as well as the good magnetic property, which causes the easy separation of fenton material from the solution. In addition, Cr(VI) ions are separated as chromium hydroxide sediments through fenton reaction. In order to achieve the best result, parameters affecting on the process was optimized and the best result obtained at pH of 4, vortex time 2 min, H₂O₂ of 6 µL and waste iron amount of 0.200 g. Finally, proposed method was applied for extraction of Cr(VI) from samples of metal plating wastewater using both flame atomic absorption spectrometry and uv-vis spectrometry and obtained recovery was about 98 %. These results showed us an industrial waste (grinding powder from foundry) is applicable for treatment of the metal plating wastewater.

Keywords: Industrial wastes, grinding powder, metal plating wastewater, removal of Cr (VI), Fenton process

CALCULATIONS PHOTOVOLTAIC PROPERTIES OF TiO₂ BY USING DFT METHODS

Sinem Aksan^a and Hasan Göçmez^a

^a Dumlupınar University, Material Science and Engineering Kütahya, Turkey, sinem.aksan@dpu.edu.tr

Abstract

In this study we discuss the electrical properties of titanium dioxide nanoparticles and photovoltaic properties of TiO₂ based solar cells. The band gap is underestimated in the density functional theory (DFT) calculations with local density approximation (LDA). Anatase TiO₂ has a tetragonal structure with a symmetry group of I41/AMD and lattice parameters of $a = b = 3.776 \text{ \AA}$ and $c = 9.486 \text{ \AA}$. Doping systems were constructed on the basis of a 48-atom anatase supercell with a 2x 2x 1 repetition. Spin-polarized DFT calculations were performed using the CASTEP module of Materials Studio 6.1 with the LDA .

Keywords: DFT, Photovoltaic, TiO₂

AN ALTERNATIVE FLUX SOURCE FOR TRADITIONAL CERAMIC PRODUCTION

Sinem Aksan^a, İskenderIşık^a and Sezgin Aksan^a

^aDumlupınar University, Kütahya, Turkey, E-mail: sinem.aksan@dpu.edu.tr

Abstract

The aim of this study is to search alternative flux material which is crucial in manufacturing traditional ceramics. Almost no ceramic raw materials are indispensable. The criterion in the selection of raw materials is price and availability. The production costs of ceramic materials have always been important factor for their marketing. Therefore, the samples of flux material from Central Anatolia was studied in this research whether it can be utilized as flux source in ceramic tile in dustryor not. Firstly, chemical analysis of the flux material has been done and it was detected that it has 10.90% Na₂O content. So it was used in the prescriptions as a flux. The prescriptions were prepared and sintered according to the ceramic tilefiring conditions. The physical characteristics of the specimens were examined. It is concluded that consuming this alternative material by 5% as a flux instead of Çine region feldspar is suitable in terms of reducing reasonable production cost.

Keywords: Flux, traditionalceramic

TERMOREAKTİF DİFÜZYON YÖNTEMİYLE FeTi KAPLANAN AISI4140 ÇELİĞİN MİKROYAPI ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

¹Soner Buytoz, ²Bülent Kurt, ¹Y.Buğra Yıldırım, ¹F.Nur Harputlugil

^{1,4}Firat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Elazığ, Turkey.
sbuytoz@gmail.com

²Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Nevşehir, Turkey

Özet

Bu çalışmada AISI4140 çeliğine termoreaktif difüzyon yöntemiyle 1, 2 ve 3 saat sürelerle 900°C, 1000°C ve 1100°C'lerde FeTi kaplamaları üretildi. Üretilen kaplama tabakaları taramalı elektron mikroskobu, enerji dağılımlı X ışın spektroskopisi, Xışındifraktogramı ile analiz edildi. İnceleme sonuçlarına göre, artan sıcaklık ve sürelerle bağlı olarak, yüzeyde 3.04-10.62 µmlik bir kaplama tabakası elde edildi. Kaplamalar Fe, ve TiC faz ve karbürlerinden oluştuğu X ışın difraktogramlarıyla belirlendi. Mikrosertlik değerleri ise sıcaklık ve zamana bağlı olarak 1089 HV ile 2335 HV arasında değiştiği tespit edildi.

Anahtar kelimeler: Kaplama, TRD, difüzyon, TiC

INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURAL PROPERTIES OF FeTi COATINGS ON AISI 4140 STEEL PERFORMED BY THERMO-REACTIVE DIFFUSION TECHNIQUE

Abstract

In the present study, FeTi coatings on AISI 4140 steel were processed by pack method thermo-reactive diffusion method (TRD) in a solid medium for 1, 2 and 3 h at 900, 1000 and 1100 °C, respectively. Then, the coated specimens were characterized by scanning electron microscopy, energy dispersive X-ray spectrometry and X-ray diffraction analysis. From the results, between 3.04 and 10.62µm carbide layers on the surface were obtained by increasing process time and temperature. The coatings were determined by Fe and TiC phase and carbides. The kinetics of vanadium carbide coating was also studied and the activation energy was estimated to be 180.73kJ/mol. The average values of the micro hardness of the coating were changed between 1089 and 2335 HV by increasing process time and temperature.

Keywords: Coating, TRD, diffusion, TiC

INVESTIGATION OF WEAR PERFORMANCE OF TiN COATED ENGINE PARTS WITH PVD TECHNIQUE

F. Teber^a, E. Gerçekcioğlu^b

^aAutomotive Engineering, Faculty of Technology, Firat University, Elazığ, 23270, Turkey,
E-mail: fteber@firat.edu.tr

^bMechanical Engineering, Engineering Faculty, Erciyes University, Kayseri, 38039, Turkey,
E-mail: gercek@erciyes.edu.tr

Abstract

The wear behaviour of TiN coated hot work steel samples were investigated in a wear test devices adapted to the disk on disk system. The experimental specimens were prepared identically in the Ø60x5 mm dimensions. Uncoated samples were used as counter material. Wear experiments were performed in dry sliding and growing temperature conditions. Sliding speed, distance, load and temperature were used as variable parameters. The tests were carried out at temperatures of 75, 100, 125 and 150 ° C. The effects of variable parameters on the weight loss of TiN were determined using characterization methods such as optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS) and XRD analysis. It has been observed that the weight loss increases with increasing load and temperature, and then drops again after reaching the maximum level at 125 ° C. Coated samples reached maximum weight loss at 125 ° C, while uncoated samples reached maximum weight loss at 100 ° C. Less weight loss was observed at higher temperatures in TiN coated samples while more weight loss was observed at lower temperatures in uncoated samples. The coefficient of friction is decreasing in parallel with the applied load and it is found that the friction coefficient of the uncoated samples is higher than the TiN coated samples. The values of friction coefficient obtained in experiments vary between 0.15-0.33. These values are consistent with the literature values when the selected shear rates are taken into consideration. Friction coefficients values were found to be higher in the uncoated specimens than in the TiN coated specimens. Furthermore, it has been found that the friction coefficient decreases with the increase of the sliding speed. As the shear rate increases, the increased friction heat increases oxidation and this reduces the friction coefficient. The surface roughness values of TiN-coated samples were measured to be lower than the uncoated samples. The difference between surface qualities is generally visible. Experimental results indicate that the microstructure and surface behavior of the coated surfaces are superior to those of the uncoated surfaces in all respects.

Keywords: PVD, Engine wear, TiN coatings

PVD TEKNİĞİ İLE TiN KAPLANMIŞ MOTOR PARÇALARININ AŞINMA PERFORMANSININ İNCELENMESİ

Özet

TiN kaplanmış sıcak iş çeliği numunelerinin aşınma davranışı disk-disk sistemine uyarlanmış aşınma test cihazında incelenmiştir. Deney numuneleri 60Øx5 mm ebatlarında özdeş olarak hazırlanmıştır. Karşı malzeme olarak kaplanmamış numuneler kullanılmıştır. Aşınma deneyleri kuru sürtünme şartlarında ve artan sıcaklıklarda yapılmıştır. Kayma hızı, yük, kayma mesafesi ve sıcaklık değişken parametreler olarak kullanılmıştır. Testler 75, 100, 125 ve 150°C'de gerçekleştirilmiştir. Değişken parametrelerin ağırlık kaybı üzerindeki etkileri optik mikroskop, taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımlı spektroskopisi (EDS) ve XRD analizleri gibi karakterizasyon yöntemleri kullanılarak belirlenmiştir. Ağırlık kaybının belirli bir değere kadar, artan yük ve sıcaklık ile arttığı daha sonra düşüğe geçtiği gözlemlenmiştir. Kaplanmış numuneler 125°C'de maksimum ağırlık kaybına ulaşılırken, kaplanmamış numuneler 100°C'de maksimum ağırlık kaybına ulaşmıştır. TiN kaplı numunelerde daha yüksek sıcaklıklarda daha az ağırlık kaybı gözlenirken, kaplanmamış numunelerde daha düşük sıcaklıklarda daha fazla ağırlık kaybı gözlenmiştir. Sürtünme katsayısı uygulanan yüke paralel olarak azalmaktadır ve kaplanmamış numunelerin sürtünme katsayısının TiN kaplı numunelerden daha yüksek olduğu bulunmuştur. Deneylerden elde edilen sürtünme katsayısı değerleri 0.15-0.33 arasında değişmektedir. Bu değerler seçilen kayma hızları dikkate alındığında literatür değerleri ile uyumaktadır. Ayrıca, kayma hızının artması ile sürtünme katsayısının azaldığı tespit edilmiştir. Kayma hızının artmasıyla artan sürtünme ısı oksidasyonu artırır, bu durumda sürtünme katsayısını azaltır. TiN kaplamalı numunelerin yüzey pürüzlülük değerleri kaplamasız numunelere oranla daha düşük olarak ölçülmüştür. Yüzey kaliteleri arasındaki fark genel olarak gözle görülebilecek niteliktedir. Deney sonuçlarına göre kaplanmış yüzeylerin mikro yapısının ve yüzey davranışlarının, kaplanmamış yüzeylere göre her bakımdan daha üstün özellikler sergilediği tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: PVD, Motor Aşınma, TiN kaplamalar

YAKIT ENJEKSİYON SİTEMLERİNİN PÜSKÜRTME KARAKTERİZASYONUNUN BELİRLENMESİNDE GÖRÜNTÜ İŞLEME YÖNTEMLERİNİN KULLANIMININ ARAŞTIRILMASI

Burak TANYERİ¹, Orhan ATİLA², Fatma TEBER³, Hüseyin SEVİNÇ⁴

¹ Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Otomotiv Mühendisliği, Elazığ, Türkiye

² Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği, Elazığ, Türkiye

³ Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Otomotiv Mühendisliği, Elazığ, Türkiye

⁴ Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Otomotiv Mühendisliği, Elazığ, Türkiye

E-mail: fteber@firat.edu.tr

Özet

Yakıt enjeksiyon sistemleri, içten yanmalı motorlarda hava- yakıt karışımı teşkili ve yanma verimi için en önemli sistemlerden bir tanesidir. Taşıt kullanımında gerekli performansı ve yakıt tasarrufunu en verimli şekilde optimize edebilmek için gerekli olan tüm koşulların kontrolünü sağlamaya imkan tanımalarının yansira yakıtı atomize olarak yanma odasına göndererek yanma verimini de artırmaktadır. Yakıtın atomize olması, yakıt zerreciklerinin homojen olarak hava ile karışmasını sağlayarak yanma süresini kısaltıp yanma hızını artırmaktadır. Yanma verimini artıran bu durum gaz kuvvetinin homojen dağılımı için de gereklidir. Belirli bir boyuttan daha düşük olan yakıt zerrecikleri çok hızlı yanarak açığa çıkan ısı enerjisini mekanik enerjiye dönüştüremeden sönmelenmektedir. Bu durum motor gücü maksimum değerini düşürdüğünden motordan elden edilen verim azalmaktadır. Bu çalışmada yakıt enjeksiyon sistemlerinden elde edilen damlacıkların boyutlarının ve tane sayılarının belirlenmesinde görüntü işleme yöntemlerinin kullanılmasının araştırması yapılmıştır. Mevcut taşıtlarda kullanılan bir yakıt enjeksiyon sisteminin enjektöründen elde edilen damlacıkların görüntüleri dijital mikroskop vasıtası ile alınarak MATLAB programı yardımı ile görüntü işleme programında analiz edilerek boyutsal özellikleri belirlenmiştir. Ölçülen değerler, kullanılan enjektörün katalog verileri ile kıyaslanarak doğruluğu değerlendirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Yakıt enjeksiyon, Damlacık boyutu, Görüntü işleme

INVESTIGATION OF USE OF IMAGE PROCESSING METHODS IN DETERMINING SPRAYING CHARACTERIZATION OF FUEL INJECTION SYSTEMS

Abstract

Fuel injection systems are one of the most important systems for providing air-fuel mixture and combustion efficiency in internal combustion engines. The vehicle improves combustion performance by sending the fuel to the combustion chamber in a manner that reflects the necessary performance and ability to control all the conditions necessary to optimize fuel economy in the most efficient way. The atomization of the fuel improves the burning speed by shortening the combustion time by ensuring that the fuel particles are homogeneously mixed with the air. Fuel particles, which are lower than a certain size, are burned very quickly and are damped without converting the heat energy to mechanical energy. This reduces the maximum value of the motor power so that the efficiency deducted from the motor is reduced. In this study, the use of image processing methods in determining the size and number of droplets obtained from fuel injection systems has been investigated. Droplets obtained from the injector of a fuel injection system used in existing vehicles were taken by means of a digital microscope and analyzed in the image processing program with the aid of the MATLAB program to determine their dimensional characteristics. The measured values were compared with the catalog data of the injector used to evaluate the accuracy.

Keywords: Fuel injection, Droplet size, Image processing

USING OF FUNCTIONALLY GRADED MATERIALS AND THEIR APPLICATIONS

Hakan Pekel

Nigde Omer Halisdemir University, Nigde, Turkey, E-mail: hpek@ohu.edu.tr

Abstract

In recent decades controlling of heat conduction on the materials have gained more importance because of energy cost. The scientists in the field of innovation material development performed several experiments especially to enhance the material properties. In scope of these studies a material made called Functionally Graded Material (FGM) came into existence. Since this material is made of a mixture with arbitrary composition of the constituents (e.g. metallic and ceramic) the properties of the whole material can be changed continuously and gradually from one surface to the other. Piezoelectric, sensors, dental and orthopedic implants, and thermo generators are a few examples of FGM applications This study gives a review about using of FGMs and their applications for various fields.

Keywords: Functionally graded material, Manufacturing methods, Heat conduction

FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF FIRED CLAY BRICKS WITH PAPER PROCESSING WASTE AND EXPANDED PERLITE ADDITION FOR BUILDING APPLICATIONS

Irmak Su Ökten, Ece Budak, Savaş Öztürk, Mücahit Sütçü*

İzmir Katip Çelebi University, Faculty of Engineering and Architecture, Department of Materials Science and Engineering, 35620 Çiğli, İzmir.

*Corresponding Author

Abstract

Lightweight and porous clay bricks produced with addition of different additive materials such as expanded perlite and paper processing waste have been accomplished by a pug mill. Porous fired bricks was produced using of organic and inorganic additives such as paper waste and expanded perlite as pore-makers. Chemical (XRF), phase (XRD), morphology (SEM), thermal (TG-DTA) and particle size analysis of the raw materials were carried out. The brick mixtures containing additives at different ratios such as 5% and 10 % perlite, 5% and 10% paper waste, 5% perlite + 5% paper waste, 10% perlite + 10% paper waste by weight, and also reference brick were prepared. The mixtures contained water ratio around 20wt%. Samples were shaped with extrusion method, and the green bodies were dried at proper conditions. Then, the samples were fired at 850, 950 and 1050°C for 2 h, respectively. Physical properties such as bulk density, apparent porosity and water absorption, and also, compressive strength, thermal conductivity and microstructural properties of the fired samples were investigated. In addition, effect of firing temperature on the brick properties was examined. In conclusion, the best brick composition in terms of lightness, porosity and thermal conductivity corresponding to acceptable mechanical properties was optimized.

Keywords: Clay brick, additives, lightness, porosity, thermal conductivity, building applications.

OBTAIN OF BIOFUEL FROM PYROLYSIS OF PUMPKIN (CUCURBETA PEPO) WASTE

Meltem Dilek ^a, Nazan Yılmaz ^b, Oğuzhan Alagöz ^c

^a Afyon Kocatepe University, Afyonkarahisar, Turkey, E-mail: mdilek@aku.edu.tr

^b Afyon Kocatepe University, Afyonkarahisar, Turkey, E-mail: nazanyilmaz@aku.edu.tr

^c Afyon Kocatepe University, Afyonkarahisar, Turkey, E-mail: oalagoz@aku.edu.tr

Abstract

Increasing energy demand due to population growth and the development of the industry is becoming a problem for our country and other countries. Turkey is a country which imports energy and its energy requirement is provided % 78 with imports [1]. Its energy requirement is providing generally from fossil fuels for our country, dissemination of the use of renewable energy resources in our country is very important both economically and environmentally because it is helpful to reduce the use of these fuels which are harmful to environment and make our country dependent to abroad [2]. Renewable energy sources: sun, wind, hydraulic, ocean (tidal), wave, geothermal, biomass energy and etc. wood (energy forests, wood scraps), oilseed plants (sunflower, rapeseed, soybean, etc.), plants with high carbohydrate (potatoes, wheat, corn, beet, etc.), fiber plants (flax, latrines, sorghum, etc.) , vegetable wastes (stalks, straw, roots, bark, etc.), animal wastes with urban and industrial wastes are evaluated in the scope of biomass energy technology [3]. Alternative biofuels (biogas, biodiesel, bioethanol, synthetic oils) are produced by direct burning of the biomass or by increasing the fuel quality of the biomass in various processes (airless digestion, pyrolysis, fermentation, gasification, hydrolysis, biophotolysis, esterification reaction) [4].

In this study, the fuel value of bio-oil which obtained from pyrolysis of pumpkin wastes was investigated. The pyrolysis process was carried out in a fixed bed pyrolysis reactor at 350, 400, 450, 500, 550 °C at five different temperatures with a heating rate of 10 °C / min and a nitrogen flow rate of 1 L/min. The yields of liquid, solid, and gaseous products obtained from pyrolysis were calculated and the yield of the best liquid product was found to be % 21 at 450 °C. The content of the bio-oil was characterized by GC-MS, FT-IR and calorific value analyzes. The calorific value of bio-oil was found to be 30,22 MJ/kg. When compared to fuel oil (41,9 MJ/kg), we can say that the bio-oil obtained from pumpkin can be used when it is mixed with fuel at a certain level.

Keywords: Biomass, Pyrolysis, Biofuel, Renewable Energy

[1] Saraçoğlu, N., 2008. Biyokütleden Enerji Üretiminde Enerji Ormancılığının Önemi, VII.Ulusal Temiz Enerji Sempozyumu, 17-19 Aralık 2008, 265-272, İstanbul

[2] Topal, M., Arslan, E.I., Biyokütle Enerjisi ve Türkiye, VII. Ulusal Temiz Enerji Sempozyumu, UTES' 2008, İstanbul, 241 – 248, 17 – 19 Aralık, 2008.

[3] Karaosmanoğlu, F.,2003. Yenilenebilir Enerji Kaynakları ve Türkiye, Görüş Dergisi.

[4] Şen H.M., 2006, Türkiye'nin genel enerji durumu. ENKÜS 2006, TÜ Enerji Çalı tayı ve Sergisi, Bildiriler ve Sunumlar, 23-26 Haziran 2006, Enerji Enstitüsü Yayınları, No: 2006/1, 10-23.

TATARLI HÖYÜK'TE HITİTLER DÖNEMİNE AİT BAZI SERAMİK BULUNTULARIN KARAKTERİZASYONU

Nergis KILINÇ MİRDALI^a, K. Serdar GİRGİNER^b, Özlem Oyman GİRGİNER^b

^a Çukurova Üniversitesi, Güzel Sanatlar Fakültesi, Seramik Bölümü, Adana, Türkiye, E-mail: nkilinc@cu.edu.tr

^b Çukurova Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Arkeoloji Bölümü Adana, Türkiye, E-mail: sergir@cu.edu.tr

Özet

Arkeolojik seramik buluntuların karakterizasyonu ile geçmiş dönemde yaşamış toplumların teknolojik bilgi birikimlerinin aydınlatılması oldukça önemlidir. Bu çalışmada Adana'nın yaklaşık 50 km doğusundaki Ceyhan ilçesi sınırları içinde Tatarlı Köyünde yer alan Tatarlı Höyük'te, Geç Tunç Çağına ait ve Hititler Dönemine ait olduğu sanılan bir seramik fırının etrafından çıkarılan seramik buluntular, arkeometrik yöntemlerle incelenmiştir. Seramik buluntular içerisinde seçilen belirli sayıda buluntunun mikroyapı incelemeleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) yöntemi ile yapılırken, beraberinde kullanılan Enerji Saçınımlı X-ışınları Difraktometresi ile (EDX) mikroyapıda belirlenen alanların elementel kimyasal analizleri de saptanmıştır. Çalışmanın sonucunda seramik buluntuların şekillendirme tekniği, kullanılan hammaddeler, pişirim sıcaklığı, tane boyutu, tekstür, homojenlik gibi bir takım özellikleri değerlendirilerek Geç Tunç Çağı'nda yaşamış toplumların seramik üretim teknolojileri konusunda bilgiler elde edilmiştir. (Bu çalışma Çukurova Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Proje Birimi 9673 Kodlu Bireysel Araştırma Projesi tarafından desteklenmiştir).

Anahtar Kelimeler: Arkeometri, Seramik, Karakterizasyon, Geç Tunç Çağı, Tatarlı Höyük

SYNTHESIS AND PHOTOLUMINESCENT CHARACTERIZATION OF LANTHANUM STANNATE PYROCHLORE

Erkul KARACAOGLU^a and Esra ÖZTÜRK^a

^aKaramanoglu Mehmetbey University, Faculty of Engineering, Department of Metallurgy and Materials, Karaman, Turkey, E-mail: ekaracaoglu@kmu.edu.tr

Abstract

Lanthanide stannate pyrochlores (LSP) $\text{Ln}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$ (Ln= Y, La, Pr–Yb) with the cubic pyrochlore structure (Fd3m) has been developed to be a potential material for different high tech applications due to their superior properties, such as catalytic activity, defect structures, high thermal stability. They act as potential material for those research fields which are metal – semi conductor transitions, magnetic frustration/spinics, colossal magneto resistance, super conductivity, ferro electrics, mixed conductivity, pigments and catalysis. In this study, Nd³⁺-ion doped lanthanum stannate ($\text{La}_{1.90}\text{Nd}_{0.10}\text{Sn}_2\text{O}_7$) pyrochlore was chosen and synthesized through a high temperature and long-term solid state reaction (ceramic) method under open atmosphere. The thermal analysis (DTA/TG) were carried out to determine reaction conditions and possible phase formations which was carried out until 1300 °C. The phase properties were characterized by X-ray powder diffraction (XRD) which proved the cubic single phase formation of $\text{La}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$ with lattice parameters $a=b=c= 10.702 \text{ \AA}$ and $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$. The photoluminescence (PL) properties were analysed to obtain excitation, emission and decay time properties by using a PL spectrometer under room temperature (Figure 1.). The PL results show an excitation maximum at 299nm that was related with $^1\text{S}_0 \rightarrow ^1\text{F}_3$ transition of La^{3+} -ion. The single emission maximum at 523nm belongs to $^4\text{G}_{9/2} \rightarrow ^4\text{I}_{9/2}$ transition of the Nd^{3+} ions.

Acknowledgement: The authors would like to thank TUBITAK (The Scientific and Technological Research Council of Turkey) for the support to the project numbered 114Z438.

Keywords: Stannate pyrochlore, $\text{La}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$, La^{3+} , Nd^{3+} , Photoluminescence.

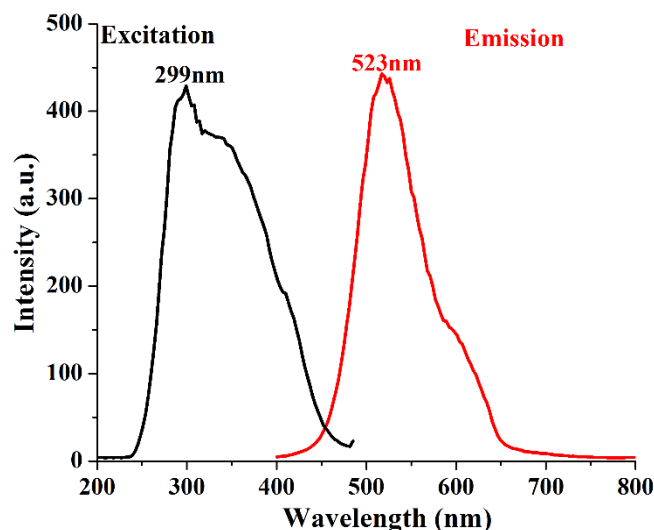


Figure 1. The Photoluminescence analysis of Nd³⁺-ion-doped lanthanum stannate ($\text{La}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$) pyrochlore.

BONE CHINA (KEMİK PORSELENİ) BUNYESİNDE NEFELİN SİYENİT KULLANIMININ PİROPLASTİK DAVRANIŞI ÜZERİNE ETKİSİ

Elif KABAKCI^a ve Ahmet ÇAPOĞLU^a

^aGebze Technical University, Kocaeli, Turkey, ekabakci@gtu.edu.tr; capoglu@gtu.edu.tr

Özet

Bone china (kemik porseleni); bünyesinde kemik külü, korniş kayacı (feldispat türevi) ve kaolin bulunduran yüksek mukavemetli, yarı saydam ve kendine has yüksek beyazlığa sahip bir porselen türüdür. Bone china ürünleri, şekillendirilmesinden sonraki aşama olan 1220-1250 °C sıcaklıkları arasındaki sinterlenmesi sırasında önemli ölçüde piropplastik deformasyona uğrarlar yani; ürün, yapı içinde gelişen camsı fazın akışkanlık derecesi ve yerçekiminin etkisi ile kendi ağırlığı altında şekil bozumuna uğrar. Bu durum bone china üretiminde önemli bir problemdir ve endüstride kendi hacimlerinden daha büyük olan özel fırın formikaları ile desteklenerek pişirilmelerini gerektirmektedir. Ancak bu da ürünlerin üretiminde yüksek oranda hurda ile karşılaşılması riskini arttırdığı gibi üretim maliyetlerini de olumsuz etkilemektedir. Bu problemin çözülmesi amacıyla bu çalışmada; bone china bünyesine nefelin siyenit katkısı yapılarak piropplastik deformasyona dirençli bone china bünyesi geliştirilmeye çalışılmıştır. Yapılan çalışmada, kemik külü, nefelin siyenit, kuvars ve kaolen kullanılarak bone china bünyeleri hazırlanmıştır. Bünyelerde kullanılan, kemik külü oranı %50 ile sabit tutulmuştur. Kullanılan nefelin siyenit katkısı belirli bir oranda (yaklaşık %15) sabit tutularak %6 ile %15 arası değişen oranda kuvars ve %20 ile %30 arası değişen oranda kaolen kullanılarak üç kompozisyon (MBC-1, MBC-2, MBC-3) hazırlanmıştır. Her bir kompozisyon 1200, 1225 ve 1250 °C'de 3 °C/dk hızında 2 saat sinterlenerek numunelerin ortalama yoğunluk, %su emme, elastik modül, piropplastik deformasyon miktarı, eğme mukavemeti, faz analizi ve mikroyapı çalışması yapılmıştır. Sonuçta, her üç kompozisyon için de her üç sıcaklıkta ortalama 2,55 g/cm³ değeri ile maksimum yoğunlukta numuneler elde edilmiştir. Bu da, klasik bone china bünyesinin sahip olduğu yoğunluğa yakın değerdedir. Sinterleme sıcaklığı arttıkça numunelerin %su emme miktarında önemli bir iyileşme kaydedilmiş ve 1250 °C'de sinterlenen numuneler neredeyse sıfır su emmeye sahiptir. Hazırlanan üç kompozisyon arasından, piropplastik deformasyon miktarında maksimum iyileşmeyi MBC-2 numunesi göstermiştir. Bu anlamda, bünyede kullanılan kuvarsın camsı fazın viskozitesine etkisinin önemi görülmektedir. Ancak, 57 MPa eğme mukavemeti değeri ile klasik bone china bünyesine göre daha düşük eğme mukavemetine sahiptir. Elastik modül değeri ise 77 GPa olarak ölçülmüştür. Sonuçta, nefelin siyenit katkılayarak yüksek yoğunluklu, düşük %su emmeye ve düşük piropplastik deformasyona sahip bir kompozisyon geliştirilmiştir. Ancak, eğme mukavemetinin geliştirilmeye ihtiyacı vardır.

Keywords: Bone china, Nefelin siyenit, Piropplastik deformasyon

ELECTROCHEMICAL EFFECT ON DEVELOPED CARBON PASTE ELECTRODE ASCORBIC ACID

İrem Çetin¹ and Tunç Tüken²

1,2Department of Chemistry, Science and Letters Faculty/Cukurova University, Adana, Turkey
E-mail: iremcetin85@hotmail.com, ttuken@cu.edu.tr

Abstract

Today, the quality assurance systems are important in food industries and biotechnology. While it is necessary to have a quick and healthy attainment of physical data in these areas, it takes a long time to determine data such as product components and concentrations in the present studies [1]. The carbon paste electrodes (CPE) have attracted much interest in recent years for this purpose. The CPE which are prepared by graphite powder and various mineral oils mixing is the common electrode materials in application of sensors and detectors [2]. Although there are many studies on this subject, the modification of the binder fluid used in preparation of the CPE and the materials used in the modification provide the expansion of the working range. The potential range of carbon paste electrodes (CPE) varies depending on the medium. In this study, the electrochemical behaviors of CPE and the modified CPE, which developed as a sensor sensitive to ascorbic acid for many applications, were investigated by the cyclic voltammetry (CV) technique. The paraffin and graphite powders as binders were used in the preparation of CPEs. In addition, carbon paste electrodes modified with polypyrrole (MCPE) were tested. The electrochemical behaviour of CPE and MCPE were determined at different concentration, scanning speed and pH in ascorbic acid solution with KCl as supporting electrolyte. The CV results showed that the peak current is at the potential range of around 0.5-0.6V. Also, It has been determined that the electrodes is highly sensitive to the ascorbic acid.

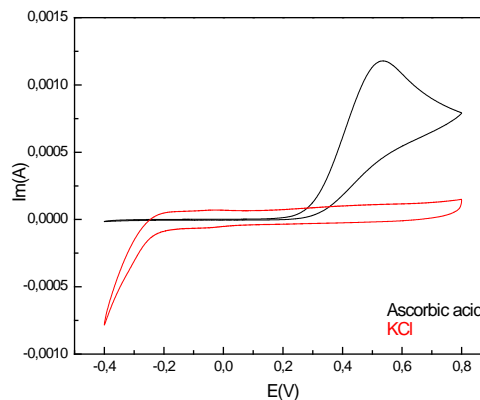
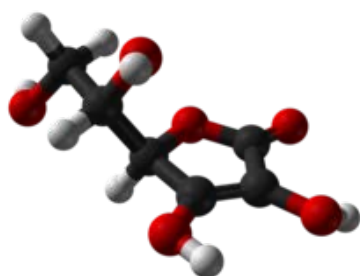


Figure 1. (a) Molecular structure of ascorbic acid, (b) the cyclic voltammograms of CPE recorded in ascorbic acid and KCl solutions

Keywords: Ascorbic acid, Carbon Paste Electrode, Cyclic Voltammetry.

Acknowledgements

The authors thank to the Scientific and Technological Research Council of Turkey (TÜBİTAK 2211-C program) and Cukurova University Scientific Research Unit (Project No: FDK-2014-3055) for financial support.

Reference

- [1] M Yücel U. ve Yıldız H., 2001. Kalite güvence sisteminde yeni uygulamalar: Biyosensörler, Dünya yayıncılık, GIDA Şubat.
- [2] Wang J., 2000. Analytical Electrochemistry, Second Edition, John Wiley & Sons Inc. Publication, New York.

NICKEL MICRO PADS AND COLUMNS FOR TRAPPING IMMUNOMAGNETIC BEADS AND CAPTURED LEUKEMIA CELLS

Mustafa Byk^a, Muhammad Noman Hasan^b, Gnyaz Ablay^a, Kutay İz^a

^aAbdullah Gl University, Kayseri, Turkey, mustafa.boyuk@agu.edu.tr, gunyaz.ablay@agu.edu.tr, Kutay.icoz@agu.edu.tr

^bCase Western Reserve University, Cleveland, US, muhammad.hasan@case.edu

Abstract

Superparamagnetic micro particles are widely used for capturing and manipulating cells. These particles have a magnetic core and outer layer coated with antibodies for specifically binding to the target cells. In this work matrix of nickel micro pads and columns on a glass substrate were designed to trap superparamagnetic particles in a microfluidic chamber when an external magnetic field applied. The magnetic field created in the microfluidic chamber and the impact of the physical dimensions of the pads and the columns were simulated in Comsol. The first sample nickel pads 250 Angstrom thick and square shapes (10 μ m / 20 μ m / 30 μ m) were fabricated and tested. The accumulation rate of the immunomagnetic beads around the pads was measured when an external magnetic field applied.

Keywords: Nickel Micropads, Nickel Microcolumns, Immunomagnetic Beads, Magnetic Trapping, and Capturing Leukemia Cell

GRINDING PROCESS AND SUBSURFACE DAMAGE EXPLORATION OF LOW EXPANSION GLASSES

Ceyda Özdemir^{1,2}, Yusuf Özçatalbaş², Tuğba Bolat³, Sezgin Kocaer¹, Burak Aydemir³, Özgür Selimoğlu¹, Özgür Karci¹

1TUBITAK Space Technologies Research Institute, Optical System Division, Optical Research Centre (OPMER), Ankara, Turkey

2Gazi University, Metallurgy and Materials Engineering Department, Ankara, Turkey

3Roketsan A.Ş., Ankara, Turkey

Corresponding author: ozgur.karci@tubitak.gov.tr

Abstract

Low expansion glasses or glass ceramics like ULE®, Zerodur®, and Clearceram® have a very low thermal expansion coefficient with an optimum combination of thermal and mechanical properties. Today, increasing number of major scientific and technological projects demand these low expansion glasses like optical lithography systems, inertia fusion studies, space applications such as spaceborn Earth observation imagers or astronomy instruments. High resolution spaceborn Earth observation imagers requires monolithic, light-weighted primary mirrors made of these low expansion glasses [1]. These mirrors are called high precision optical elements and have stringent optical and mechanical requirements for successful operations.

Manufacturing of high precision optics have sequential processes like grinding, etching, polishing and finishing. In this study, we focus on development of grinding process for a monolithic light-weighted primary mirror and investigate process parameters which have influence on surface profile, surface roughness and sub-surface damages (SSD). Both investigation and elimination of SSDs have a crucial role for grinding process to gain endurance to the mirrors against launch loads and shocks.

Micro fracture mechanisms that lead to SSD in brittle materials have been described in three basic types; Hertzian cracks, lateral cracks, radial cracks [2]. SSD initiation and its penetration depth are influenced by materials characteristics like brittleness of the ground substrate and applied load [3]. Two major factors lead SSDs during grinding process: machine dynamics related and process related [4]. An efficient grinding process requires optimization of the process related grinding parameters to reduce the level of SSD. The leading process parameter is the grit size of the abrasive that the crack sizes are proportional to grit size. Depth of cut, cutting speed and feed rate have also effects on SSD [5]. These all process parameters determine the surface profile (Pt), which is the function of the federate and the cutting radius of the tool, on the finish cut surface [6], too.

Determination of the SSDs in a quantitative way on the ground surface is also critical. There are couple of ways like etching/polishing/optical microscope repetitive cycles, wedge polishing method, cross-sectional polishing and SEM imaging.

We present our initial results performed in our new established high precision optical manufacturing facility (OPMER) in TUBİTAK.

References:

1. Jean-Luc Lamard et al., "Design of the high resolution optical instrument for the Pleiades hr Earth observation satellites," in *Proceedings of the 5th International Conference on Space Optics* (2004).
2. T. Suratwala et al., "Subsurface mechanical damage distributions during grinding of fused silica", *Journal of Non-Crystalline Solids* **352**, 5601-5617 (2006).
3. X. Tonnellier, *Precision Grinding for Rapid Manufacturing of Large Optics* PhD Thesis, Cranfield University (2009).
4. X. Tonnellier et al., "Subsurface Damage in precision ground ULE® and Zerodur® surfaces", *Optic Express* **15/19**, 12197 (2007).
5. A. Esmailzare et al., "Investigation of subsurface damages and surface roughness in grinding process of Zerodur® glass-ceramic", *Applied Surface Science* **313**, 67-75 (2014).
6. M. Viens, "Fracture Toughness and Crack Growth of Zerodur," (Technical Memo, 1990).

Keywords: Spaceborn imagers, low expansion glass, Zerodur, grinding, subsurface damage

A FINITE ELEMENT SIMULATION OF AN AUTOMOTIVE EXTERIOR PANEL (FENDER) BUCKLING BEHAVIOR WITH STAMPING INDUCED DATA

Beyhan MUTLU^a and Alican KILIÇASLAN^b

^a TOFAŞ Türk Otomobil Fabrikası A.Ş., Bursa, Turkey, E-mail: beyhan.mutlu@tofas.com.tr

^b TOFAŞ Türk Otomobil Fabrikası A.Ş., Bursa, Turkey, E-mail: alican.kilicaslan@tofas.com.tr

Abstract

In automotive industry, there is an increasing demand for weight reduction. Recently, the use of thinner sheets in automotive exterior panel is increasing. Because of that, finite element simulation of dent resistance of automotive exterior panel has become a very important step in automotive body design.

In this paper, the static dent resistance of an automotive exterior panel is analyzed by means of finite element method. The effects of thickness and residual stresses on static dent resistance are considered using the data obtained from stamping simulations. Mechanical properties of the exterior panel's material used in the finite element simulations are obtained experimentally. The test data from experimental results are also presented here to be compared with the results of finite element simulations. This study is focused on the correlation between the finite element simulations and the experimental test results. The finite element simulation results showed reasonable correlation with the actual test results. This study is concluded that, in finite element simulations, taking the exact material properties, residual stresses and change in the thickness into consideration has crucial importance on correlation with actual test results.

Keywords: Dent resistance, Correlation, Exterior panel buckling, Bake hardening, Finite element simulations

DEVELOPMENT OF GRAPHENE NANOPATELETS REINFORCED MAGNESIUM MATRIX NANOCOMPOSITES BY ULTRASONIC PROCESSING

Burak Bostancıoğlu^a and Sinan Kandemir^b

^a Department of Mechanical Engineering, İzmir Institute of Technology, İzmir, Turkey, E-mail: burakbostancıoğlu@gmail.com

^b Department of Mechanical Engineering, İzmir Institute of Technology, İzmir, Turkey, E-mail: sinankandemir@iyte.edu.tr

Abstract

Magnesium and its alloys have always been attractive materials especially for the automotive and aircraft industries due to their lightweight. However, they exhibit poor ductility and low strength. Graphene Nanoplatelets (GNPs) consisting of graphene layers with a thickness less than 100 nm seem promising reinforcement owing to their excellent physical and mechanical properties in order to improve mechanical properties of magnesium alloys beyond conventional reinforcements such as carbides and borides. Although there are numerous works in the literature about graphene reinforced polymer matrices, the studies on GNP reinforced magnesium matrices are very limited. In liquid state, it is difficult to achieve homogeneous mixing of GNPs into metals due to low wettability and high surface energy of GNPs. The aim of this work is to ensure homogenous distribution of GNPs into liquid magnesium by ultrasonic processing. GNPs which have an average thickness of 50-100 nm and diameter of 5 μm were used in the matrix with different contents, i.e. 0.1, 0.2 and 0.5 wt.%. The GNPs were first incorporated into AZ91 magnesium alloy that is widely used in industry under semi-solid stirring, and then the composite was ultrasonically processed in fully liquid state. The composite containing GNPs was then cast. The distribution of GNPs in the microstructure was examined with optical, scanning and transmission electron microscopes. The microstructural investigations show that relatively uniform distribution of GNPs in the matrix was achieved. The mechanical properties including hardness and strength of GNPs reinforced nanocomposites significantly increased compared to the properties of AZ91 alloy without reinforcement.

Keywords: Graphene nanoplatelet, magnesium alloys, metal matrix nanocomposites, casting, microstructure

Acknowledgement: This work financially supported by the Scientific and Technical Research Council of Turkey (TÜBİTAK) – 214M091

FARKLI LANTANİT ELEMENTLERİN $SrAl_2O_4$ FOSFORLARIN IŞIK ŞİDDETİ VE KRİSTAL YAPISI ÜZERİNE ETKİLERİ

Yusuf Ziya HALEFOĞLU

Çukurova Üniversitesi, Adana, Türkiye E-mail: yhafefoglu@gmail.com

Abstract

Günümüzde fosforesans maddeler olarak bilinen ve nadir toprak elementi olarak adlandırdığımız lantanitlerle hazırlanan uzun ışıklı nano parçacıklar yaygın bir kullanım alanına sahiptir. Ayrıca, zehirsiz ve non-radyoaktif olarak kabul edilmektedirler. Bu elementlerle sentezlenen fosforesans özellikli parçacıklar yeni bir tür olarak yeşil-çevreci ve enerji tasarruflu fonksiyonel malzemeler olarak büyük bir uygulamaya potansiyeline sahiptir.

Uzun ışıklı fosforesans maddeler, genelde sülfür ve selenür, oksisülfür, borat, alüminat, gallat, arsenat, niobat, fosfat, silikat, alümino silikat, sülfat, halojenür gibi iyonları içeren çok sayıda anorganik tuzları kapsayan kristalin maddelerdir. Kristalin katı içerisine çok düşük derişimde aktivatör atomları yerleştirilerek yasak enerji aralığında kalan ek enerji seviyeleri oluşturulabilir. Yüksek derişimde katılan aktivatör atomları söndürücü merkezi olarak davranır ve ışığa söner. Uzun süreli ışıkların elde edilebilmesi için aktivatörün yanında ikincil katkı atomları (yardımcı-aktivatör) da kullanılmaktadır. Genelde bu atomlar "vericiler", aktivatörler ise "alıcılar" olarak tanımlanır. Ergitici iyonları her zaman kristal hücresine girmesede, ikincil katkı atomu yük denklğini sağlamakta ve aynı zamanda tuzaklama merkezlerinin oluşmasına neden olmaktadır. Etkili bir ışığa için, konut kristalin kimyasal bileşimi, aktivatörün ve ikincil katkı iyonunun cinsi ve katkı oranı, sıcaklık ve kristalizasyon prosesinin niteliği ve süresi önemli parametrelerdir [1].

Alkalin-toprak alüminatlar, özellikle nadir toprak veya geçiş metali iyonlarıyla katkılı olduğunda, sürekli ışığa için mükemmel yapılardır. $SrAl_2O_4:X,Y$ fosforları, güneş ışığı veya yapay ışıkla uyarıldıktan sonra, karanlıkta uzun süre ışıkları devam eder. Çoğunlukla Eu^{2+} 'nin fosforesansının 4f----5d geçişinden kaynaklandığı düşünülür. Katkılanmış $SrAl_2O_4: X,Y$ fosforları, organik bir yakıt olan üreyi kullanarak, 550°C yanma sıcaklığında hazırlanmıştır. Fosforların kristal yapıları X-ışını kırınımı (XRD) kullanılarak araştırılmış ve morfolojisi taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile belirlenmiştir.

Keywords: Fosforesans, uzun ışığa, lantanit elementler, yanma yöntemi

A CERAMIC COATING FOR CORROSION PROTECTION ON AISI 316Ti STAINLESS STEEL

Cengizhan Taslicay, Yakup Yurekturk, Faiz Muhaffel, Murat Baydoğan

Department of Metallurgical and Materials Engineering, Istanbul Technical University, Istanbul, Turkey
taslicay@itu.edu.tr, yurekturk@itu.edu.tr, muhaffel@itu.edu.tr, baydogan@itu.edu.tr

Abstract

Among various surface modification techniques, micro arc oxidation (MAO) process that is used to convert surfaces of light metals (typically valve metals) including Al, Mg and Ti into hard and well-adhered oxide layers. Surface protection of ferrous-based alloys by micro arc oxidation process has been raised an issue recently, however, this technique comes up with the formation of a thin, highly porous and loosely attached oxide coating on steel surfaces. In order to overcome these drawbacks, aluminizing process (to form an anodic layer) was followed by MAO process to generate an oxide coating on the surface as an intermetallic and aluminum layer is introduced during aluminizing process. In present study, an AISI 316Ti grade stainless steel was first aluminized for 5 min at 700 °C and 800 °C by hot-dipping aluminizing and then MAO technique was applied to form a hard ceramic coating on the surfaces of aluminized steel. The coating surface composed of three layers named as Fe-Al intermetallic rich inner layer, an aluminum rich intermediate layer and an alumina top layer. The microstructural features of the layers were conducted by cross-sectional optical microscopy (OP) and scanning electron microscopy (SEM) examinations. In addition to microstructural and morphological characterization of the coatings, the corrosion behavior of MAO samples in 3.5 wt.% NaCl solution was investigated by electrochemical corrosion tests.

Keywords: Stainless steel, aluminizing, micro arc oxidation, microstructure, corrosion.

REMOVAL OF EMERGING CHEMICALS USING UiO-66 METAL ORGANIC FRAMEWORKS

Selin Şahin^a, Elaf Abdelillah Ali Elhussein^a and Şahika Sena Bayazit^b

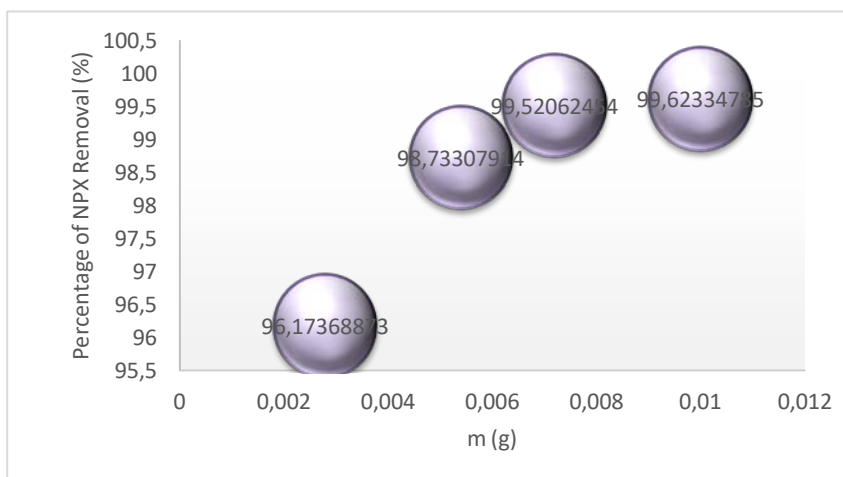
^aIstanbul University, Chemical Engineering Department, İstanbul, Turkey,

E-mail: selins@istanbul.edu.tr, elafabdelillah@outlook.com,

^bBeykent University, Chemical Engineering Department, İstanbul, Turkey, E-mail: sahikasena@gmail.com

Abstract

Naproxen (NPX) is one of the most common nonsteroidal anti-inflammatory (NSAID) drug. NPX is used for as pain killer and antipyretic. In recent years, it has been understood that the presence of the pharmaceuticals in ground water, surface water and waste water can cause dangerous effects towards the human, animal and plants. The pharmaceuticals such as NPX do not have toxic effect by itself but if they accumulate in water and soil, they can cause long term toxic effects [1]. The removal of the pharmaceuticals from water is a very important process for the sustainability of natural life. Different separation methods can be used for NPX removal from water. The coagulation-flocculation, bio-ultrasonic- [2] and photo-degradation, and oxidation processes are used for removal of pharmaceuticals. In this study, adsorption method was applied. For the adsorption process UiO-66 was prepared as an adsorbent. The solution of 3 mmol ZrCl₄ + 3 mmol terephthalic acid was prepared in dimethyl formamide, then the solution was heated for 16 hours in a teflon sealed, stainless steel autoclave. After washing and drying process, the obtained adsorbent was used for NPX adsorption. As seen in figure, 99.62% of NPX was isolated from water.



References

- [1] J.R. Domínguez-Vargas, T. Gonzalez, P. Palo, E.M. Cuerda-Correa, Removal of carbamazepine, naproxen, and trimethoprim from water by Amberlite XAD-7: a kinetic study, *CLEAN - Soil, Air, Water* 41 (2013) 1052–1061, <http://dx.doi.org/10.1002/clean.201200245>.
- [2] J.-K. Im, J. Heo, L.K. Boateng, N. Her, J.R. Flora, J. Yoon, et al., Ultrasonic degradation of acetaminophen and naproxen in the presence of single-walled carbon nanotubes, *J. Hazard. Mater.* 254–255 (2013) 284–292, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2013.04.001>.

Keywords: UiO-66, adsorption, NPX, emerging chemicals

MECHANICAL AND MORPHOLOGICAL PROPERTIES OF RECYCLED POLYETHYLENE-LEATHER WASTE COMPOSITES

Eylem Kılıç^{1a}, Kadir Gündoğan^{2a}, Deniz Gürler Karaman^{3b} and Gökhan Zengin^{4c}

^a Uşak University, Faculty of Engineering, Material Science and Nanotechnology Engineering Department, 64100 Uşak, Turkey, Email: eylem.kilic@usak.edu.tr

^b Uşak University, Faculty of Fine Arts, Department of Textile and Leather Fashion Design, 64100 Uşak, Turkey, Email: cpdeniz@gmail.com

^c Ege University, Engineering Faculty, Leather Engineering Department, 35100, Bornova Izmir, Turkey, E-Mail: gokhan.zengin@ege.edu.tr

Abstract

The increasing demand for eco-friendly materials, increasing raw material depletion rate, and prices of petroleum based plastics and more stringent environmental regulations have all triggered a growing interest towards composites and search for inexpensive fillers with reduced environmental impacts, such as waste materials from waste streams. Reutilizing the post-consumed polymeric materials such as recycled polyethylene, polyurethane etc., which are the major components of global municipal solid waste, instead of virgin plastic materials, is an increasing new trend that reduces environmental impact and offers good solution for excess consumption of virgin plastics, considering the low recycling ratio of plastic wastes.

The aim of this study is to contribute sustainability of composite production by combining different types of wastes. For this purpose an attempt has been made to explore a possible utilization of leather industry buffing waste, which constitutes an important part of solid wastes generated from chrome tanned as a natural filler and recycled polyethylene for the fabrication of composites followed by their characterization. Prior to experimental studies buffing dust was characterized in terms of moisture content, pH, chromium content, and nitrogen content. Composite samples were prepared by melt mixing and injection molding of both wastes. Mechanical properties in terms of tensile and hardness was tested and morphology of the composites were investigated by scanning electron microscopy in order to determine the potential of solid leather industry waste as filler in recycled polyethylene. Incorporation of buffing dust into polymer matrices resulted in increase in hardness. Results obtained from this study contribute development of a composite production method to obtain new low-cost and sustainable composites by combining a matrix of recycled material and certain industrial solid wastes as functional fillers, both are easily available.

Keywords: leather industry waste, buffing dust, recycled polymer, composite, mechanical properties.

MECHANICAL CHARACTERISTICS OF LIGHTWEIGHT COMPOSITES FABRICATED BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION

Dhyai Hassan Jawad^a and Guney Guven Yapici^a

^a Ozyegin University, Istanbul, Turkey, E-mail: guven.yapici@ozyegin.edu.tr

Abstract

Ultra-fine grained composites have received great interest due to their enhanced mechanical and physical properties. In this study, Al6061/Al2024 composites were processed by accumulative roll bonding (ARB) as a severe plastic deformation technique. The processed structure after four cycles contained alternating layers of both aluminum compositions. The ultimate tensile strength (UTS) of the bi-metallic composite reached over 320 MPa after two cycles, which was around 2.4 times and 1.7 times higher than that of Al6061-T0 and Al2024-T0, respectively. Hardness of individual layers also showed a similar rise with increasing cycle numbers. After four cycles, the hardness increased from 39Hv to 93 Hv for Al6061 and from 58 Hv to 100 Hv for Al2024. Microstructural observations revealed the level of refinement down to sub-micron scale along with the possible fracture mechanisms during tensile loading.

Keywords: Layered Composite, Roll Bonding, Aluminum, Severe Plastic Deformation

EFFECTS OF INORGANIC MINERALS ON COMPRESSIVE STRENGTH OF RIGID POYURETHANE FOAMS

Bilal AYDOĞAN^a, RecepYURTSEVEN^b and NazimUSTA^c

^a Mehmet AkifErsoy University, Burdur, Turkey, E-mail: baydogan@mehmetakif.edu.tr

^b Pamukkale University, Denizli, Turkey, E-mail: ryurtseven@pau.edu.tr

^c Pamukkale University, Denizli, Turkey, E-mail: n_usta@pau.edu.tr

Abstract

There are different kinds of heat insulation materials. Among them, rigid polyurethane foams are preferred in heat insulation applications due to their low thermal conductivities. However, the costs of rigid polyurethane foams are higher than those of other heat insulation materials. Therefore, different studies have been performed to reduce the costs of the foams. As a cheap source, different inorganic minerals have been incorporated into the foams as fillers. It is required to pay attention on the properties of the foams while the fillers are used. In this study, some experimental results which are related to effects of inorganic minerals on compressive strength of rigid polyurethane foams are presented.

Keywords: Rigid polyurethane, compression strength, inorganic mineral.

CHARACTERIZATION OF SiC PARTICLES PREPARED FROM MECHANOCHEMICALLY ACTIVATED GEOPOLYMER

Cengiz Bagcia

^a Department of Metallurgical and Materials Engineering, Hitit University, 19030, Corum, Turkey, E-mail: cengizbagci@hitit.edu.tr

Abstract

Recent studies showed that the geopolymers can be used as alternative precursors to ceramic formation. This presentation deals with characterization of SiC particles made by carbothermal reduction of mechanochemically activated specific geopolymer. Geopolymer carbon compositions ($M_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4.5SiO_2 \cdot 12H_2O + 18C$), where M is (Na^+ or K^+), were prepared by well-known geopolymer route. The compositions underwent carbothermal reduction following mechanochemical activation for 6, 12, 24, 48 hours. Resultant SiC particles were characterized by XRD, Rietveld refinement, SEM and TEM-SAD analyses. Characterization result showed that SiC at high purity can be obtained from geopolymers by using above mentioned route. Particle size, morphology and yield of SiC will be discussed in accordance with the activation duration and the alkaline conditions.

Keywords: Geopolymer, mekanochemical, SiC particles

INFLUENCE OF THE THERMAL PARAMETERS ON THE FAILURE OF THE FUNCTIONALLY GRADED CYLINDER

Ali ÖZTÜRK

Necmettin Erbakan University, Department of Mechanical Engineering, Konya, Turkey, E-mail: aliozturk@konya.edu.tr

Abstract

This paper presents the influence of the thermal parameters such as coefficient of thermal conduction and coefficient of thermal expansion on the failure of the heat generating very long functionally graded (FG) solid cylinder with fixed ends. Material properties of the heat generating functionally graded cylinder are supposed to vary radially according to a parabolic form. These material properties are taken as independent of the temperature, which are yield strength, modulus of elasticity, coefficient of thermal conduction and coefficient of thermal expansion. Poisson's ratio is assumed to be constant. Constituent materials of the FG cylinder are in the type of elastic-perfectly plastic materials. Initially, temperature distribution due to the heat generation is derived, then, stress, strain and displacement equations are found. Critical thermal load values that lead to failure are determined due to Tresca's yield criterion. It is observed that yield starts either at the center or at the surface of the cylinder. Finally, variation of the critical thermal load values are plotted versus the thermal parameters. It is concluded how to choose these parameters to prevent failure in the FG cylinder.

Keywords: Functionally graded material, solid cylinder, thermal stress, Tresca's yield criterion, fixed end.

HIGH TEMPERATURE OXIDATION OF BORON CARBIDE

Esra DOKUMACI^a, İlker ÖZKAN^b and A.Bülent ÖNAY^a

^aMetallurgical and Materials Engineering Department, Faculty of Engineering, Dokuz Eylül University, Izmir, Turkey, E-mail: esra.dokumaci@deu.edu.tr

^bTorbali Vocational School, Industrial Glass and Ceramics Department, Dokuz Eylül University, 35860, Izmir, Turkey, E-mail: ilker.ozkan@deu.edu.tr

Abstract

The aim of this study is to determine the high temperature cyclic oxidation behavior of boron carbide (B₄C) in air atmosphere at elevated temperatures. For this purpose, as-received powders were firstly characterized by XRD and SEM. Boron carbide powders were shaped by cold pressing for oxidation studies. Tests were performed in air atmosphere at 800°C and 1000°C for 5, 10, 15 and 20 hours. After each oxidation test, the mass changes were measured. XRD, SEM and EDS analyses were conducted on the oxidized samples and the results were discussed. It was observed that cyclic oxidation behaviors of the samples depended on temperature and time.

Keywords: High temperature oxidation, cyclic oxidation, boron carbide

FABRICATION AND APPLICATIONS OF SPATIALLY DEFINED NANOPATTERNS OF FUNCTIONAL MATERIALS GENERATING BY ELECTROSPUN NANOFIBERS

N. Burak KİREMİTLER^a and M.Serdar ONSES^a

^aDepartment of Materials Science and Engineering, Nanotechnology Research Center (ERNAM) Erciyes University, Kayseri, Turkey, nuriburak@erciyes.edu.tr, onses@erciyes.edu.tr

Abstract

We present a novel low-cost and versatile technique to fabricate patterns of functional materials as small as 50 nm scales by use of nanofibers that electrospun on surfaces at desired patterns by near field electrospinning (NFES) technique. Parameters related to NFES are investigated to obtain nanofibers at desired locations with desired diameter and morphology. Briefly electrospun nanofibers fabricated by NFES placed on top of a substrate with a functional layers serve as masks in the subsequent plasma etching. A range of different organic and inorganic functional materials (self assembled polymer monolayers, polymer brushes, metallic nanoparticles, graphene, polydopamine) are patterned at nanoscale dimensions with presented method for further use in plasmonic and electronic applications.

Keywords: Nanofabrication, nanofibers, nanomaterials, nano lithography, plasmonic.

INVESTIGATION OF PHOTOLUMINESCENCE PROPERTIES OF Eu-DOPED Y_2O_3 POWDERS

Fatma Ünal^{1a}, Sebahattin Gürmen^{2a}, Kürşat Kazmanlı^{3a}, Mustafa Ürgen^{4a}

^a Istanbul Technical University, Department of Metallurgical and Materials Engineering, Istanbul, TURKEY
E-mail: unalfat@itu.edu.tr

Abstract

In this study, undoped and doped yttria powders were synthesized by using sol-gel method. The samples were calcinated at 900 and 1200 °C temperatures for 5 and 7 hours and the effects of temperature and doping rate on photoluminescence properties were investigated. The phase constituents were analyzed by X-ray diffraction technique using Cu K α radiation. The diffraction patterns of powders showed that the samples crystallized in body-center cubic crystal structure (space group Ia-3). The lattice parameter of the samples was calculated from the XRD patterns using Cohen-Wagner method. The photoluminescence measurement of Eu:Y₂O₃ powders was carried out by using a spectrophotometer with 380 nm excitation source. The samples exhibited a red emission peak at 611 nm. The samples were also characterized by using Raman spectroscopy. In the Raman spectra, Y₂O₃ peaks which contribute luminescent properties became more intense by Eu addition.

Keywords: photoluminescence, Eu:Y₂O₃ powders, sol-gel method

EFFECTS OF Zn, Ni, Bi, In AND Co ON THE ELECTRICAL RESISTIVITY OF Sn–Ag–Cu SOLDER

Uğur Büyük^a and Sevda Engin^b

^aDepartment of Science Education, Erciyes University, Kayseri, TURKEY
E-mail: buyuk@erciyes.edu.tr

^bDepartment of Energy Systems Engineering, Dumlupınar University, Kütahya, TURKEY
E-mail: sevda.engin@dpu.edu.tr

Abstract

In many countries, including Turkey, traditionally used tin–lead (Sn–%37Pb) solder alloys have been restricted to be used in electronics appliances because of the toxic effects of lead. Therefore, the prime candidate alloy that is contemplated for use in the construction of soldering and welding is Sn–3.5Ag–0.9Cu (%wt.). In recent years, it is recommended in many studies that, the Zn, Ni, Bi, In and Co as alloying elements should be added into the lead–free Sn–Ag–Cu solder alloy because this alloy's the mechanical properties and physical features to improve. In this present project five different quaternary alloys that by adding %0.5 amounts of Zn, Ni, Bi, In and Co into the Sn–3.5Ag–0.9Cu–0.5X [X= Zn, Ni, Bi, In, Co] were obtained. The alloys producing at each composition were solidificated under control at a constant growth rate and temperature gradient in a Bridgman type furnace and the electrical resistivity of alloys at different temperatures was measured by the four–point probe method. The effects of alloying elements content and temperature on the electrical resistivity of Sn–Ag–Cu alloys were investigated.

This research was supported financially by the Scientific and Technical Research Council of Turkey (TUBİTAK) under contract no. 114F486.

Keywords: Lead-free solder, Directional solidification, Electrical properties.

MICROSTRUCTURAL, MECHANICAL AND ELECTRICAL CHARACTERIZATION OF DIRECTIONALLY SOLIDIFIED Al-Si-Mg EUTECTIC ALLOY

Yusuf KAYGISIZ^a, Necmettin MARAŞLI^b

^aDepartment of Energy Systems Engineering, Ereğli Faculty of Engineering and Natural Sciences, Necmettin Erbakan University, Konya, Turkey, E-mail: ykaygisiz@konya.edu.tr

^bDepartment of Metallurgical and Materials Engineering, Faculty of Chemistry and Metallurgical Engineering, Yıldız Technical University, Davutpaşa-Esenler, İstanbul, Turkey, Email: nmarasli@yildiz.edu.tr

Abstract

Purpose of the present work was to experimentally investigate the dependencies of the eutectic spacings (λ) the microhardness, tensile strength and electrical resistivity on growth rates in the Al-Si-Mg eutectic alloy. Al-12.95wt.%Si-4.96wt.%Mg alloy was directionally solidified upward at a constant temperature gradient ($G=9.39$ K/mm) with different growth rates ($V=8.64-165.20$ $\mu\text{m/s}$) by using a Bridgman type directional solidification furnace. The sample, solidified with low growth rate at a constant temperature gradient, exhibits a full eutectic microstructure consisting of irregular Si interflakes and Mg_2Si Chinese's script phases within an α -Aluminum matrix. As expected, the formations of the microstructures have varied with the growth rates at constant temperature gradients. As the growth rate is increased, the eutectic spacings decrease at a constant temperature gradient. The dependencies of lamellar spacings (λ_{Si} and $\lambda_{\text{Mg}_2\text{Si}}$), microhardness, tensile strength and electrical resistivity on growth rates were obtained as $\lambda_{\text{Si}} = 29.32 V^{-0.45}$, $\lambda_{\text{Mg}_2\text{Si}} = 19.86 V^{-0.44}$, $\text{HV} = 64.49 + 1.98\lambda_{\text{Si}}^{-0.50}$, $\text{HV} = 62.33 + 1.95\lambda_{\text{Mg}_2\text{Si}}^{-0.50}$, $\text{HV} = 65.77 + 62.89V^{0.25}$, $\text{HV} = 119.9(V)^{0.07}$, $\sigma_t = 222.84(V)^{0.20}$ and $\rho = 32.31 \times 10^{-8}(V)^{0.13}$, respectively for Al-Si-Mg eutectic alloy. The bulk growth rates were determined as $\lambda_{\text{Si}}^2 V = 847.69$ and $\lambda_{\text{Mg}_2\text{Si}}^2 V = 597.5$ $\mu\text{m}^3/\text{s}$ by using the measured values of λ_{Si} , $\lambda_{\text{Mg}_2\text{Si}}$ and V .

Keywords: Directional solidification; Microstructure; Electrical properties; Tensile test; Hardness test

MEASUREMENT AND COMPARISON OF CONTACT ANGLE OF Sn-3Ag AND Sn-0,3Ag-0,7Cu ALLOYS ON Cu SUBSTRATE

Ahmet Mustafa Erer

Karabük University, Karabük, Turkey, E-mail: mustafaerer@karabuk.edu.tr

Abstract

In this study, contact angles of Sn-3Ag (SAC300) and Sn-0.3Ag-0.7Cu (SAC0307) ternary Pb-free solder alloys Cu substrate at predetermined temperatures (250, 280 and 310 °C) were measured and compared. The sessile drop technique was used in order to measure the contact angles of Pb-free solder alloys. The lowest value of contact angle for SAC300 was 47,07° at 310 °C. Micro-structures and inter-metallic phases (IMC) of alloys were examined by scanning electron microscope (SEM) and X-ray diffraction (XRD). The formation of intermetallic compounds (IMCs) between the Pb-free solder alloys and the Cu substrate was observed.

(This work was supported by TÜBİTAK 3001 project number 117M083.)

Keywords: Contact angle, Sessile drop technique, Pb-free solder alloys.

BETON KARIŞIMLARINDA UÇUCU KÜLLERİN VE ÇİNKO CEVHER ATIĞININ KULLANIMI

Lütfü ARSLAN, Büşra SAĞLAR, Osman TOPRAKÇI, Şerife AYCAN, Merve Nur BAĞIRAN, Zahide BAYER ÖZTÜRK

Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Nevşehir, Türkiye
E-mail: z.ozturk@nevsehir.edu.tr

Özet

Günümüzde beton bünyeler çok yaygın kullanılan yapı malzemelerindedir. Betonun oluşturulan bileşenlerin seçimi ve maliyeti önemlidir. Bu çalışmada Elbistan ve İskenderun Termik Santrallerinden temin edilen küller çimento yerine ve Çinko Fabrikası'ndan(Kayseri) temin edilen çinko cevheri atığı, agrega yerine belirli oranlarda beton karışımında kullanılmıştır. Beton dayanımının incelendiği bu çalışmada Çinko cevher atığının agrega yerine belirli oranlarda kullanıldığı numunelerin standarda kıyasla daha iyi dayanım gösterdiği tespit edilmiştir. Farklı termik santrallerden alınan küllerden İskenderun uçucu külünün beton bünyelerde dayanımı nispeten arttırdığı ancak Elbistan termik santralinden temin edilen külün kullanıldığı numunelerde dayanımın düştüğü görülmüştür. Beton bileşenlerinden olan agrega ve çimento üretiminde ekstra iş gücü, enerji ve işçi gereksinimlerine ihtiyaç duyulduğu göz önüne alındığında bu çalışmada Çinko cevheri atığı ve İskenderun termik santrali külünün kullanımı ile dayanıklı beton üretimi, atıkların değerlendirilmesi ve üretici firma için maliyet düşüşü sağlanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Beton, atık, kül, teknik özellik

SPECTROSCOPIC STUDY OF POLYVINYL ALCOHOL (PVA)

Tuba Özdemir Öge^a, Firdevs Banu Özdemir^b

^aBartın University, Health Services Vocational School, Bartın, Turkey, E-mail: tozdemir@bartin.edu.tr

^bBeykent University, Vocational School, Istanbul, Turkey, E-mail: firdevsbanuozdemir@beykent.edu.tr

Abstract

The spectroscopic investigations of polyvinyl alcohol used in eye dryness and soreness were theoretically performed using ^{13}C and ^1H NMR chemical shifts, FT-IR and Raman spectroscopies. Molecular geometric optimizations, vibrational frequencies, Carbon and Proton NMR chemical shifts, HOMO-LUMO properties, natural bond orbital (NBO) analysis, nonlinear optical properties and thermodynamic parameters of polyvinyl alcohol were studied using B3LYP, B3PW91, and CAM-B3LYP functional in DFT method at the 6-311++G(d,p) basis set. Theoretically obtained geometric parameters, vibrational wavenumbers and NMR chemical shifts were found to be consistent with the similar spectral results in the literature.

Keywords: Polyvinyl Alcohol, Vibrational Spectra, NMR chemical shifts, NLO properties, NBO analysis, Thermodynamic properties

EFFECT OF FE DOPING ON STRUCTURAL, OPTICAL AND SURFACE PROPERTIES OF TiO₂ FILMS

Muge Soyleyici Cergel^a, Ferhunde Atay^b, Idris Akyuz^b and Banu Erdogan^b

^aOkan University, Istanbul, E-mail: muge.soyleyici@okan.edu.tr

^bEskisehir Osmangazi University, Eskisehir, E-mail: fatay@ogu.edu.tr,
iakyuz@ogu.edu.tr, banuerdgn@gmail.com

Abstract

TiO₂ film is widely used in various technological applications such as solar energy conversion, photocatalysts, dye-synthesized and polymer-based hybrid photovoltaics, water and air purification, self-cleaning and non-condensing surfaces. However, there are two important challenges for the effective use of TiO₂ films in these technological applications. These challenges are related to the production of TiO₂ film having high crystalline quality in single anatase phase and optical band gap values which fall into visible region. With respect to this aim, we have tried to produce TiO₂ films by using a precursor (TiCl₄) instead of commonly used Ti sources. Also, characteristics of TiO₂ films have been tried to improve by doping with Fe element. At the end of our studies, highly (004) oriented anatase-TiO₂ films have been successfully produced by ultrasonic spray pyrolysis technique. Structural, optical and surface properties of the films have been investigated by XRD patterns, UV-VIS spectroscopy and field emission scanning electron microscopy to determine the effect of Fe doping. It has been determined that all samples have good crystallinity levels and indirect optical band gap values which fall into visible region of the spectrum. As a result, (004) oriented TiO₂ films having single anatase phase with appropriate optical band gap values are promising materials for technological applications, especially for photocatalysts.

Keywords: Anatas-TiO₂, XRD, FESEM, Optical properties.

This work has been supported by Eskişehir Osmangazi University Scientific Research Projects Commission under the project number of 2012-19005

COBALT SULFIDE/CARBON NANOTUBE CATALYZED HYDROGEN EVOLUTION AT LIQUID/LIQUID INTERFACES

Gizem Yanalak^a, Emre Aslan^a, Ilker Akin^b, and Imren Hatay Patir^c

^a Selcuk University, Department of Chemistry, Konya, Turkey, E-mail: gizemyanalak@gmail.com; emreaslan89@gmail.com

^b Necmettin Erbakan University, Department of Biotechnology, Konya, Turkey, E-mail: ilker0997@gmail.com

^c Selcuk University, Department of Biotechnology, Konya, Turkey, E-mail: imrenhatay@gmail.com

Abstract

Hydrogen evolution at the polarized water/1,2-dichloroethane (DCE) interface by the electron donor decamethylferrocene (DMFc) is catalyzed efficiently by the synthesized cobalt sulfide (CoS) nanoparticles and nanocomposites of CoS nanoparticles on multi-walled carbon nanotubes (CoS/CNT). CoS NPs and CoS/CNTs nanocomposites were synthesized by modifying hydrothermal method and characterized by X-ray powder diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), Raman spectroscopy, thermal gravimetric analysis (TGA), transmission electron microscopy (TEM), and particle size analysis. CoS NPs and CoS/CNTs nanocomposite have been designed to improve the HER activity at the water/DCE biphasic system by organic electron donor DMFc. The presence of CoS and CoS/CNT catalysts results in an increased catalytic activity by nearly 300-fold and more than 1000-fold, respectively, when compared to a non-catalyzed reaction [1].

Keywords: Hydrogen evolution, liquid-liquid interfaces

References:

1. E. Aslan, I. Akin, I. Hatay Patir, Chem. Eur. J. ,**2016**, 22, 5342 – 5349.

THEORETICAL MODEL COMPARISON FOR THE TOTAL PROTON REACTION CROSS SECTION CALCULATIONS

Halim Büyüksu^a, Firdevs Banu Özdemir^b, Tuba Özdemir Öge^c

^aGiresun University, Espiye Vocational School, Espiye, Giresun, Turkey, E-mail: halim.buyukusu@giresun.edu.tr

^bBeykent University, Vocational School, Istanbul, Turkey, E-mail: firdevsbanuozdemir@beykent.edu.tr

^cBartın University, Health Services Vocational School, Bartın, Turkey, E-mail: tozdemir@bartin.edu.tr

Abstract

Nuclear cross section calculations help nuclear scientist to understand nuclear structures and present helpful data to use applied nuclear physics and the other applied studies. It is an important data source for medical radioisotopes production, radiation damages of space materials (also fission-fusion nuclear reactor materials), nuclear waste problems etc., In this study total proton reaction cross section calculations were carried out for ⁴⁰Ar, ⁴⁰Ca, ⁵⁹Co, ²⁴Mg, ²⁰Ne, ⁶⁸Zn target nuclei up to 80 MeV incident energy by using nuclear theoretical reaction models. Theoretical calculations were compared with the experimental values obtained from the related literature. The results were found to be in good agreement with the experimental values.

Keywords: Proton induced reactions, Total Cross Sections, Talys code calculations, Theoretical nuclear models

THE SYNTHESIS OF NANOCRYSTALLINE VANADIUM DIOXIDE ELECTRODE FOR SOLAR CELL APPLICATION

Seher Cetin^a, Hasan Gocmez^a, Mustafa Tuncer^a

^a Dumlupinar University, Material Science and Engineering Dept., Kutahya, Turkey,
E-mail: seher.cetin2@ogr.dpu.edu.tr, hasan.gocmez@dpu.edu.tr, mustafa.tuncer@dpu.edu.tr,

Abstract

Vanadium oxide powders were synthesized with addition of 1% rare earth elements (RE: La, Er, Nd, Sm and Yb) by hydrothermal process. V_2O_5 presents a wide variety of nanostructures such as nano-rod and nano-flowers. This study was focused on the correlation between the electrical properties and the structure of the phases obtained by hydrothermal treatment. The characterization of photoelectrode was determined at standard test conditions (100mW/cm², AM1.5, 25°C). The structure and morphology of the films are determined by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM).

Keywords: Solar cell, nanostructure, V_2O_5 .

NANO-GRAPHENE OXIDE AS AN ADSORBENT FOR REMOVAL OF DYE FROM WASTEWATER

Aydın HAŞİMOĞLU^{a,b}, Zeynep İLBAY CİĞEROĞLU^c, Oğuz Kaan Özdemir^d

^aInstitute of Nanotechnology, Gebze Technical University, 41400, Gebze, Kocaeli, Turkey.

^bMaterial Science and Engineering Department, Engineering Faculty, Gebze Technical University, 41400, Gebze, Kocaeli, Turkey. E-mail: aydnhasimoglu@gmail.com

^cUşak University, Engineering Faculty, Department of Chemical Engineering, 64200, Uşak, Turkey. E-mail: zilbay@gmail.com

^d Department of Metallurgical and Material Engineering, Yıldız Technical University, Istanbul, Turkey. , E-mail: oguz-kozdemir@gmail.com

Abstract

The aim of this study is to synthesize nano-graphene oxide powder for the removal of dye from wastewater. By using modified hummers method, GO was obtained from graphite flakes. The synthesized nano-graphene oxide was used for the adsorption of dye from wastewater. Thus, various parameters such as pH of aqueous solution, temperature of adsorption, initial concentration of dye were investigated. Since the most effective parameter in the preliminary tests of adsorption experiments was determined as pH, the optimum pH between dye and adsorbent was chosen and then the effect of temperature on removal of dye was examined. Besides the effects of adsorption parameters on the removal of dye, Langmuir and Freundlich isotherm models have been applied to adsorption results. Furthermore, first and second order kinetic models were applied on adsorption kinetic data and the accuracy of the kinetic models were tested. Structural and morphological characteristics of the synthesized adsorbent have been evaluated by using Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy, X-ray diffraction spectroscopy (XRD). The results of this study revealed that the adsorption capacity of the adsorbent from the wastewater was quite good and the results compared with those in the literature.

Keywords: Nano-graphene oxide powder, adsorption, dye

PRODUCTION OF POROUS NI-RICH NITI ALLOY COMPACTS PREPARED BY POWDER METALLURGY METHOD

NİKELCE ZENGİN GÖZENEKLİ NİTi ALAŞIM PARÇALARIN TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ

Sinan Aksöz^a, Ümit Demir^b, Hakan Ada^c, Bülent Bostan^d

^a Gazi Üniversitesi, Teknik Bilimler M.Y.O., Ankara, Türkiye, sinanaksoz@hotmail.com

^b Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi, Ankara, Türkiye, mitdemir@gmail.com

^c Gazi Üniversitesi, Teknik Bilimler M.Y.O., Ankara, Türkiye, hakanada80@gmail.com

^d Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Ankara, Türkiye, bostan@gazi.edu.tr

Özet

Son yıllarda gözenekli NiTi alaşım parçaları üretimi için çalışmalar giderek artmaktadır. Bundaki başlıca sebep ise, bu malzemelerin kemik doku ve birçok alanda kullanılabilirliğidir.

Bu nedenle, bu çalışmada gözenekli NiTi parçalarını elde etmek için bir bağlayıcı hazırlandı. Suda çözünür bağlayıcı sistemi, polipropilen + PEG 8000 + stearik asit ile imal edilmiştir. %62 toz (<10 µm) ve % 38 bağlayıcı oranı ile imal edilmiş ham parçalar bağlayıcı giderme işlemi gerçekleştirildi. Daha sonra numunelere 1000 °C sıcaklıkta 60 dakika sinterleme işlemi uygulandı. Numunelere uygulanan sertlik ve üç noktalı bükme testlerinden sonra sırasıyla 180 HV ve 140 MPa sertlik ve basma mukavemeti elde edildi. Biyomedikal uygulamalar için uygun bir aralık olan 100 ile 300 µm gözenek aralığındaki gözenek boyutlarının elde edildiği SEM görüntüleri ile tespit edildi. Bu nedenle, üniform gözeneklilik dağılımları, iyi bir gözenek boyutu ve şekli, bu teknolojide yeni bir kemik dokusunun geliştirilmesinin bir yolu olarak görülebilir.

Anahtar kelimeler: NiTi alaşımları, Poroz Yapılar, Toz Metalurjisi

Abstract

In recent years, efforts to produce porous NiTi alloy parts are increasing. The main reason for this is the availability of these materials in bone tissue and in many areas.

Therefore, a binder was prepared to obtain the porous NiTi parts in this study. One water-soluble binder system was fabricated with polypropylene + PEG 8000 + stearic acid. Debinding was carried out in the green compacts fabricated with 62% powder (<10µm) and 38% binder ratio. And then, a sintering process was applied at 1000°C for 60 minutes. The value of hardness and strength were determined as 180HV and 140MPa respectively after hardness and three-point bending tests. The porous size between 100 and 300µm which were effective for biomedical applications was determined by SEM images. Therefore, uniform porosity distributions, a good pore size and shape could be seen a way to development of new a bone tissue in this technology.

Keywords: NiTi alloy, Porous Structure, Powder metallurgy

SYNTHESIS OF NiO/ZnO NANOCOMPOSITE PARTICLES BY ULTRASONIC SPRAY PYROLYSIS (USP) METHOD

Duygu Yeşiltepe Özçelik^{1a} and Sebahattin Gürmen^{2a}

^a Istanbul Technical University, Department of Metallurgical and Materials Engineering, 34469 Istanbul, Turkey
E-mail: gurmen@itu.edu.tr

Abstract

Nanocomposite metal oxides are remarkable materials due to their interesting structural, electrical, optical and photocatalytic properties. NiO/ZnO by the combination of p-n type semiconductors attract attention because of their unique optical and electronic properties in sensors, optoelectronics and catalyst applications. In this study; NiO/ZnO nanocomposite particles having spherical morphology were produced in one step by Ultrasonic Spray Pyrolysis (USP) method and optimum production parameters were determined within the scope of characterization studies. In the experimental studies, initial solutions of nickel nitrate ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) and zinc nitrate ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) salts prepared with pure water having different concentrations (0.1 M, 0.2 M, 0.3 M and 0.4 M) and carried out in air at 1,3 MHz ultrasonic frequency at a constant temperature of 400 °C resulted in a final NiO/ZnO nanocomposite particles were obtained and the effect of concentration was investigated. X-ray Diffractometer (XRD) was used for the phase analysis of the nanocomposite particles, Scanning Electron Microscopy (SEM) for the determination of the size and morphology of the particles, Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) was used to determine the proportions of the elements contained in the particles and Raman Spectroscopy was used for the characterization of the crystal structure. As a result of the characterization studies, optimum initial solution concentration 0.2 M and working temperature 400 °C for the production of NiO/ZnO nanocomposites were determined. The nanocomposite particles produced are composed of primary and secondary particles. The XRD patterns show that the NiO/ZnO nanocomposite is composed of cubic NiO and hexagonal ZnO phases. The SEM analysis showed that the NiO/ZnO nanoparticles produced by spherical morphology. The EDS analysis results show that the NiO/ZnO nanocomposite structure consists of Ni, Zn and O. Raman Spectroscopy measurements were carried out and the results confirmed the existence of NiO/ZnO nanocomposite structures.

Keywords: Nanocomposite particles, NiO/ZnO, Ultrasonic spray pyrolysis

EFFECT OF TIN AMOUNT ON CUTTING FORCES AND SURFACE ROUGHNESS DURING MICROMILLING THREE DIFFERENT MgSn ALLOYS

Kubilay ASLANTAŞ^a, Özgür ÖZGÜN^b, Ali ERÇETİN^c

^a Department of Mechanical Engineering, Afyon Kocatepe University, Afyon, Turkey, aslantas@aku.edu.tr

^b Department of Mechanical Engineering, Bingöl University, Bingöl, Turkey, oozgun@bingol.edu.tr

^c Department of Mechanical Engineering, Bingöl University, Bingöl, Turkey, aliercetin@bingol.edu.tr

Abstract

In this study, cutting forces and burr formation were investigated during micro-milling of new MgSn alloys (Mg-5Sn, Mg-9Sn and Mg-13Sn) fabricated through powder metallurgy method. Fixed cutting speed (31,42 m/dk), fixed feed rate (100 mm/dk) and fixed depth of cut (100 µm) were used for micro machining process. Dynamometer was used to measure cutting forces. After micro milling process, surface roughness of slots were analyzed three dimensional optic profilometer. As a result, higher cutting forces and lower surface roughness values was obtained when micro milling MgSn samples include more tin amount. The reason is that there is Mg₂Sn phase inside of micromilled samples and this phase amount increase with increasing tin amount.

Keywords: MgSn alloy, powder metallurgy, cutting force, surface roughness

AISI D3 SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN CNC DİKEY İŞLEME MERKEZİNDE FARKLI TAKIM YOLU STRATEJİLERİ İLE İŞLENMESİNİN YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜNE ETKİSİ

Üsame Ali USCA^a ve Mahir UZUN^b

^aBingöl Üniversitesi, Bingöl, Türkiye, E-mail: ausca@bingol.edu.tr

^bBingöl Üniversitesi, Bingöl, Türkiye, E-mail: muzun@bingol.edu.tr

Özet

Bu çalışmada AISI D3 soğuk iş takım çelikleri CNC freze dikey işleme merkezinde, CAM paket programlarında yaygın olarak kullanılan altı farklı takım yolu stratejisi ile ("followpart", "profile", "zig", "zig-zag", "followperiphery" ve "trochoidal") işlenmiş yüzey pürüzlülükleri tespit edilerek karşılaştırılmıştır. Deney numunelerinin üç boyutlu olarak CAD programında modellenmiş ve modellenen numune dataları CAM paket programına aktarılarak takım yolları türetilmiştir. Takım yolları türetilen deney numuneleri, aynı özelliklere sahip altı adet kesici takım ile CNC freze dikey işleme merkezinde işlenmiştir. İşlenen deney numunelerinin yüzey pürüzlülük değerleri, R_a yüzey pürüzlülük değeri ile; kesici takımın, deney numunelerinin yüzeyini dik olarak kestiği yerlerden alınmıştır. Çıkan sonuçlara göre en iyi yüzey değeri, "trochoidal" takım yolu stratejisi ile sağlanmıştır.

Anahtar kelimeler: AISI D3 soğuk iş takım çeliği, CNC freze dikey işleme merkezi, takım yolu stratejileri, yüzey pürüzlülüğü, CAM

HIGH TEMPERATURE MECHANICAL PROPERTIES OF FRICTION STIR PROCESSED ALUMINUM METAL MATRIX COMPOSITE

Ali Hosseinzadeh^a and Guney Guven Yapici^a

^aOzyegin University, Istanbul, Turkey, E-mail: guven.yapici@ozyegin.edu.tr

Abstract

In the present study, friction stir processing is used for the fabrication of a metal matrix composite (MMC) by introducing SiC particles in a precipitation hardenable aluminum alloy. Observations on the grain structure and particle distribution are reported. Significant improvement in hardness (near 50%) is achieved for MMC specimens. Isothermal uniaxial tensile tests were employed for the annealed, friction stir processed Al2024 and Al2024/SiC MMC samples at both ambient and high temperature under strain rates ranging from 10^{-2} to 10^{-4} s⁻¹ to investigate the effect of deformation parameters on the mechanical behavior. As compared to the annealed state, more than two-folds increase in the yield strength was observed at room temperature under tension. High temperature flow curves were perceptibly sensitive to strain rate especially after processing.

Keywords: Metal Matrix Composite, Friction Stir, High Temperature, SiC

THE PREPARATION OF $\text{TiO}_2\text{-Nb}_2\text{O}_5$ PHOTOELECTRODE BY GEL AND SUPERCRITICAL SOLUTION METHODS FOR DYE SENSITIZED SOLAR CELL

Seher Cetin^a, Hasan Gocmez^a, Mustafa Tuncer^a

^a Dumlupinar University, Material Science and Engineering Dept., Kutahya, Turkey,
E-mail: seher.cetin2@ogr.dpu.edu.tr, hasan.gocmez@dpu.edu.tr, mustafa.tuncer@dpu.edu.tr

Abstract

$\text{TiO}_2\text{-Nb}_2\text{O}_5$ films were prepared from nanocrystalline TiO_2 powder and Niobium(V) ethoxide, a viscous titaniumdioxide (TiO_2) and $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-TiO}_2$ pastes by doctor-blade and rapid expansion of supercritical solutions (RESS) methods were deposited with spraying on glass substrates coated with fluorine doped tin oxide (FTO) titanium oxide layers have high surface area and high dye loading to obtain well-connected nanocrystallines providing good electron transport between the layers, which have been used to assemble dye-sensitized solar cells with ionic liquid-based electrolyte and ruthenium complex based dyes, N719. The characterizations of cells were determined at standard test conditions ($100\text{mW}/\text{cm}^2$, AM1.5, 25°C). The structure and morphology of the films are characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM).

Keywords: Dye sensitized solar cell (DSSC), N719, Titanium oxide, Niobium pentoxide, ionic liquid.

THEORETICAL INVESTIGATION OF ELECTRONIC AND OPTICAL PROPERTIES OF Cr AND Cr–N DOPED ANATASE TiO₂

Veysel Çelik¹ and Ersen Mete²

¹Computer Education And Instructional Technology, Siirt University, Siirt 56000, Turkey

²Department of Physics, Balıkesir University, Balıkesir 10145, Turkey

Abstract

Today, the need for clean energy sources is increasing day by day. In this sense, solar cells are an important way of obtaining energy. The photocatalysis is very important for solar cells. For photocatalysis, titanium dioxide (TiO₂) offers excellent oxidation and charge transport properties together with its wide availability, nontoxicity, and chemical stability. We studied the electronic and atomic structures of anatase TiO₂ codoped with Cr and N using hybrid density functional theory calculations. Cr and/or N doping modifies the valence and conduction band edges of TiO₂, leading to significant bandgap reduction. Hence, Cr, N and Cr–N doped TiO₂ are promising for enhanced visible light absorbance.

Keywords: Solar Cells, TiO₂, anatase, HSE, Doping

PHYSICAL PROPERTIES OF DIRECTIONALLY SOLIDIFIED Al-Si-Bi ALLOY

A.Aker^a and H. Kaya^b

^aFaculty of Education, Department of Computer Instructional Technologies, Siirt University, Siirt, Turkey,
E-mail:aynuraker@hotmail.com

^bFaculty of Education, Department of Science Education, Erciyes University, Kayseri, Turkey,
E-mail:hasankaya@erciyes.edu.tr

Abstract

Al-12.6wt.%Si-2wt.Bi alloy was prepared in a graphite crucible under vacuum atmosphere. The samples were directionally solidified upwards with different growth rate at constant temperature gradient using by Bridgman-type growth apparatus. The values of microstructures (λ) was measured from transverse sections of the samples. Physical properties, such as microhardness (HV), ultimate tensile strength (σ) and electrical resistivity (ρ) of the directional solidification samples were measured depending on growth rate. Influence of the growth rate and spacings on microhardness, ultimate tensile strength and electrical resistivity were investigated and the relationships between them were experimentally obtained by using regression analysis. Experimental results work were compared with the previous similar experimental results.

Keywords: Microhardness, Tensile Strength, Directional solidification

EFFECTS OF STEEL SLAG ADDITION ON THE PHYSICAL AND MICROSTRUCTURAL PROPERTIES OF PORCELAIN TILES

Suna Çetin^a and Özgür Cengiz^b

^a Cukurova University, Adana, Turkey, E-mail: cetins@cu.edu.tr

^b Afyon Kocatepe University, Afyon, Turkey, E-mail: ocengiz@aku.edu.tr

Abstract

In this study, the effects of steel slag addition on the final properties of porcelain tiles were investigated. For this purpose, steel slag incorporated bodies were developed according to addition of various amount of steel slag (0.5 %, 1% and 3%) and the final properties were analysed. The developed bodies were fired in industrial porcelain tile firing regime (1205 °C) and the effects on final physical properties were determined by measuring the linear shrinkage and flexural strength. Color differences (ΔE^*) were determined using a colorimeter. The neoformed phases were evaluated by means of XRD and the microstructural analyses were conducted by SEM-EDX. The results showed that steel slag is a potential raw material for porcelain tile production.

Keywords: Slag, Steel; Porcelain tile, physical properties, microstructure-final

EFFECT OF METAL COATED DIAMOND ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF METAL MATRIX COMPOSITES

METAL KAPLI ELMASLARIN METAL MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

Halit SÜBÜTAY^a, Mehmet ŞİMŞİR^a

^a Cumhuriyet Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Sivas, Türkiye
subutayh@gmail.com
msimsir@cumhuriyet.edu.tr

Özet

Soket içinde gömülmüş kaplamasız elmaslar homojen dağılmamakta, elmaslar birbirlerine değebilmekte ve elmas-matriks ara yüzeyindeki bağlanma aşırı derecede zayıf olduğu için elmaslar yapıda sıkıca tutulamamakta bunun sonucu soketin kesme performansı düşmektedir. Bu çalışmada, soket üretiminde Hardzone Encapsulated elmas kullanımının kümelenmeye olan etkisi ve elmasın metal ile kaplanması sonucu elmas-metal ara yüzey mukavemeti incelenmiştir. Bu amaçla üç farklı bileşimde elmas soket üretildi (A: Ticari soket, B: Kaplı elmaslı soket, E: Elmas ilavesiz soket) ve her biri üç farklı sıcaklıkta (800:1, 900:2, 1000:3 °C) 15 dakika sinterlendi. Soketler için yoğunluk, sertlik ölçümü ve aşınma testi gerçekleştirildi. En yüksek sertlik ve aşınma dayanımı B₂ numunesin de elde edilmiştir. Mikro yapı incelemeleri için taramalı elektron mikroskop, noktasal analiz ve haritalama çalışmaları yapıldı. Kırık yüzey ve aşınma yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu ile incelenerek, kırılma ve aşınma mekanizmaları değerlendirildi.

Anahtar kelimeler: Toz metalürjisi, Metal kaplı elmas, Aşınma, Mikroyapı

Abstract

Performance of socket is decreased due to non-uniform distribution of diamond grits, contact of diamond grits to each other's and segregation of uncoated diamond grits in metal matrix. In this study, the effect of use of Hardzone Encapsulated Diamond on the cluster in socket production and the bonding strength between diamond-metal interfaces by using metal coated diamond grits were investigated. In this aim, were produced in different compositions five types of diamond socket (A: Commercial socket, B: Diamond with coated socket, E: socket without diamond) and each one of the socket was sintered at three different temperatures (800:1, 900:2, 1000:3 °C) fifteen minutes. For socket was carried out measure hardness, density and wear tests.

The highest hardness and wear resistance of B₂ sample have been observed. The phases formed in the microstructures were analyzed using SEM, EDS techniques and mapping. Fractured surfaces and wear surface were examined by scanning electron microscopy and the fracture, wear mechanisms were evaluated.

Keywords: Powder Metallurgy, Metal Coated Diamond, Wear, Microstructure

PHYSICAL PROPERTIES OF THE CdO FILMS OBTAINED BY ELECTRODEPOSITION AT DIFFERENT CATHODIC POTENTIALS

Barış ALTIOKKA^a and Ayça KIYAK YILDIRIM^b

^a Bilecik Vocational School of Higher Education, Bilecik Şeyh Edebali University, Bilecik, Turkey, E-mail: baris.altiokka@bilecik.edu.tr

^b Bilecik Vocational School of Higher Education, Bilecik Şeyh Edebali University, Bilecik, Turkey, E-mail: ayca.kiyak@bilecik.edu.tr

Abstract

In this study CdO films were deposited by electrodeposition on ITO coated glass substrates at different cathodic potentials which are ranging from -0,65 V to -0,80 V. 0,02 M Cd(NO₃)₂ was used as an electrolyte and depositions temperatures were kept constant value of 75±2 °C. The prepared films were annealed at a temperature of 450 °C for half an hour. Structural properties of the obtained films were investigated by a XRD. XRD results expressed all films formed cubic crystal structure. The optical properties of the films were analyzed by using absorbance measurements at wavelengths ranging from 300 nm to 600 nm. Energy band gaps of the films varied from depending on decreasing cathodic potentials. The morphological analyses were carried out by SEM with coating platinum. It was understand from the SEM images that various morphological structure was obtained such as veined, cotton-like and polymorphic structure. Finally, it was found that the band gaps of the films are dependent on cathodic potentials and the cathodic potentials changed the morphological structure of the films.

Keywords: CdO, electrodeposition, cathodic potential

CHARACTERIZATION OF CRN COATING ON DIN 1.2379 AND DIN 1.2842 COLD WORK TOOL STEELS BY PHYSICAL VAPOR DEPOSITION

FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME YÖNTEMİ İLE DIN 1.2379 VE DIN 1.2842 SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNE CRN KAPLAMANIN KARAKTERİZASYONU

Selim KORKMAZ^a, Mehmet ŞİMŞİR^a, Mehmet KUL^a

^a Cumhuriyet Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Sivas, Türkiye
skorkmaz@gmail.com
msimsir@cumhuriyet.edu.tr
mkul@cumhuriyet.edu.tr

Özet

Bu çalışmada; DIN 1.2379 ve DIN 1.2842 kalite çeliklerine, fiziksel buhar biriktirme yöntemi kullanılarak yapılmış CrN kaplamanın karakterizasyonu yapıldı. Her bir çelikten üçer adet olmak üzere Ø12,7x100 mm ebadında numuneler hazırlandı. PVD kaplama işlemi 450-500 °C'de katodik ark yöntemiyle yapıldı. Kaplama işleminden sonra, kaplamanın karakterizasyonu yapıldı. Bu amaçla, ana malzeme ile kaplama arasındaki yapışma mukavemetini ölçmek için çizik testi (scratch test) yapıldı. Dinamik mikro sertlik testi ile kaplamanın mikrosertlik değerleri ölçüldü. Ayrıca, mikro aşındırma testi uygulandı ve mikrofotografı çekildi. Böylelikle hem kaplama kalınlığı hem de kaplamada yabancı parçacıkların olup olmadığı tespit edildi. Bunun devamında Rockwell C yapışma testi yapılarak kaplamanın yapışma özelliği sınıflandırıldı ve sonuçlar karşılaştırıldı

Anahtar kelimeler: Fiziksel buhar biriktirme; CrN kaplama; Yapışma mukavemeti; Mikrosertlik.

Abstract

In the present study, characterization of CrN coating on AISI 4140 and DIN 100Cr6 steels by PVD method was carried out. Three samples in Ø12,7x100 mm dimension from both types of steels were prepared. Prior to heat treatment, hardness test was performed to the steels. After heat treatment, hardness values were measured as 56 HRC for both type of steels. CrN coating was deposited on the steel substrate at 450-500 °C by cathodic arc PVD method. After CrN coating process, characterization of the coatings on the steel substrates was carried out. For this purpose; adhesive strength between the coating and steel was measured by applying scratch test. Dynamic microhardness test was conducted to measure microhardness of the coating. Furthermore, thickness of the coating was measured by microwear test and impurities formed during coating process were determined on the surface of the microwear test sample by taking microphotographs. Adhesion strength of the coating was qualified and classified by applying Rockwell C adhesion test. Test results were compared between two steels.

Keywords: Physical vapor deposition; CrN coating; Adhesion strength; Microhardness

FARKLI SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN MİKROYAPI VE SERTLİĞİNİN İNCELENMESİ

Bilge DEMİR^a, Ömür YAZICI^b, Aytekin KURT^b, Muhammed ELİTAŞ^b

^a Makine Mühendisliği Bölümü, Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye

^b İmalat Mühendisliği Bölümü, Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye, E-posta: omuryazici@hotmail.com

Özet

Bu çalışmada, Demir çelik ürünlerinden haddeleme ve nervürleme ile çubuk (inşaat demiri, filmaşın) üretiminde finiş yolluk makara malzemeleri olarak kullanılan DIN 1.2379 ve DIN 1.2436 soğuk iş takım çelikleri ve alternatif olarak Sağlam Metal stoklarında bulunan yeni nesil soğuk iş takım çeliği olan CPR çeliğinin mikroyapısı incelenmiştir. 3 farklı soğuk iş takım çeliğinin mikroyapı farklılıklarının ve içerdikleri alaşım elementlerinin malzemelerin sertliğine olan etkileri araştırılmıştır. Soğuk iş takım çeliklerine, standart metalografik usul takip edilerek zımparalama, parlatma ve dağlama işlemleri uygulanmış, mikroyapı görüntüleri elde edilmiş ve numuneler üzerinde Rockwell sertlik deneyi gerçekleştirilmiştir. Sonuç olarak, DIN 1.2379, DIN 1.2436 ve CPR soğuk iş takım çeliklerinde içerdikleri karbür yapıcı alaşım elementlerine bağlı olarak farklı oranlarda karbür oluşumu görülmüştür. En yüksek sertlik değeri, daha yüksek oranda martensit fazı ve Cr, Mo, W ve V gibi karbür yapıcı alaşım elementleri içeren CPR çeliğinde; en düşük sertlik değeri ise DIN 1.2379 soğuk iş takım çeliğinde gözlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Soğuk iş takım çelikleri, mikroyapı, sertlik

Teşekkür

Bu çalışmamıza destek olan Karabük Üniversitesi Rektörlüğü ve BAP proje koordinatörlüğüne teşekkür ederiz.

AZ31 POWDER PRODUCTION AND CHARACTERIZATION BY GAS ATOMIZATION METHOD

Kamal Mohamed Em Akra¹, Mehmet Akkaş^{2*}, Tayfun Çetin¹, Mustafa Boz¹

¹Karabuk University, Faculty of Technology, Department of Manufacturing Engineering, Karabuk, Turkey
kamalakra55@gmail.com, tayfuncetin@outlook.com, mboz@karabuk.edu.tr

²Kastamonu University, Cide Rifat Ilgaz Vocational High School, Kastamonu, Turkey
mehmetakkas@kastamonu.edu.tr

Abstract

In this study, the effect of gas pressure on the shape and size of the AZ31 alloy powder produced by the gas atomization method is investigated experimentally. Experiments were carried out at a constant temperature of 790 °C, with a diameter of 2 mm and by applying 4 different gas pressures (5, 15, 25 and 35 bar). The atomization of the melt is carried out with argon gas. Scanning electron microscopy (SEM) was used to determine the shape of the AZ31 powder produced, XRD and XRF analyzes were used to determine the phases generated in the internal structures of the powders produced and percentage of these phases, and laser measurement device was used for powder size analysis. The general appearance of the AZ31 alloy powders produced is in the form of ligaments, rods, droplet, flakes and spherical, and the shape of the powders has mostly changed to flake and spherical depending on the increase of the gas pressure. It was determined that the finest powder obtained was at a temperature of 790 °C, a gas pressure of 35 bar at a diameter of 2 mm, and that the overall powder was droplet and spherical.

Keywords: Gas atomization, AZ31 alloy powder, gas pressure

REMOVAL OF METHYLENE BLUE FROM AQUEOUS SOLUTION USING ACTIVATED CARBON PRODUCED FROM HAZELNUT SHELL

Nihan KAYA^a, Zeynep YILDIZ^a and Selim CEYLAN^b

^a Hitit University, Faculty of Engineering, Chemical Engineering Department, Çorum, Turkey

E-mail: nihankaya@hitit.edu.tr, E-mail: zeynepyildiz.omu@gmail.com

^b Ondokuz Mayıs University, Faculty of Engineering, Chemical Engineering Department, Samsun, Turkey

E-mail: selim.ceylan@omu.edu.tr

Abstract

The increase of environmental problems due to industrial development is an undeniable truth. Especially pollutants in water constitute significant environmental problems. One of the major pollutants are organic dyes that are widely used by different industries. Methylene blue is one of them which is quite harmful for aquatic life. This pollutant must be destroyed or made ineffective with proper methods. Liquid-phase adsorption is one of the most popular methods for the removal of dye pollutants from water. It has high purification yield and known as a cost effective process if the sorbent is inexpensive. In this study, active carbon obtained from hazelnut shell, one of agricultural wastes, was used instead of high cost commercial activated carbon.

Specific surface areas of activated carbons obtained by carbonization of hazelnut shells at different temperatures were determined by Brunauer-Emmett-Teller (BET) method. The removal of the methylene blue from aqueous solution was investigated using activated carbon with the highest surface area (124.35 m²/g) carbonized at 400-600 °C. Batch experiments were carried out to determine the effect of different adsorption parameters such as pH of solution (2-10), concentration of dye solution (15-45 mg/L), contact time (up to 550 min), amount of adsorbent used (1-4 g/L) and temperature (25-45 °C). The equilibrium of adsorption was modeled using Langmuir and Freundlich isotherm models.

Experimental results showed that the contact time necessary for maximum adsorption was 300 minute approximately. Highest percentage of dye removal was observed at pH 4.0. It was found that the percentage removal of methylene blue was dependent on the dose of adsorbent. The percent removal of dye increased rapidly with increase in the dose of the adsorbent due to the greater availability of surface area. The kinetics of adsorption process showed that an increase in adsorption capacity with the increasing temperature. This result confirmed the endothermic nature of the ongoing process. It was observed that the adsorption of methylene blue decreased with increasing of the initial dye concentration. In addition, the Freundlich isotherm was found to be the best fitting isotherm model for the adsorption process.

Keywords: Hazelnut shell, Carbonization, Activated carbon, Adsorption, Methylene blue

TERMİK SANTRALLERDE KULLANILAN P91 KALİTE KAYNAKLI ÇELİKLERİN YÜKSEK DEĞERLİ ISIL İŞLEMİ SONRASI MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Levent ELEN^a, Yavuz SUN^b, Bünyamin ÇİÇEK^c

^a Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye, leventelen@karabuk.edu.tr

^b Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye, ysun@karabuk.edu.tr

^c Hitit Üniversitesi, Çorum, Türkiye, bunyamincicek@hitit.edu.tr

Özet

Termik santraller; kömür ve türevi katı yakıtların belirli aşamalarla yakılması sonucu açığa çıkan ısısal enerjiyi çeşitli mekanizmalarla mekaniğe, mekanik enerjiyi ise elektrik enerjisine dönüştüren sistemlerdir. Bu yapılarda yakıt santralde bulunan kazanlara toz halinde beslenir. Kazanda oldukça yüksek sıcaklıklarda (800-900°C) yanma başlar. Kazan içinde bulunan boru sistemlerindeki su ısı etkisiyle buharlaşır. Yüksek sıcaklıktaki ve yüksek basınçtaki buhar türbinlere gönderilir. Türbin döner ve jeneratöre bağlı sistem elektrik üretir. Dönüşümlü gaz çevrim santralleri ve termik santraller gibi yüksek sıcaklığın yanı sıra özellikle yüksek basınçların ortaya çıktığı alanlarda EN10216-2 standartlarına göre X10CrMoVNb9-1 (P91) kalite çeliklerin kullanımı önemli bir ihtiyaç haline gelmiştir. V ve Nb elementleri ile mikro-alaşımli ferritik-martenzitik (%9Cr-%1Mo) çelik ASTM A 335'e göre kontrollü azot içeriğine sahiptir. 580°C-600°C seviyelerine kadar mükemmel yüksek sıcaklık mukavemeti ve sürünme davranışı sergilemesinin yanı sıra % 9 krom içeriği sebebiyle de daha iyi korozyon ve oksitlenme direnci gösterir. Ayrıca, diğer standart çeliklere kıyasla P91 kalite boru bileşenleri termal yorgunluğa karşı daha yüksek direnç sağlar. Östenitik çelikler ile karşılaştırıldığında ise daha yüksek ısı geçişi ve daha düşük termal genleşme katsayılarına sahip olduğu görülmüştür. Çalışmamızda; üretim aşamasında 3,73 mm kalınlığında P91 malzeme TIG kaynağı kullanılarak ana malzemenin kimyasal içeriğine uygun 2 mm çapında ilave tel ile iki paso halinde kaynak edilmiştir. Kaynak işlemi öncesinde ön ısı miktarı C eşdeğerliği göz önünde bulundurularak 200°C seviyelerinde tutulmuş ve kök paso sıcaklığı soğuyarak (pasolar arası geçiş sıcaklığı) 300°C seviyelerine ulaştığında son paso uygulanmıştır. Kaynak sonrasında bu tip çeliklere uygulanması gereken ısısal işlem kaynak metali ve ITAB bölgesini kapsayacak şekilde tatbik edilmiştir. Ancak EN 12952-5 standardına göre kaynak sonrası ısısal işlem (PWHT) sıcaklığı en yüksek 780°C seviyelerini gösterirken çalışmamızda daha yüksek bir değer olarak 800°C 'de PWHT uygulanmış ve bu yüksek sıcaklık değeri sonrasında mekanik değerler incelenmiştir. Isı girdisi kök pasoda 0,47-0,58 KJ/mm son pasoda ise 1,00-1,25 KJ/mm aralığında gerçekleşmiştir. Gerçekleştirilen kaynak işlemi sonrasında yapılan tahribatsız testlerde; radyografi, görsel ve penetrant kontrolü başarı ile sonuçlanmıştır. Tahribatsız muayeneden başarılı olarak geçen numuneler ilgili standartlara göre mekanik testlere alınmıştır. Uygulanan çekme testi (EN 4136) sonuçlarına göre kaynak metali yeterli çekme mukavemetini göstermiş ve test sonucunda kaynak metali dışından kopma yaşanmıştır. Eğme testi (EN 5173) sonucunda ise kaynak metali ve ITAB bölgesinde herhangi bir çatlak morfolojisi gözlenmemiştir. Çentik darbe testi (EN 9016) ve sertlik testi (EN 9015-1) birlikte incelendiğinde ise sonuçlar birbirine tutarlı davranış göstermiş olup sertlik değeri yüksek olan kaynak metalinde tokluk düşük seviyelerde değerler vermiştir. Her pasoda tekrar temperlenmeye maruz kalan ITAB bölgesinde ise tokluk miktarı daha yüksek olarak ölçülmüştür. Sonuç olarak PWHT değerinin standart dışı bir seviyede uygulanması ile mekanik değerler kabul edilebilir seviyede veriler vermiştir.

Anahtar kelimeler: Termik Santral, Sürünme, Kaynak, PWHT, Cr-Mo Çelikleri

THE ELEMENTAL AND STRUCTURAL ANALYSIS OF ARCHAEOLOGICAL FINDINGS: OYLUM HOYUK CASE REPORT

Aydođan BOZKURT^{1,a}, Derya BOZKURT^{2,b}, Ali ÖZER^{3,c,#}, Atilla ENGİN^{1,d}

1: Cumhuriyet Üniversitesi, Edebiyat Fakültesi, Protohistorya ve Ön Asya Arkeolojisi
Bölümü

2: Nevşehir Hacı Bektaş Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Arkeoloji Bölümü

3: Cumhuriyet Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Met. ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

a: abozkurt@cumhuriyet.edu.tr; b: deryayazici@nevsehir.edu.tr; c:

aozer@cumhuriyet.edu.tr;

d: aengin@cumhuriyet.edu.tr

Özet

Oylum Höyük excavation has been in progress since 1987 and this lightens the archaeological history of both Kilis city and the North West point of Fertile Crescent. Until this time, a wide range of many important findings including tablets and cachets and copper-bronze and iron ages. Nowadays, while the excavations go deeper, the findings are dated to earlier ages. The conversion of the findings into material based elemental findings is very rare. Metal-ceramic-polymer and composite structures give both the topographic structure and mineralogical formation of the place in ancient times. In this study, two examples were given from Oylum Höyük findings, one is metal alloy and the other is ceramic powder by the way of sintering temperature and elemental structure.

Keywords: Archaeology, SEM-EDS, findings, Oylum Höyük.

SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN FARKLI PARAMETRELER ALTINDA ABRASİF AŞINMA DAVRANIŞI

Bilge DEMİR^a, Ömür YAZICI^b, Aytekin KURT^{b*}, Muhammed ELİTAŞ^b

^a Makine Mühendisliği Bölümü, Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye

^b İmalat Mühendisliği Bölümü, Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye, E-posta: aytekin@sakadc.com.tr

Özet

Bu çalışmada, Demir çelik endüstrisinde finiş yolluk makara malzemeleri olarak kullanılan DIN 1.2379 ve DIN 1.2436 ve CPR soğuk iş takım çeliklerinin farklı aşınma parametreleri altında abrasif aşınma davranışı incelenmiştir. 15*20*55 mm ebatlarında numuneler aşınma deneylerini gerçekleştirmek üzere temin edilmiştir. 60 ve 220 mesh'lik 2 farklı zımpara kullanılarak, 30, 50 ve 80 N yükler altında, 300 dev/dk. sabit dönme hızı ve 18 mm/sn ilerleme hızında abrasif aşınma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Numunelerin aşınma deneyi uygulanan yüzeylerinin makro görüntüleri alınmıştır. Sonuç olarak; 60 mesh'lik zımpara ile gerçekleştirilen deneylerde 30 N ve 50 N yük değerlerinde en yüksek oranda aşınma DIN 1.2379 çeliğinde, 80 N yük altında ise DIN 1.2436 soğuk iş takım çeliğinde gözlenmiştir. 220 mesh'lik zımpara kullanılarak gerçekleştirilen deneylerde ise 30 N yük altında en yüksek oranda aşınma CPR çeliğinde, 50 N yük altında DIN 1.2379 çeliğinde ve 80 N yük altında ise DIN 1.2436 soğuk iş takım çeliğinde görülmüştür. 60 mesh'lik zımpara kullanılarak gerçekleştirilen abrasif aşınma deneylerinde tüm soğuk iş takım çelikleri için yük değeri ile orantılı olarak aşınma oranı artış göstermiştir.

Anahtar kelimeler: Soğuk iş takım çelikleri, abrasif aşınma, makro görüntü

Teşekkür

Bu çalışmamıza destek olan Karabük Üniversitesi Rektörlüğü ve BAP proje koordinatörlüğüne teşekkür ederiz.

THE STANDARDIZATION IN AGRICULTURAL IRRIGATION EQUIPMENTS

M. Cüneyt BAĞDATLI

Department of Biosystem Engineering, Faculty of Engineering and Architecture
University of Nevsehir Haci Bektas Veli, Nevsehir/TURKEY
E-mail: cuneytbagdatli@gmail.com

Abstract

Agricultural irrigation systems; to transmit the available water to the agricultural production area, to distribute and to use the water in an efficient manner. There are many private sector institutions that produce agricultural irrigation equipment in Turkey. Production and applications are carried out in accordance with the Turkish Standards Institute (TSE) and International Standards of Organisations (ISO) criteria. Tests and evaluations of the produced irrigation materials are carried out in line with the TSE and ISO standards. For example; Irrigation techniques, sorting model types, designing an automatic irrigation system by a project manager and setting up the information and rules to be taken into consideration for technical issues regulation, designation and quantity of equipment and methods based on installation of automatic irrigation system, automatic irrigation system design, hardware dimensions and their irrigation needs, limitations and rules are provided and controlled according to TS EN 12484-1, 2, 3, 4 and 5 standards. In the other equipment of agricultural irrigation systems, production and applications are made according to TS ISO 9635-1, 2, 3, 4 and 5 standards. TS ISO 13460-1 standard is applied to pipes used for agricultural irrigation purposes and made of polyethylene material. In the applied irrigation techniques, monitoring and evaluation are carried out according to TS EN 12324-1, 2 and 3 standards. TS EN 13997 standard is used in connection, parts and equipments used in irrigation systems in general, whereas TS EN ISO 9261 standard is used in drip irrigation pipes and drippers. It is of utmost importance that the materials produced in the TSE and ISO standards specified in the production and application stages of the irrigation systems and the applications made during the projecting to the extent of certain criteria. Equipment that does not meet the required standards will cause many problems in practice. Sensitivities in the test and evaluation stages, which are the standard of quality and standard, will allow the materials to be sensitive and reliable and also to be of better quality in their projects and applications.

Keywords: Irrigation Equipments, Standardization, TSE, ISO

SURFACE ANALYSIS OF LOCALIZED CORROSION OF BRACKET OF LANDING GEAR OF AIRCRAFT

Yusuf Er^a

^a Firat University, School of Aviation, Dept. of Airframe and Powerplant, Elazig, Turkey, yusufer@firat.edu.tr

Abstract

In this study, Corrosion behavior of the bracket piece used in landing gear of the airbus A320-214 aircraft after 10,000 hours of use has been investigated. Microstructure, chemical and surface analysis of bracket were examined using SEM, XRD and AFM analysis instruments. Corrosive and non-corrosive zones of aluminium-based brackets were characterized using Atomic Force Microscopy (AFM) technique, and galvanic corrosion has been evaluated.

Keywords: Aircraft, Landing gear, Corrosion, AFM

YÜZEYİ 1100 °C DE CrC KAPLANMIŞ GGG70 DÖKME DEMİRİN AŞINMA DAVRANIŞIN

İlyas SOMUNKIRAN^a, Mustafa KANDIRAN^b, Bülent KURT^c and Vahdettin KOÇ^d

^a Fırat Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Müh., Elazğ, Türkiye,
E-mail: İlyassomunkiran@gmail.com

^b Diyarbakır il Milli Eğitim Müd., Diyarbakır, Türkiye, E-mail: mkandiran@hotmail.com

^c Nevşehir Hacı Bektaş Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Müh., Nevşehir, Türkiye, E-mail: bkurt74@gmail.com

^d Adıyaman Üniversitesi MYO Makine ve Metal Teknolojileri, Adıyaman, Türkiye, E-mail: vkoc@adiyaman.edu.tr

Özet

Bu çalışmada, GGG70 dökme demirinin yüzeyi termoreaktif difüzyon yöntemi (TRD) ile CrC kaplaması yapılmıştır. Yüzeyde oluşturulan karbür fazları sayesinde malzemenin aşınmaya karşı direnci ve bu sayede de kalıp ömrünün artırılması amaçlanmıştır. 10x15x15 mm ebatlarında hazırlanan küresel grafitli dökme demir numunelere 50 µm tane boyutlu ferrokrom, Alümina (Al₂O₃) ve Amonyum klorür (NH₄Cl) tozlarında TRD yöntemiyle 1100 °C sıcaklık ve dört farklı bekleme (1, 2, 3, 4 saat) sürelerinde üretildi. Ayrıca pota içerisinde numunenin hava ile temasını önlemek için Silisyum Karbür (SiC) ve demir talaşı kullanıldı. Elde edilen kaplama numunelerinin metalografik incelemeleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve elementel analiz (EDS) ile gerçekleştirildi. Numunelerin kaplama yüzeyleri 50 m aşınma yolu ve üç farklı (5N, 10N ve 15N) yük altında seramik bilye kullanılarak aşınma deneyine tabi tutuldu. Sonuç olarak; artan yük miktarıyla aşınma miktarının arttığı ve 1100 °C'de bekleme süresinin arttırılmasıyla aşınma dayanımının da arttığı tespit edildi.

Anahtar Kelimeler: yüzey kaplama, termoreaktif difüzyon, CrC tozu

Abstract

In this study, the surface of GGG70 cast iron was subjected to CrC coating by thermoreactive diffusion method (TRD). Thanks to the carbide phases formed on the surface, it is aimed to increase the resistance of the material against erosion and also the life of the mold. Spherical graphite cast iron specimens prepared in sizes of 10x15x15 mm were produced with TRD method at temperatures of 1100 °C and four different waiting periods (1, 2, 3, 4 hours) in alumina (Al₂O₃) and ammonium chloride (NH₄Cl) powders of 50 µm grain size. In addition, Silicon Carbide (SiC) and iron shavings were used to prevent airborne contact of the sample in the crucible. Metallographic investigations of the obtained coating samples were carried out by scanning electron microscopy (SEM) and elemental analysis (EDS). The coating surfaces of the samples were subjected to abrasion test using a ceramic ball under 50 m wear path and three different loads (5N, 10N and 15N). As a result; it was found that the amount of wear was increased with increasing load and the wear resistance was increased by increasing the waiting time at 1100 °C.

Keywords: surface coating, thermoreactive diffusion, CrC powder

INVESTIGATION OF THE PROPERTIES OF CERAMIC TILE SURFACES PREPARED BY SOL-GEL METHOD

SOL-JEL YÖNTEMİYLE HAZIRLANAN SERAMİK KARO YÜZEYLERİN ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Melek GÜNER^a, Zahide BAYER ÖZTÜRK^a

^a Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Nevşehir, Türkiye
mkgunermelek@gmail.com, z.ozturk@nevsehir.edu.tr

Özet

Sol-jel yöntemi, cam, seramik, metal ve plastik gibi altlıkların kaplanarak yüzey özelliklerini iyileştirmek, bu yüzeylere yeni özellikler kazandırmak amacıyla kullanılan bir kaplama yöntemidir. Sol-jel yönteminin seramik karolara kazandırdığı fonksiyonel özellikler ile ilgili çalışmalar sınırlıdır. Bu nedenle bu çalışmada; sol-jel yöntemi ve özellikleri incelenerek seramik karo malzemelerdeki uygulanabilirliği ile bu malzemelere kazandırılan özellikler incelenmiştir.

Seramik karoların üzerine kaplamalar, sol-jel yöntemiyle hazırlanmış olan TiO₂ sol püskürtülerek hazırlanmıştır. Yüzeylerin yapısal ve morfolojik özelliklerinin karakterize edilmesi için X-ışını kırınımı (XRD) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDX) teknikleri kullanılmıştır. XRD analizleri ile kristal yapıları, araştırılmış olup, tüm yüzeylerde rutil, zirkon ve anortit faz oluşumları belirlenmiştir. Kaplanmış sırlı karo yüzeylerinin lekelenme direnci (kromik asit, iyot ve zeytinyağı kullanılarak) ve temizlenebilirliği ISO-10545-14 standardına uygun olarak yapılmış, TiO₂ kaplanmış yüzeylerin lekelenme direncinin yüksek olduğu belirlenmiştir. Spektrofotometre ile renk ölçümü (L*a*b* (L: açıklık; -a: yeşil, +a: kırmızı; -b: mavi, +b: sarı)) ve glossmetre ile parlaklık ölçümü yapılarak kaplanmış seramik karoların yüzey özellikleri araştırılmıştır.

Anahtar kelimeler: Seramik karo, Sol-jel, Uygulamalar, Titanyum dioksit.

Abstract

The sol-gel method is a coating method used to improve the surface properties of surfaces such as glass, ceramics, metal and plastic and to give new features to these surfaces. Studies on the functional properties provided by the sol-gel method on ceramic tiles is limited. Therefore, in this study; Sol-gel method and properties of ceramic tile materials and the applicability of these materials to ceramic tile materials was investigated.

Coatings on ceramic tiles were prepared by spraying TiO₂ prepared by sol-gel method and then X-ray diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy (SEM-EDX) techniques were used for characterize the structural and morphological features of the surfaces. XRD analyzes revealed that rutile, zircon and anorthite phase occurrences on all surfaces. Stain resistance of the coated surface glazed tile (chromic acid, using iodine and olive oil), and cleanability, constructed according to the standard ISO-10545-14 and it was determined to be high staining resistance of TiO₂ coated surface. Color measurement with a spectrophotometer (L* a* b* (L: whiteness, -a: green, + a: red; - b: blue, + b: yellow)) and the surface of the ceramic tile coated by making brightness measurements glossmeter the properties investigated.

Keywords: Ceramic tile, Sol-gel, Applications, Titanium dioxide.

AISI D6 SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİĞİNİN YÜZEYİNİN TRD METODU İLE MODİFİKASYONU

Lutfullah ÖZDOĞAN^{a*}, Bülent KURT^a, Cemal ÇARBOĞA^a, Khangardas ASGAROW^b

^a Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Nevşehir Üniversitesi, Nevşehir

^b Bartın University, Faculty of Engineering, Department of Metallurgy and Materials Engineering, 74100 Bartın, Turkey

E-mail: lutfullah@ozdogan@gmail.com

Özet

Bu çalışmada, AISI D6 soğuk iş takım çeliğinin yüzeyi TRD metodu kullanılarak sırasıyla 900, 950, 1000, 1050 ve 1100°C proses sıcaklıklarında 1, 2, 4 ve 6 saat sürelerde yüzeyi TiB₂ kaplanmıştır. Optik mikroskoba bağlı clemex analiz sisteminin sonucu altlık malzeme yüzeyinde oluşan TiB₂ seramik bazlı kaplamanın kalınlıkları proses sıcaklık ve süresine bağlı olarak 0.5 µm ile 36 µm arasında elde edilmiştir. TiB₂ fazının varlığı x-ışınları difraksiyonu (XRD) ile tespit edilmiştir. Elde edilen kaplamaların morfolojilerinin kompakt ve düz yapıda olduğu taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri ile belirlenmiştir. AISI D6 malzeme yüzeyinde oluşan TiB₂ tabakasının sertliğinin 4646 HVN olduğu görülmüştür. Aşınma testi sonucu malzeme yüzeyinde oluşan seramik karakterli kaplamanın sürtünme katsayısı 0.2 ile 0.3 arasında değişmiştir.

Anahtar Kelime: TRD, Sertlik, Aşınma, Tabaka kalınlığı, AISI D6, TiB₂.

Abstract

In this work, the surface of AISI D6 cold work tool steel is coated with TiB₂ over 1, 2, 4 and 6 hours at process temperatures of 900, 950, 1000, 1050 and 1100 °C respectively using TRD method. The thickness of the TiB₂ ceramic based coating formed on the surface of the final substrate of the Clemex analysis system connected to the optical microscope was obtained between 0.5 µm and 36 µm depending on the process temperature and duration. The presence of TiB₂ phase was detected by x-ray diffraction (XRD). The morphology of the resulting coatings was determined by scanning electron microscopy (SEM) analysis to be compact and flat. The hardness of the TiB₂ layer formed on the surface of the AISI D6 material was found to be 4646 HVN. The coefficient of friction of the ceramic-type coating formed on the surface of the resultant abrasion test ranged from 0.2 to 0.3.

Keyword: TRD, Hardness, Wear, Layer thickness, AISI D6, TiB₂.

THE INVESTIGATED OF USING IN A DIESEL ENGINE OF SAFFLOWER BIODIESEL

İlker Örs^a, Murat Ciniviz^b, Ali Kahraman^c, Bahar Sayın Kul^b

^aDepartment of Motor Vehicles and Transportation Technology, Vocational School of Technical Sciences, Aksaray University, Aksaray, Turkey, Email: ilkerors@hotmail.com

^bMechanical Engineering Department, Selcuk University, Technolgy Faculty, Turkey, Email: mciniviz@selcuk.edu.tr, bsayin@selcuk.edu.tr

^cEnergy Systems Engineering Department, Necmettin Erbakan University, Faculty of Engineering, Turkey, Email: akahraman@konya.edu.tr

Abstract

Biodiesel is the most important of alternative fuels for diesel engines. It can produce from various vegetable and animal fats. In this study, biodiesel produced from safflower seed oil was used as pure fuel in a diesel engine which has single cylinder, water cooling, direct injection. Power and specific fuel consumption as engine performance, and CO, NO and smoke opacity values as exhaust emissions were investigated. According to test results, although power with using of biodiesel decreased by average 25.98%, specific fuel consumption increased by average 41% compare to diesel fuel. The most important reason of negative effect on engine performance of biodiesel is its lower calorific value than that diesel fuel. CO and smoke opacity values of biodiesel were lower average 51.9%, 26.46% respectively compare to diesel fuel. Its average NO emission value was also higher 51.52% than that diesel fuel. These results are related to the oxygen content of biodiesel. It can say that biodiesel can use in diesel engines as an alternative fuel due to its better exhaust emission although lower engine performance.

Keywords: Alternative fuel, biodiesel, engine performance, exhaust emissions, diesel engine.

THE SYNTHESIS AND DETERMINATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF METAL OXIDE-REINFORCED HYDROXYAPATITE BASED CERAMIC COATINGS

Mehmet TOPUZ^{a*}, Serap G. KOÇ^a, Burak DİKİCİ^b, Mitsuo NIINOMI^c, Masaki NAKAI^d, Hakan YILMAZER^e

^{a*} Van Yüzüncü Yıl University, Van, Turkey, mehmettopuz@yyu.edu.tr, serapgungor@yyu.edu.tr

^b Atatürk University, Erzurum, Turkey, burakdikici@atauni.edu.tr

^c Tohoku University, Nagoya, Japan, niinomi@imr.tohoku.ac.jp

^d Kindai University, Osaka, Japan, nakai@mech.kindai.ac.jp

^e Yıldız Technical University, İstanbul, Turkey, hakanyil@yildiz.edu.tr

Abstract

Titanium (Ti) and its alloys are the most popular metallic implant using in biomedical applications because of their low elastic modulus, high strength, good biocompatibility and enhanced corrosion resistance. Typically, three type of Ti alloys were available in medical fields such as; α (commercially pure titanium: CP Ti), $\alpha+\beta$ (Ti-6Al-4V: Ti64) and β (Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr: TNTZ) type Ti alloys. However, the Ti64 alloy has better mechanical properties but its elastic modulus is higher than TNTZ alloys. It is well known that the elastic modulus is very important parameter for an implant candidate due to stress shielding effect. For example, if the Young's modulus differences are very high between the human bone and implanted material, implantation process can be damaged because of non-homogeneous load distributions in the interfaces between the implant/tissue. In this study; hydroxyapatite/metal oxide bioactive coatings have been coated on Ti alloy substrates by sol-gel dip-coating technique. The production parameters were also optimized to obtain of the bioactive surface on various experimental steps. The SEM, EDS and XRD equipment are used to surface characterization of the coatings. Micro scratch tests were carried out on the coated films to determine the adhesion strength of the coatings. It was found that the coating surfaces have micro/sub-micro pores, cracks and some Ca-P agglomeration. The micro-scratch test results have showed that the coatings have adequate adhesion resistance expected from biomaterials. The study has been financially supported by The Scientific and Technological Research Council of Turkey (TUBITAK) under 114M437 project number.

Keywords: Titanium alloys; bioactive coating; Hydroxyapatite; Metal oxides; Sol-gel; Scratch.

BİYOMEDİKAL β -TİPİ Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr ALAŞIMLARI: ÖNEMİ, ÜRETİM YÖNTEMİ VE THERMOMEKANİK İŞLEMLER

BIOMEDICAL β -TYPE Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr ALLOYS: IMPORTANCE, FABRICATION AND THERMOMECHANICAL TREATMENTS

Hakan Yilmazer^a and Mitsuo Niinomi^{b,c}

^a Department of Metallurgical and Materials Engineering, Yildiz Technical University, Turkey,
E-mail: hakanyil@yildiz.edu.tr

^b Tohoku University, Institute for Materials Research, Japan E-mail: niinomi@imr.tohoku.ac.jp

^c Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Materials Science and Technology, Meijo University, Japan

Abstract

The number of patients with poor bone quality and people, who needed surgical implants to support daily life, in most countries is significantly rising due to the increasing age of the populations. Titanium and its alloys have been extensively investigated as structural materials for bone support and fracture healing aids such as plates, screws, spinal fixation devices due to their excellent mechanical properties and corrosion resistance. Recently, many researchers have actively investigated β -type titanium alloys with a low modulus as the medical implants in order to suppress the stress shielding effect caused by large mismatch of Young's moduli between implant and bone. In the long-term application, bone resorption happens due to the such large mismatch and lower loading on the bone. A novel β -type titanium alloy, Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr (referred as TNTZ) composed of non-toxic and non-allergic alloying elements Nb, Ta, and Zr has been recently developed by Prof. Niinomi and his group in order to achieve the low Young's modulus (~60 GPa), which is close to Young's moduli of bone (10-30 GPa) than to those of the conventional commercial pure Ti (C. P. Ti) (100 GPa) and Ti-6Al-4V ELI (110 GPa) Furthermore, TNTZ offers an attractive alternative to the C.P.Ti and Ti64 ELI due to its heat treatability, cold workability, inherent ductility and low Young's moduli, which is the result of its Body Centre Cubic (BCC) structure.

The TNTZ alloy is one of the most adaptable alloys with respect to processing, microstructure, and mechanical properties. The impressive mechanical properties of TNTZ have been achieved by microstructure controlling. In this alloy, such a low Young's modulus can be achieved by metastable β structure after solution treatment and cold rolling at single β structure due to its BCC structure. Furthermore, TNTZ can be age hardened and strengthened by secondary phases such as α (HCP) or/and ω (hexagonal) precipitated phase during aging treatment. In this case, due to α or/and ω phase formations during aging, the mechanical strength can be drastically improved, but the Young's modulus increases simultaneously to be relatively high because Young's moduli of the α or/and ω phases are much higher than that of the β phase, which is the matrix phase of TNTZ. Recently, the microstructural controlling of TNTZ at nano scale through Severe Plastic Deformation (SPD) techniques such as High Pressure Torsion (HPT) improve mechanical strength (over 1000 MPa) maintaining low Young's modulus (63 GPa).

The surface properties and biological biocompatibility of TNTZ have been developed using several approaches such as nanostructuring by HPT processing and Anodic Oxidation and Coating by bio-ceramics using Metal-Organic Chemical Vapor Deposition (MOCVD) and Sol-Gel methods. TNTZ subjected to HPT processing has exhibited a nanostructured microstructure having grains with a diameter of approximately 50 nm. Such nanostructured surface has high surface energy and shows a low contacted angle and consequently better osteoblast cell adhesion than that on the conventional microstructural TNTZ. Furthermore, the surface of the TNTZ has a nano topographic surface composed of nanotubes with a diameter of a few tens nm and a length of a few hundred nm after anodic oxidation. The coated TNTZ using hydroxyapatite $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ based coatings show better biocompatibility

Keywords: Metallic biomaterials, Titanium alloys, Beta titanium alloys, Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr, Mechanical biocompatibility

EFFECTS OF Si CONTENT AND DIFFERENT CRITICAL ANNEALING PARAMETERS ON TRIP STRUCTURE PRODUCTION

Öznur DİNCEL^a, Bilge DEMİR^b, Samet ŞERAS^c

^a Karabük University, Karabük, Turkey, E-mail: oznurdincel@karabuk.edu.tr

^b Karabük University, Karabük, Turkey, E-mail: bdemir@karabuk.edu.tr

^c Karabük University, Karabük, Turkey,, E-mail: samet6192@hotmail.com

Abstract

In the automotive industry, the difficulties in manufacturing complex shaped parts have forced manufacturers to seek both more durable and more ductile materials. The sensitivity for passenger safety, fuel saving and environmental pollution has made Trip steels the favourite steel of the automotive industry.

With the changes in the chemical composition and production parameters of this complex-phase steel which is focus of interest of automobile manufacturers, we have been searched for an answer how to produce materials with optimum properties.

For this purpose in this study; the transformation behavior of steel composition of which precision casting were made at different Si ratios and followed hot rolled was investigated. Phase formations were observed based on change of the critical annealing temperature and the material composition of the Trip steels produced by a two-stage heat treatment process. The microstructural developments of materials which were annealed at between temperatures A_1 and A_3 and then cooled in water were investigated and the effects on phase variences of Si and heat treatment parameters were interpreted. The change in mechanical properties was evaluated by hardness test, depending on the improvement in microstructure. The other hardness values at different intermediate temperatures were estimated by forming curve fitting curves with hardness values depending on working temperatures between A_1 and A_3 . Development of the microstructure which gives to TRIP steels superior mechanical properties depending on Si and production parameters executed, for saving time laboratory conditions transferred to the computer screen by using curve fitting and the data set was extended with predictive approaches. TTT and CCT diagrams were also created with the Jmatpro software program, so that the first step (critical annealing) of the heat treatment processes was analyzed and the optimum parameters for the second step (bainitic isothermal transformation) were determined.

Production of TRIP steels is still not possible in our country. In this study, the effect of different critical annealing process parameters on the microstructure and mechanical properties of the steel composition will be revealed, the appropriate conditions will be determined for bainitic isothermal transformation and manufacturability of Trip steels will be discussed. Appropriate material composition and heat treatment parameters should be designed to achieve the best combination of strength and ductility which gives distinct properties to the TRIP steel.

This point adds originality to our work which we have made with the composition of different amounts of Si which is one of the the main alloying elements in the formation of TRIP structure at different critical annealing temperatures.

Keywords: TRIP steels, critical annealing, phase transformation, hardness

IN-VITRO CORROSION RESPONSES OF BIOACTIVE HYBRID COATINGS

Burak DİKİCİ^a, Mitsuo NIINOMI^b, Mehmet TOPUZ^c, Serap G. KOÇ^c, Hakan YILMAZER^d, Masaki NAKAI^e

^a Atatürk University, Erzurum, Turkey, burakdikici@atauni.edu.tr

^b Tohoku University, Nagoya, Japan, niinomi@imr.tohoku.ac.jp

^c Van Yüzüncü Yıl University, Van, Turkey, mehmettopuz@yyu.edu.tr, serapgungor@yyu.edu.tr

^d Yıldız Technical University, İstanbul, Turkey, hakanyil@yildiz.edu.tr

^e Kindai University, Osaka, Japan, nakai@mech.kindai.ac.jp

Abstract

Metallic implant materials are frequently used in orthopedic and reconstructive surgery, especially in applications such as hip joints, heart valves, aneurysm clips and etc. The most commonly used implant materials in biomedical industry are 316 L stainless steels, cobalt-chromium (Co-Cr) alloys, titanium (Ti) and its alloys. Ti and alloys are most preferred biomaterials in implantation process due to their enhanced mechanical, biocompatibility and corrosion properties. While the mechanical properties of these alloys are related with their microstructures and thermo-mechanical pretreatment, also their compatibility under in-vitro conditions are related to surface properties such as wear and corrosion. However, implant materials are directly contact with living tissues in the body, and tissue-material responses are related with implant materials surface properties. For this reason, surface modification processes are used to improve both biocompatibility and corrosion properties of the implant. In this study, the hydroxyapatite (HA: $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) based bioactive composite coatings reinforced with different metal oxides (TiO_2 , ZrO_2 and AgNO_3) have been successfully synthesized by sol-gel technique on the Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr alloys. The in-vitro corrosion response of the coatings has been investigated with electrochemical test techniques at body temperature in simulated body fluid. Ringer's solution was used as electrolyte. The corroded surfaces after the corrosion test were evaluated by scanning electron microscope (SEM). It was found that the corrosion current density (I_{corr}) values of the coatings were lower than uncoated alloys. In addition, the SEM observations showed that the micro cracks intensity and size were increased with increasing polarization level. The results have been discussed in this study, detailly. This study has been supported by TUBITAK under 114M437 project number.

Keywords: Titanium alloys; Bioactive surface; In-vitro corrosion; Sol-gel

HEAT TREATMENT AND CHARACTERIZATION OF BORON ADDED AISI 4140 (42CrMo4) QUENCHED & TEMPERING STEEL AT DIFFERENT RATES

Pınar ATA ESENER^a, Cemal ÇARBOĞA^b, Serkan DAL^c

^a Erciyes University, Kayseri, Turkey, pinarata88@gmail.com

^b Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir, Turkey, ccarboga@nevsehir.edu.tr

^c Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir, Turkey, serkandal@nevsehir.edu.tr

Abstract

In this study, the samples with boron added at different ratios (2, 11, 17, 26, 32, 38 ppm) were examined to heat treatment and untreated. Heat treatments were carried out in five different environments: ice water, water, oil, room temperature and oven. At different ratios in the heat treated and untreated samples, no significant change in the microstructure of the boron additions was observed. As a result of the SEM investigations made, BN particles of samples containing 26 ppm boron were found and XRD studies supported this. It has been observed that the samples with heat treatment have increased microhardness values in samples containing 15-25 ppm boron which is optimum in ice water and water. The studies made are discussed in comparison with the literature.

Keywords: AISI 4140 Steel, Boron Steel, Microstructure, Heat Treatment

THE EFFECT OF CARBON CONTENT ON MECHANICAL PROPERTIES OF TRIP STEELS

Samet ŞERAS^a, BİLGE DEMİR^b, Öznur DİNCEL^c

^aKarabük University, Karabük, Turkey E-mail: samet6192@gmail.com

^bKarabük University, Karabük, Turkey E-mail: bdemir@karabuk.edu.tr

^cKarabük University, Karabük, Turkey E-mail: oznurdincel@karabuk.edu.tr

Abstract

The superior mechanical properties of TRIP steels are resulted from the martensite transformation of the retained austenite in the microstructure during deformation. C is one of the main alloying elements used in TRIP assisted steels. The selection of appropriate alloying elements is crucial for achieving the desired microstructure and mechanical properties. Carbon has a very strong solid solution hardening effect and to achieve for the desired strength levels needs sufficient carbon. In researches on TRIP assisted steels, it has been found that every increase 0.1 % weight of the carbon content increases the tensile strength up to 100 MPa. For this reason, for the appropriate alloy design the effect of different alloying elements is analyzed on the transformation behavior of the steels. In this study, the steel composition with different C content was carried out a two-step heat treatment process to produce TRIP structure, the effect of C content on microstructure mechanical properties was investigated.

Keywords: TRIP steels, Mechanical properties, Carbon

THE EFFECT OF THE ELECTRODE TYPE ON TENSILE PROPERTIES OF THE RESISTANCE SPOT WELDED JUNCTIONS OF DP STEEL

Hüseyin KARAKUŞ^a, Bilge DEMİR^b, Öznur DİNCEL^c

^aKarabuk University, Karabuk, Turkey, E-mail: hsyn_krks@windowslive.com

^bKarabuk University, Karabuk, Turkey, E-mail: bdemir,@karabuk.edu.tr

^cKarabuk University, Karabuk, Turkey, E-mail: oznurdincel@karabuk.edu.tr

Abstract

In this study, the effect of different electrode tip types constant on tensile properties of the junctions of the DP 600 sheet steel welded by Resistance spot welding (RSW) have been investigated. Resistance welded samples have been obtained by using constant pressure, weld time and weld current with four different electrodes. Thus, depending on changing electrode type it could be provided different nugget size with welding parameters at constant weld parameters. RSW samples have been performed tensile test. That Electrode tip types result in changing of the contact, weld current density and electrical yield is very important on Junctions of the RSW at constructional design and body in white producing for modern automobile.

Keywords: DP steel, RSW, tensile properties, Electrode type

SOL-GEL BIOACTIVE COATINGS ON B-TYPE TITANIUM ALLOYS FOR IMPROVEMENT OF BIOCOMPATIBILITY: CELL CULTURE RESPONSE

Mehmet TAŞPINAR^{a*}, Mehmet TOPUZ^a, Serap G. KOÇ^a, Burak DİKİCİ^b, Veysel Yüksek^a, Mitsuo NIINOMI^c, Masaki NAKAI^d

^{a*} Van Yüzüncü Yıl University, Van, Turkey, mtaspinartr@gmail.com, mehmettopuz@yyu.edu.tr, serapgunor@yyu.edu.tr, veyselyukse@yyu.edu.tr

^b Atatürk University, Erzurum, Turkey, burakdikici@atauni.edu.tr

^c Tohoku University, Nagoya, Japan, niinomi@imr.tohoku.ac.jp

^d Kindai University, Osaka, Japan, nakai@mech.kindai.ac.jp

Abstract

When an implant placed into the human body within a short period resulted in insufficient strength and/or surface damage due to deterioration brings many adversities in terms of patient health. Biomaterial surfaces are in direct contact with living tissue in the body and the response of the tissue to the implant depends on the surface properties. Metallic-based biomaterials with good mass properties and at the same time appropriate surface characteristics for clinical applications are very rare circumstances. Therefore, surface coating of metallic implants offers alternative applications in order to improve the biocompatibility and corrosion properties. However, systematic researches about the development of the biocompatibility of the materials have not been completed yet, and these limits are the biggest obstacle in the surgical applications of the implants. Biocompatibility tests evaluate the likely potential biological effects of newly produced substances and materials before using in living organisms. These tests carry out to evaluate the effect of candidate implants products on cells, tissues and organs in terms of physiological and pathological. The most common of biocompatibility tests are cytotoxicity (such as MTT, XTT, and ATP assay) and genotoxicity tests (such as SCE, micronucleus, comet assay). The chemical structure, shape, size, likely biological effects and aim of developing of candidate product determine which tests carry out and application process of tests. Titanium (Ti) and its alloys are the most popular metallic implant using in biomedical applications. The alloys can be used in screw, plate, pin or various forms in human body. In this study; cell culture response of hydroxyapatite/metal oxide bioactive coatings have been discussed with several cellular experiments as comparatively. It was showed that all scientific disciplines for successful production must work together from the production of implant materials to evaluation of results.

Keywords: Titanium alloys; Cytotoxicity; Cell culture; Biocompatibility.

INVESTIGATION OF Al-NaCl AND Fe-NaCl RATIOS IN OPEN PORE STRUCTURES

Yusuf Er^a

^aFirat University, School of Aviation, Dept. of Airframe and Powerplant, Elazig, Turkey, yusufer@firat.edu.tr

Abstract

In this study, the open pore structure samples were produced using Al-NaCl and Fe-NaCl powders with the method of spacer materials. Powders were prepared by mixing for 5 hours in three different volumetric ratios and were compacted in three different compression parameters. Then sintered at 600 ° C and 1000 ° C for 1 hour respectively. NaCl powders in the samples were dissolved in pure alcohol bath to obtain open-pored samples. The densities and micro images of the samples were examined using Archimedes principle and microscope.

As a result, it was observed that the samples with low and medium volumetric metal powder ratios and compression parameters dispersed by not forming atomic bonds, whereas the samples with high volumetric metal powder ratios and high compression parameters formed open porous structure by forming atomic bonds.

Keywords: Open pore structure, Spacer particles, volumetric ratio

THE SELECTION OF MATERIAL TO USE IN SPOILER DESIGN BY MULTI-CRITERIA DECISION METHOD

Bilal DEMIREL^a, Ercan SENYIGIT^b, Nursena ULUER^a, Serkan KILICTEK^a, Fehim SARUHAN^a, Emre Can SIMSEK^a

^a Erciyes University, Department of Material Science and Engineering, TURKEY
bilaldemirel@erciyes.edu.tr

^b Erciyes University, Department of Industrial Engineering, TURKEY
senyigit@erciyes.edu.tr

Abstract

The most appropriate decision is the fundamental issue that science and engineering have been trying to solve. The problem of determining the best alternative to more than one criterion from multiple alternatives is called the multi-criteria decision making problem. Material selection problem is a kind of multi-criteria decision making problem. There are numerous multi-criteria decision making methods in the literature. The Analytical Hierarchy Process (AHP) method was used in our study. The AHP method has many field applications from marketing to management to economics policy. The selection criteria of the material to be used in the spoiler construction are density, dielectric constant, yield strength and maximum service temperature criterion. The alternative materials used in production of spoiler are ABS, PEEK, SILICONE, CARBON FIBER, POLYAMIDE. As a result of the analyzes made, it was determined that POLIAMID (0.3844) is the best material alternative to be used in spoiler design. As a result of our work, it is recommended not to use PEEK (0.1368) material in spoiler construction.

Keywords: Multi-criteria decision making, AHP, Material selection, Design, Spoiler.

Sn_{91.2-x}-Zn_{8.8}-Ag_x ALAŞIMLARININ TERMO-ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

M. Şahin*, E. Çadırlı

*ÖmerHalisdemirÜniversitesi, TeknikBilimlerMeslekYüksekokulu, ElektronikveOtomasyonBölümü, Niğde,
TÜRKİYE
ÖmerHalisdemirÜniversitesi, Fen-EdebiyatFakültesi, FizikBölümü, Niğde, TÜRKİYE
E-mail: msahin@nigde.edu.tr

Özet

Sn_{91.2-x}-Zn_{8.8}-Ag_x alaşımları (x= ağı. % 0.15-10.0) farklı katılaştırma şartlarında Bridgman tipi doğrusal katılaştırma fırınında yukarı yönlü doğrusal katılaştırıldı. Alaşımların sıcaklığa bağlı olarak elektriksel özdirenç ölçümleri (ρ) dört nokta yöntemi ile yapıldı ve özdirenç sıcaklık katsayıları (α) hesaplandı. Alaşımların kompozisyon analizleri EDX analizi ile yapıldı. DSC analizi yapılarak entalpi (ΔH) ve özısı (ΔC_p) değerleri belirlendi. Termal iletkenlik (K) değerleri Wiedemann-Franz denkleminde hesaplandı. Deneysel sonuçlardan, elektriksel özdirenç ağı. % 3.0 Ag katkı miktarına kadar arttığı, Ag katkı miktarının daha fazla artmasıyla birlikte azaldığı tespit edildi. Ayrıca, Ag miktarının artmasıyla entalpi ve özısı değerlerinin azaldığı belirlendi. Bu çalışmadan elde edilen deneysel sonuçlar Sn-Zn-Ag alaşımlarına ait literatür sonuçlarıyla karşılaştırıldı.

Anahtar kelimeler: Doğrusal katılaştırma, elektriksel özdirenç, termal iletkenlik, entalpi, özısı.

CALCIUM FERRITE FOULING IN FLUIDIZED BED COAL BOILER – THE EFFECT OF SILICA CONTENT IN FLY ASH

Yıldırım İ. Tosun 1^a

^{1a} Şırnak University, Engineering Faculty, Şırnak, E-mail:yildirimosun@sirnak.edu.tr

Abstract

Calcium-ferrite and silicate formations are widely observed as an traditional fly ash silicate in coal combustion in fluidized bed boilers. The common interest in these fouling arises from their high capacity to absorb volatile alkali matters such as sodium and potassium while presenting wide, homogeneous melting surface alkali silicates when mixed with reduced ferrite matter. These aspects partly solve troublesome calcium ferrite fouling during the combustion in the fluidized boiler and converting of fly ash high viscous matter on silicate surfaces at 900-1100°C boiler walls and reduce heat transfer into boiler exchanger.

In this study regarding the kinetic aspects of calcium ferrite silicate and the effect of CO/CO₂ rate and pyrite content on calcium ferrite were determined. In the systems CaO-FeO-Fe₂O₃ and CaO-FeO_x-SiO₂, most of the data were discussed for ferrite formation at defined surface temperatures. Test information provided the activity of components at 1,273 K and 1,373 K for the phase relations of the CaO-FeO-Fe₂O₃ the CaO-Fe₂O₃-SiO₂ and CaO-FeO-SiO₂ systems under air atmosphere and in equilibrium.

Keywords: Calcium ferrite, fouling silicate, fly ash silicate, fluidized bed boilers

COMPARISON AND STUDY OF THE EFFECT OF DIFFERENT STORAGE METHODS ON THE THERMAL INSULATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF LIGHT BLOCKS WITH HYDROPHOBIC SILICA AEROGEL AND FLY ASH

Issra Al ZAIDI^a, Bilal DEMİREL^a, Cengiz Duran ATİŞ^b

^a Erciyes University, Faculty of Engineering, Department of Material Science and Engineering, TURKEY
bilaldemirel@erciyes.edu.tr

^b Erciyes University, Faculty of Engineering, Department of Civil Engineering, TURKEY
cdatis@erciyes.edu.tr

Abstract

In this paper, three different methods of storage were conducted for specimens; aerogel replacement (60% vol.) of sand and flyash replacement by 50%. The results indicated that the best storage method used was to place the specimens in water for a week and leave them exposed to air until the end of the required period of 28 days. The values of compressive strength for second method were higher than the first method up to 12% and higher than the third method about 7%. For thermal insulation, the first method was with the lowest values were ranged between the Highest and lowest ratio ranged between (27.5 -11.6%) of the third method followed by the second method in which less than the third about ratio between the Highest and lowest ratio (23.3-7.4 %)

Keywords: Heat insulation, aerogel, nano silica, fly ash.

This investigation was financially supported by the research fund of the Erciyes University (FYL-2016-6997).

ÖTEKTİKÜSTÜ Sn-3Cu ALAŞIMINDA MİKRO SERTLİK VE TERMO-ELEKTRİK ÖZELLİKLERİN İNCELENMESİ

E. Üstün^a ve E. Çadırılı^b

^aRemide Yılmaz Atabek Anadolu Lisesi, Niğde, Türkiye, E-mail: erkanustun_07@hotmail.com

^bNiğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Niğde, Türkiye, E-mail: ecadirli@gmail.com

Özet

Sn-3Cu ötektiküstü alaşımı, Bridgman tipi büyüme cihazında sabit bir sıcaklık gradyentinde (4.24 °C/mm) farklı büyüme hızlarında (2.24-133.33 µm/s) ve sabit büyüme hızında (7.64 µm/s) farklı sıcaklık gradyentlerinde (4.24-8.09 °C/mm) yukarı yönde doğrusal olarak katılaştırıldı. Doğrusal olarak katılaştırılan numunelerin mikrosertlik ölçümleri, mikro sertlik test cihazı kullanılarak elde edildi. Mikrosertliğin (HV) büyüme hızına (V) ve sıcaklık gradyentine (G) bağlılığı analiz edildi. Bu sonuçlara göre, G ve V değerlerinin artmasıyla HV' nin arttığı bulunmuştur. 300-500K sıcaklık aralığında döküm numunesinin elektriksel özdirenci (ρ) ve elektriksel iletkenlik (σ) değerleri standart dc dört-nokta tekniği kullanılarak ölçülmüştür. Sn-3Cu ötektiküstü alaşımı için Lorenz katsayısının (L) sıcaklık ile değişimi ölçülen elektriksel iletkenlik (σ) ve hesaplanan ısı iletkenlik (K) değerlerinin kullanılmasıyla belirlenmiştir. Buna ilaveten aynı alaşım için erime entalpisi (ΔH) diferansiyel tarama kalorimetresi kullanılarak tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: mikrosertlik, elektriksel özdirenç, elektriksel iletkenlik, ısı iletkenlik, entalpi

OTOMOTİVDE KULLANILAN ULTRA YÜKSEK MUKAVEMETLİ SAC METAL MALZEMELERİN ILIK ŞEKİLLENDİRİLMESİNDE ŞEKİLLENDİRME SICAKLIK ARALIĞIN TESPİTİ

Nuri ŞEN^a, İlyas UYGUR^b, Yakup Okan ALPAY^c

^a IMSTEC'17, Düzce, Türkiye, E-posta: nurisen@duzce.edu.tr

^b IMSTEC'17, Düzce, Türkiye, E-posta: ilyasuygur @duzce.edu.tr

^c IMSTEC'17, Düzce, Türkiye, E-posta: yakupalpay@duzce.edu.tr

Özet

Otomotiv sektöründe yeni bir yaklaşım olan araç ağırlığını azalmanın yanında kaza anında daha az hasar alacak mukavemeti yüksek sac metal malzemeler için otomotiv sacı üreticileri yeni nesil çelikler üretmeye başlamışlardır. Bu üretilen yüksek ve ultra yüksek mukavemetli sac metal malzemelerin (HSS ve AHSS) şekillendirilebilirlik kabiliyetlerinin düşük olması kullanılabilirliğini kısıtlamakta ve daha sınırlı yerlerde kullanılmaktadır. Bu tür malzemelerin şekillendirebilirlik kabiliyetini artırmanın bir yolu olarak ılık şekillendirme prosesi kullanılabilir. Bu nedenle şekillendirme aşamasına geçmeden önce kullanılacak malzemenin şekillendirebilirlik sıcaklık aralığının belirlenmesi gerekmektedir. Bu çalışmada yeni nesil sac metal malzemelerin şekillendirebilirlik sıcaklık aralığı tespit edilebilmesi için 300, 400, 500, 600 ve 700°C lere çekme testleri yapılmıştır. Bu testler sonucunda elde edilen grafiklerden şekillendirme sıcaklık aralığı 300 ile 400°C aralığında olduğu belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler : AHSS, Ilık Şekillendirme, Şekillendirme Sıcaklık Aralığı

ELECTRICAL AND OPTICAL CHARACTERISTICS OF AU/PTB7:PCBM/N-SI HETEROJUNCTION SCHOTTKY BARRIER DIODE

H. Muzaffer ŞAĞBAN^{a,*}, Tuğba ÖZDEMİR^a, Özge TÜZÜN ÖZMEN^{a,b}

^aDepartment of Physics, Düzce University, 81620 Düzce-TURKEY

^bDÜTEM, Düzce University, 81620 Düzce-TURKEY

Abstract

In this study, gold/poly[[4,8-bis[(2-ethylhexyl)oxy]benzo[1,2-b:4,5-b']dithiophene-2,6-diyl][3-fluoro-2-[(2-ethylhexyl)carbonyl]thieno[3,4-b]thiophenediyl]]: [6,6]-Phenyl C61 butyric acid methyl ester/n-Si (Au/PTB7:PCBM/n-Si) metal-polymer-semiconductor (MPS) Schottky barrier diode (SBD) was fabricated by spin coating method. The current-voltage (I-V), capacitance-voltage (C-V) and conductance-voltage (G/w-V) measurements were performed to investigate the electrical characteristics of Au/PTB7:PCBM/n-Si MPS SBD. The C-V and G/w-V measurements were carried out in the frequency between 10kHz and 2MHz and voltage from -10V to +10V. The C-V and G/w-V measurements were used to determine the frequency and voltage dependent series resistance (Rs) while the frequency dependent interface states (Nss) distribution profile were also obtained from C-V and G/w-V measurements. Temperature dependent current-voltage (I-V) characteristic of MPS SBD was studied in the temperature range of 70-300K to investigate temperature dependent ideality factor (n) and effective barrier height (Φ_b). Additionally, surface morphology of MPS SBD was investigated by Scanning Electron Microscope (SEM) and Atomic Force Microscope (AFM). The optical characteristics of PTB7:PCBM organic thin film on glass substrate was studied by UV-VIS spectrometer which was used for the absorption and transmission measurements in the wavelength range of 200-1200nm.

Keywords: PTB7:PCBM organic blend, Heterojunction Schottky barrier diode, Thin film, Electrical and optical characteristics, Temperature dependency

IMPROVE SUPER THERMAL INSULATION OF LIGHT CONCRETE BLOCKS USING AEROGEL AND ENHANCED BY NANO SILICA

Issra Al ZAIDI^a, Bilal DEMİREL^a, Cengiz Duran ATIŞ^b

^a Erciyes University, Faculty of Engineering, Department of Material Science and Engineering, TURKEY
bilaldemirel@erciyes.edu.tr

^b Erciyes University, Faculty of Engineering, Department of Civil Engineering, TURKEY
cdatis@erciyes.edu.tr

Abstract

The main objectives of this paper are to obtain the minimum thermal insulation possibility for the concrete blocks while reducing the amount of cement used for the least possible percentage. In addition, maintaining the mechanical properties required by replacing the cement with lighter and cheaper materials such as fly ash was added by (40%) of cement and silica was 10% substitution of cement and Nano silica were substituted and varied from (1,2,3,5 wt.%) of cement. As for sand, the amount of 60% of sand were partially replaced with aerogel and without sand. Excellent results were obtained with no sand contribution including reduction of Bulk Density limits (17% - 23.35%) also thermal conductivity is reduced by 58% of reference, with compressive strength ranged between (20.90 - 56.14) MPa for 28 day, indicating the adequate level of mechanical properties.

The most obvious finding to emerge from this study is that a lighter sample with no sand replacement contributed to the lowest thermal insulation reduction by 58% of the reference sample and reduction in density to 22.8%, with a compressive strength reduced about 27.11 MPa for 28 day.

The improved lighter blocks with super insulation performance using aerogel have a good probability of decreasing building energy consumption by heating and cooling and enhancing indoor comfort with reducing mold and condensation on the building walls.

Keywords: Heat insulation, aerogel, nano silica, fly ash.

This investigation was financially supported by the research fund of the Erciyes University (FYL-2016-6997).

USAGE OF PUMICE STONE IN THE PRODUCTION OF NOISE INSULATION MATERIALS

Serkan Sahinkaya

Nevsehir Haci Bektas Veli University, Nevsehir, Turkey, E-mail: serkansahinkaya@nevsehir.edu.tr

Abstract

Pumice stone is a very light and porous volcanic rock formed when a gas-rich froth of glassy lava solidifies. It can be used as building materials in the construction industry. Its porosity is an important advanced for the production of insulation materials. In this study, the usage of pumice stone is experimentally investigated and it was seen that the noise materials including pumice stone can be effectively used for noise insulation in internal and external insulation.

Keywords: Insulation, noise, pumice stone.

METAL ENJEKSİYON KALIPLAMA YÖNTEMİ İLE TİTANYUM ESASLI VİDALI KEMİK İMPLANT ÜRETİMİ İÇİN BESLEME STOKUNUN GELİŞTİRİLMESİ

*Levent URTEKİN

*Ahi Evran Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Türkiye, levet.urtekin@ahievran.edu.tr

Özet

Bu çalışma; vidalı bir kemik implantının toz enjeksiyon kalıplanması için su bazlı bağlayıcı yardımıyla besleme stokunun hazırlanması ve reolojik özelliklerinin deneysel olarak araştırılmasını gerçekleştirilmiştir. Ticari olarak gizli tutulan ve hazır temin edilen besleme stokları bu çalışmada deneysel olarak elde edilmiştir. Enjeksiyon kalıplama sırasında besleme stoklarının akış özelliklerinin (viskozite, erime akış indeksi, kayma hızı) belirlenmesi için özel bir reçete ile besleme stokları deneysel olarak hazırlanmıştır. Daha sonra besleme stokları bir ekstuderden (reomtre) geçirilerek sıcaklık-viskozite değişimi, erime akış indeksi değerleri ve en uygun toz-bağlayıcı oranı elde edilmiştir. Ortalama 13.4 mikron büyüklüğündeki Ti-6Al-4V alaşım tozlarının PEG8000/PP/SA bağlayıcı sistemi homojen olarak karışımı sonucu granülleşmiştir. Ekstruderden geçirilen besleme stokları sonucunda hacimce %60 oranında toz yüklemesi gerçekleşmiştir. Viskozite değeri 72–1001 Pa.s, erime akış indeksi değeri 261–1888 g/10 dak. ve akış tipi ise psodö-plastik olarak belirlenmiştir. Reoloji çalışmaları neticesinde su bazlı bağlayıcı sisteminin Titanyum enjeksiyon kalıplama için uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: metal enjeksiyon kalıplama, reoloji, besleme stoku

Not: Bu çalışma TÜBİTAK 114M766 numaralı proje ile gerçekleştirilmiştir.

DEVELOPMENT OF FEEDSTOCK FOR TITANIUM BASED BONE IMPLANT PRODUCTION BY METAL INJECTION MOLDING METHOD

Abstract

This work; the preparation of the feedstock and the rheological properties of the feedstock were experimentally investigated using a water-based binder for powder injection molding of a screwed bone implant. Feedstocks that are kept commercially confidential and are readily available are experimentally obtained in this study. Feed stocks were experimentally prepared with a special recipe to determine the flow properties (viscosity, melt flow index, shear rate) of feed stocks during injection molding. The feed stocks were then passed through an extruder (rheometer) to obtain temperature-viscosity change, melt flow index values and optimum powder-binder ratio. The PEG8000/PP/SA binder system of Ti-6Al-4V alloy powders of an average size of 13.4 microns homogenously blended with the resultant granulate. As a result of the feedstocks passed through the extruder, 60% by volume of dust loading occurred. Viscosity value 72-1001 Pa.s, melt flow index value 261-1888 g/10 min. and flow type is determined as pseudo-plastic. As a result of the rheology studies it was concluded that the water based binder system is suitable for Titanium injection molding.

Keywords: metal injection molding, rheology, feedstock

INFLUENCE OF NONIONIC SURFACTANTS ON THE MORPHOLOGY OF SnO₂ NANOPARTICLES AND INVESTIGATION OF THEIR GAS SENSING PROPERTIES

Filiz Boran^a and Sevil Çetinkaya^b

^a Hitit University, Chemical Engineering Department, Çorum, TURKEY, E-mail: filizbektas@hitit.edu.tr

^b Cumhuriyet University, Chemical Engineering Department, Sivas, TURKEY, E-mail: cetinkaya.sevil@gmail.com

Abstract

Tin oxide (SnO₂) nanoparticles were synthesized by hydrothermal method in presence of nonionic surfactant. Tin (II) chloride hydrate as an inorganic precursor, poly(vinyl prolidon) (PVP) and poly(ethylene glycol) (PEG) as nonionic surfactants were used. The structure, morphology and elemental analysis of SnO₂ nanostructure were analyzed by field emission scanning electron microscopy (FESEM), transmission electron microscopy (TEM), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS), X-ray diffraction (XRD) and Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. These results suggest that nonionic surfactants influence the formation of SnO₂ planes and particle distribution. The nanoparticles size with 18.7 and 16.4 nm were obtained by using PVP and PEG, respectively. Also, good particle distribution with minimal particle accumulation was achieved by using PEG. It was seen that while SnO₂ nanorod was obtained by using PVP, the shapes of SnO₂ nanoparticles were achieved as nanorectangles, nanopentagons and nanohexagons by using PEG. The gas sensing properties of the obtained samples to the vapors of various Volatile Organic Compounds (VOC), such as Ethanol, Methanol, Chloroform, Toluene and Acetone were also investigated at room temperature. The prepared SnO₂ nanoparticles exhibited high detection performances for methanol. The nanocomposites could be used as sensor material for methanol.

Keywords: Nanoparticle, tin oxide, nonionic Surfactant.

THE EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF POROUS TiNbZr ALLOY

Mehmet Kaya¹, Fahrettin Yakuphanođlu², Ömer Çakmak³

¹Adıyaman University, Engineering Faculty, Metallurgy and Material Engineering Department, 02040 Adıyaman, Turkey, mehmetkaya75@hotmail.com

²Fırat University, Science Faculty, Physics Department, 23100 Elazığ Turkey, fyhan@hotmail.com

³Gebze Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kocaeli, Türkiye, omrcakmak@outlook.com

Abstract

In the present study, Ti-based porous TiNbZr biomaterials were fabricated by traditional powder sintering at different temperatures. The porosity of the alloy can be controlled with adding ammonium bicarbonate in to metal powders, and thus porous samples close to natural bone can be fabricated. Also mechanical properties of samples can be controlled with porosity and adding of Nb and Zr elements in to Ti. β -phase Ti alloy occurs with use of Nb and Zr, and so elastic module of the alloy decreases according to α -phase. An implant having lower elastic module doesn't cause wear of bone.

Keywords: TiNbZr alloy, Powder metallurgy, Mechanical property, Biomaterials

THERMODYNAMICS OF SHAPE MEMORY ALLOYS

ŞEKİL HATIRLAMALI ALAŞIMLARIN TERMODİNAMİĞİ

Ömer Çakmak^{a*}, Mehmet Kaya^b

^aGebze Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Kocaeli, Türkiye, omrcakmak@outlook.com

^bAdıyaman Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Adıyaman-Türkiye, mehmetkaya75@hotmail.com

Özet

Şekil Hatırlamalı Alaşımlar (ŞHA), uygun ısı veya mekanik etkilere maruz kaldıklarında önceki şekil ya da boyutuna dönebilme özelliğine sahiptirler. ŞHA'daki şekil değişimi mikro ve makro yapılar arasındaki faz dönüşümü ile ilgilidir. Bu faz dönüşümleri malzemenin yapısında meydana gelen ısı ve enerji değişiminden kaynaklanmakta ve termodinamik yasalara uymaktadır. Bu çalışmada şekil hatırlama olayının temelini oluşturan martensitik faz dönüşümünün termodinamiği ve şekil hatırlama olayının mekanizması anlatılmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Şekil hatırlamalı alaşımlar, Martensitik faz dönüşümü, Termodinamik

Abstract

Shape Memory Alloys (SMA), have the ability to return to their previous shapes or sizes when exposed to appropriate thermal or mechanical influences. The shape change of SMA is related to the phase transformation between micro and macro structures. These phase transformations conform thermodynamic laws and are caused by heat and energy changes occurring in the structure of the material. In this work, the thermodynamics of the martensitic phase transformation which is the basis of the shape memory phenomenon and the mechanism of the shape memory phenomenon are explained.

Keywords: Shape memory alloys, Martensitic phase transformation, Thermodynamics

ANTIBACTERIAL PROPERTIES OF ELECTROSPUN POLYETHYLENE TEREPHTHALATE/TOURMALINE NANOFIBROUS MATS

POLİETİLEN TEREFTALAT /TURMALİN NANOLİFLİ YÜZEYLERİN ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİKLERİ

Şerife ŞAFAK^a and Esra KARACA^b

^aTextile Engineering Department, Namık Kemal University, Tekirdağ, Turkey, E-mail: ssafak@nku.edu.tr

^bTextile Engineering Department, Uludağ University, Bursa, Turkey, E-mail: ekaraca@uludag.edu.tr

Abstract

Tourmaline is a gem-quality boron silicate mineral. Tourmaline crystals are one of the rare minerals with piezoelectric and pyroelectric properties. Therefore, tourmaline can be used in production of electronic, smart and medical materials. The nanofibrous mats have great potential in many application areas due to their superior properties such as high specific surface area, high porosity, and small pore size. In the literature, there are a few studies about tourmaline addition into polymeric fiber/nanofiber structures. In this study, polyethylene terephthalate (PET) nanofiber mats containing tourmaline powder were produced by electrospinning method in order to investigate the influence of tourmaline additive on antibacterial properties. The nanofiber mats were characterized by SEM, EDX and FTIR analyses. Antibacterial activity against *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli* was studied. It was concluded that the PET/Tourmaline nanofibrous mats show antibacterial effect against both *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*.

Keywords: *Electrospinning, Nanofiber, PolyEthylene Terephthalate, Tourmaline, Antibacterial Activity*

Acknowledgements

This study was supported by Namık Kemal University Scientific Activities Participation Support Programme

Özet

Turmalin kıymetli taş statüsüne sahip bir boron silikat mineralidir. Turmalin kristalleri piezoelektrik ve piroelektrik özelliklere sahip nadir minerallerden biri olup; elektronik, akıllı ve medikal malzemelerin üretiminde kullanılmaktadır. Nanolifli yüzeyler; sahip oldukları geniş yüzey alanı, nano boyutta yüksek gözenekli yapı nedeniyle birçok alanda uygulama potansiyeline sahiptirler. Bu çalışmada; turmalin mineralinin antibakteriyel özelliklere etkisini incelemek amacıyla, turmalin minerali içeren Polietilen tereftalatnanolifli yüzeylerin üretimi yapılmıştır. Nanolifli yüzeyler SEM, EDX VE FTIR analizleri ile karakterize edilmiştir. Antibakteriyel etkinlik testi; *Staphylococcus aureus* ve *Escherichia coli* kullanılarak yapılmıştır. Sonuç olarak PET/Turmalinnanolifli yüzeylerin *Staphylococcus aureus* ve *Escherichia coli*'ye karşı antibakteriyel özellik gösterdiği tespit edilmiştir.

AnahtarKelimeler: *Electrospinning, Nanolif, PolietilenTereftalat, Turmalin, AntibakteriyelAktivite*

Teşekkür

Bu çalışma Namık Kemal Üniversitesi Bilimsel Etkinlikleri Destekleme Programı tarafından desteklenmiştir.

UNDERSTANDING THE STRUCTURAL PROPERTIES OF CdTeSe NANOPARTICLES FOR SOLAR CELL APPLICATIONS

Mustafa KURBAN^{1a} and Iskender MUZ^{2b}

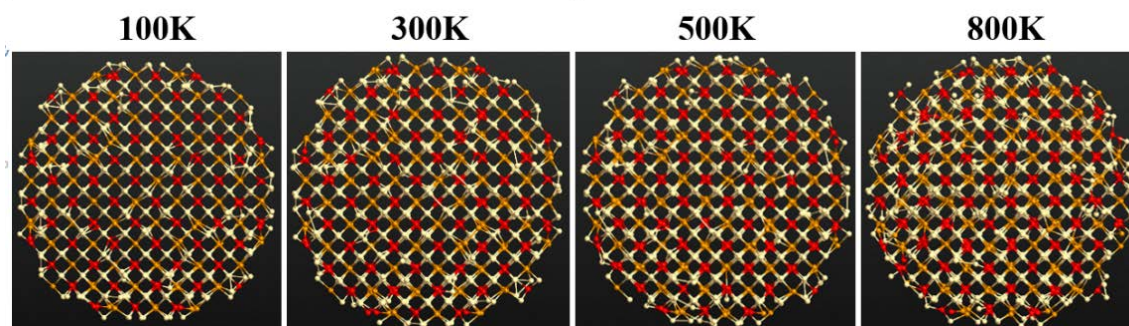
^a Department of Electronics and Automation, Ahi Evran University, 40100 Kirşehir, Turkey,
E-mail: mkurbanphys@gmail.com

^b Department of Science and Mathematics Education, Nevsehir Haci Bektas Veli University, 50300 Nevsehir,
Turkey
E-mail: iskender.muz@nevsehir.edu.tr

Abstract

Recently, ternary alloy CdTe_{1-x}Se_x compounds have received a great deal of attention when compared with binary CdTe, CdSe and ternary CdZnTe compounds because of following reasons: CdTe_{1-x}Se_x ternary alloys meet the requirements of solar cells, photoconductors and thin-film transistor, because its absorption spectra can be adjusted from the blue to the red regions [1-3]. CdTe_{1-x}Se_x ternary alloys has significant potential on the usage of Cd-based compounds for various device applications, especially solar cells, although it is a much less known material than CdZnTe. In this study, BOP is used to investigate the compositional variations of Cd, Te and Se atoms, order parameter (R), radial distribution function (RDF), the potential energy and heat capacity (C_v) of zinc-blende CdTe_{1-x}Se_x spherical-like ternary NPs. Fig. 1 represents the structures of the CdTe_{0.50}Se_{0.50} spherical NP with 2.0 nm at 100 K, 300K, 500 K and 800 K. It is clearly seen that Cd atoms move away from the inner regions of the NPs to the surface regions at high temperature (800 K), thus the deformation of the NP increase depending on temperature.

Keywords: Nanoparticles, Molecular Dynamics Simulations, Radial Distributions Function, Segregation Phenomena



EFFECT OF POWDER CONTENT ON MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS OF FE-CR-B-C COATING ON AISI 1020 COATED WITH PTA WELDING METHOD

Cihan ÖZEL^a and Turan GÜRGENÇ^b

^a Firat University Engineering Faculty, Elazig, Turkey, E-mail: cozel@firat.edu.tr
^b Firat University Technology Faculty, Elazig, Turkey, E-mail: tgurgenc@firat.edu.tr

Abstract

In this study, AISI 1020 steel surface was coated with (%-wt.) 70FeCrC-30FeB and (%-wt.) 50FeCrC-50FeB powder mixture with using plasma transferred arc (PTA) welding method. Coatings were made at three different currents (120A, 140A and 160A) and two different speeds (0.1 m/min. and 0.15 m/min.). The microstructure of the coated samples were characterized by using optical microscope (OM), scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD) and energy dispersive X-ray (EDS). The hardness distribution was measured with microhardness test device. According to the XRD analysis (%wt.) 70FeCrC-30FeB coated samples were consisted of mostly M_7C_3 (M=Cr, Fe) carbide, (Cr, Fe)B, FeB and Fe_2B boride and (%wt.) 50FeCrC-50FeB coated samples were consisted of mostly $M_{23}(C, B)_6$ (M=Cr, Fe) carbide, M_7C_3 (M=Cr, Fe) carbide, (Cr, Fe)B and Fe_2B boride. Surface coating depths were increased as heat input increased. The highest average microhardness value was measured 1096 HV on sample coated with (%wt.) 70FeCrC-30FeB powder mixture at low heat input. At the same heat input values the average microhardness of 50FeCrC-50FeB coatings are higher than the 70FeCrC-30FeB coatings because of increasing FeB ratio.

Keywords: PTA welding, Fe-Cr-B-C coating, Carbide, Boride, Microhardness.

COMPARISON OF THE PYROELECTRIC COEFFICIENTS OF PVDF-TRFE POLYMER AFTER CORONA POLING BY NEEDLE, WIRE AND MULTI-WIRE GEOMETRIES

Aydın Rüßen^a, TunayTansel^b, SelminEnerRüßen^c

^aDept. of Metallurgical and Materials Eng. KaramanoğluMehmetbey University, Karaman, Turkey, aydinrusen@kmu.edu.tr

^bInstitute of NuclearScience, Hacettepe University, Beytepe Campus, Ankara, Turkey, tunaytansel@hacettepe.edu.tr

^cDept. of Energy Systems Eng.,KaramanoğluMehmetbey University, Karaman, Turkey, selminerusen@kmu.edu.tr

Abstract

The corona poling method, which is a non-contact poling technique, has been commonly used for polymerization of piezo-ferroelectric polymers or flexible ferroelectric components for several decades. Previous studies [1-3] of corona poling have noted that poling quality of sample can be impressed by several factors such as needle-sample distance, poling time, poling temperature, DC voltage, number of needle and so on since these factors directly affect the crystal microstructure and orientation of polarization. Conventional corona charging method is performed by a needle or wire combined with a high DC power supply. Although a number of studies have focused on conditions of poling, some of them [2-4] have studied about corona electrode geometry. Besides other factors, electrode geometry plays a very important role on polarization area (discharge field) of the sample. Therefore, in this paper, a silicon wafer evaporated with aluminium and coated with a ferroelectric polymer, selected as PVDF-TrFE due to its convenience in polarization with its molecular structure and its capacity of crystallization, could be poled completely by using three different geometries; a needle, a wire and a newly designed multi-wire (NDMW) corona discharge method. According to the results, it can be inferred that the electrical field except from the region around the wire/needle is too small to produce a significant discharge due to the fact that the effective discharge area in single needle or wire corona electrodes geometry is restricted to very close surrounding area of the wire/needle. On the other hand, acceptable large poling uniformity can be achieved by using NDMW electrode (as seen in Figure 1). Also, it can be concluded that poling efficiency and uniformity can be achieved by using MWE geometry with less than 10% error range.

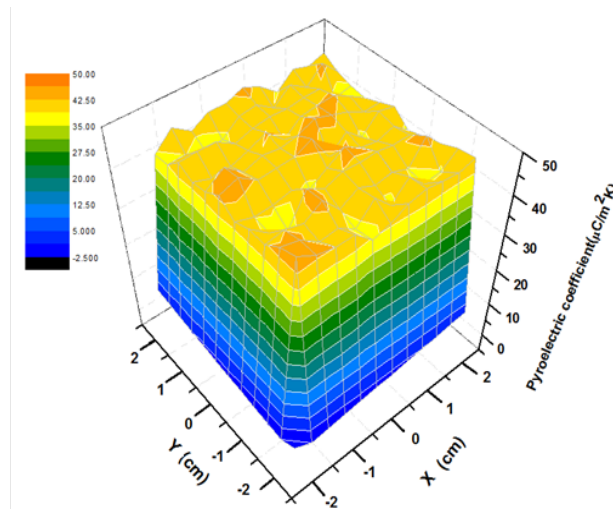


Figure 1. 3-D homogeneity distribution of the pyroelectric coefficient obtained by using NDMW electrode.

Keywords: Pyroelectric Coefficient, PVDF-TrFE, Corona Poling,

References

- [1] J.M. Marshall, Q. Zhang, R.W. Whatmore, Thin Solid Films 516, 4679–4684, 2008.
- [2] S. N. Fedosov and A .E. Sergeeva, Moldavian J. Phys. Sci. 2, 28-31, 2002.
- [3] J. A. Giacometti and O. N. Oliveira, IEEE Trans. Elect. Ins. 27 (5) 924, 1992.
- [4] T. Tansel, S. EnerRusen, and A. Rusen, Rev. Sci. Instrum. 84, 015107, 2013.

NITRIDING OF INCONEL 713 LC SUPERALLOY VIA FLUIDIZED BED

Mine Yucel, Faiz Muhaffel and Huseyin Cimenoglu

Department of Metallurgical and Materials Engineering, Istanbul Technical University, Istanbul, Turkey
mineyucel2@gmail.com, muhaffel@itu.edu.tr, cimenoglu@itu.edu.tr

Abstract

In the present study, feasibility of nitriding a newly developed nickel-based superalloy Inconel 713 LC through nitriding by fluidized bed - which is a gas nitriding technique performed at low temperatures - in N₂-NH₃ atmosphere is investigated. Different nitriding parameters (temperature and time) were applied and their influences on microstructural features, hardness and wear characteristics were revealed. The results showed that low temperature nitriding of Inconel 713 LC via fluidizing bed increased surface hardness up to about 790 HV0.025 and improved the wear resistance about %20 when compared to as-received state.

Keywords: Inconel 713 LC; nitriding; fluidized bed; hardness; wear.

PREPARATION, STRUCTURAL AND MORPHOLOGICAL CHARACTERIZATION OF BISMUTH TITANATE NANO POWDERS

Handan Aydin^a and Cihat Aydin^b

^aDepartment of Metallurgy and Materials Engineering., Faculty of Engineering, Munzur University, Tunceli, Turkey

^bDepartment of Metallurgy and Materials Engineering., Faculty of Technology, Firat University, Elazig, Turkey

Abstract

In the present paper, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ crystals were successfully prepared from nano-sized powders obtained by sol-gel calcination method. For the preparation of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ crystals, bismuth nitrate ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) and titanium butoxide ($\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$) were selected as starting materials, and glacial acetic acid (CH_3COOH) was used as a solvent. The crystalline phase of the synthesized powders has been investigated by X-ray diffraction analysis (XRD). The X-ray diffraction pattern exhibits amorphous nature in the powder before calcinations. A single phase of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ was obtained with the orthorhombic structure after calcining at 750 °C for 2 h. The secondary phases were eliminated and the crystallinity of the as-prepared sample increased only after calcinations. The particle morphology and composition of the ceramic powders was characterized by scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopic (EDS) techniques. The powders were generally sphered in shapes and the average sizes were 63-246 nm. The EDS result reveals that the new compound is composed of Bi, Ti and O elements.

Keywords: Bismuth titanate powders, Synthesis, Characterization, XRD, SEM.

THE RELATIONSHIP BETWEEN ELECTRICITY CONSUMPTION AND CARBON DIOXIDE EMISSION: HIERARCHICAL STRUCTURE METHODS

Seyma Akkaya Deviren^a and Bayram Deviren^b

^a Department of Science Education, Nevsehir Hacı Bektaş Veli University, Nevsehir, Turkey, sadeviren@nevsehir.edu.tr

^b Department of Physics, Nevsehir Hacı Bektaş Veli University, Nevsehir, Turkey, bayram.deviren@nevsehir.edu.tr

Abstract

The increasing increase of greenhouse gas emissions, especially emission, the reason behind the global warming and climate change, is one of the most important issues in the environmental and economical area. The emission is directly linked to the economic growth, which is an important factor in the economy of the world both for production and consumption. Also most of the emissions come from gaseous/liquid/solid fuel consumption, which is an essential source of the automobile and industry that are closely related to the economic development and economic growth. Therefore the inseparable relationship between the emissions and economic growth acts as an important bridge between the economical and environmental policy. On the other hand, there are a number of studies considering the inseparable relationship between the emission and economic growth in recent years. In these studies, different countries, time periods, proxy variables and different methodologies have been used. Therefore the relationship between the CO₂ emission and economic growth has a significant implication for the environmental and economical policies.

In this study, within the scope of sociophysics, the topology, taxonomy and relationships among the 33 countries, which have almost the high CO₂ emission and economic growth values, are investigated by using the hierarchical structure methods, such as the minimal spanning tree (MST) and hierarchical tree (HT), over the period of 1970–2010. The average linkage cluster analysis (ALCA) is also used to examine the cluster structure more clearly in HTs. According to their proximity, economic ties and economic growth, different clusters of countries are identified from the structural topologies of these trees. We have found that the high income & OECD countries are closely connected to each other and are isolated from the upper middle and lower middle income countries from the MSTs, which are obtained both for the CO₂ emission and economic growth. Moreover, the high income & OECD clusters are homogeneous with respect to the economic activities and economic ties of the countries. It is also mentioning mentioned that the Group of Seven (G7) countries (CAN, ENG, FRA, GER, ITA, JPN, USA) are connected to each other and these countries are located at the center of the MST for the results of CO₂ emission. The same analysis may also successfully apply to the other environmental sources and different countries.

Keywords: Electricity consumption, CO₂ emissions, Hierarchical structure methods

PROCESSING ROUTE - PROPERTY RELATIONS OF AISI 304 ALLOY AFTER CONSTRAINED GROOVE PRESSING

Zeynel Guler^a and Guney Guven Yapici^a

^aOzyegin University, Istanbul, Turkey, E-mail: guven.yapici@ozyegin.edu.tr

Abstract

This work is focused on the processing of 304 stainless steel using various constrained groove pressing routes. The enhancement of mechanical properties after each pass was compared for each route. The routes with improved mechanical conditions were discerned through the evaluation of the tensile strength, hardness and microstructural refinement. As expected, significant increase in hardness and tensile strength values were observed after the initial passes whilst the following passes demonstrated relatively less increase. Although a moderate level of refinement was achieved for all passes, considerable improvement in mechanical performance was shown. The route providing the highest performance revealed a hardness of 432 Hv and a more than two-folds increase in the yield strength accompanied by a tensile strength over 900 MPa.

Keywords: Grain Refinement, Stainless Steel, Constrained Groove, Strength

NİKELCE ZENGİN NİTi ALAŞIMININ FAZ DÖNÜŞÜM DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

^aMehmet Kaya, ^bTuğba Yıldız Saygılı, ^cÖmer Çakmak

^aAdıyaman Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 02040 Adıyaman-Türkiye mehmetkaya75@hotmail.com

^bAdıyaman Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksek Okulu, Makine Bölümü Bölümü, 02040 Adıyaman-Türkiye tsaygili@adiyaman.edu.tr

^cGebze Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kocaeli, Türkiye, omrcakmak@outlook.com

Özet

NiTi alaşımı üstün biyouyumluluk özelliği, korozyon dayanımı ve şekil hatırlama davranışları gibi özelliklerinden dolayı yaygın bir kullanım alanı oluşturmaktadır. Alaşım içerisindeki Ni oranı alaşımın özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Nikelce zengin NiTi alaşımındaki Ni oranı ısı-ışıl işlem ve yaşlandırma ile değiştirilebilmekte ve dolayısıyla alaşımın özellikleri de değiştirilebilmektedir. Bu çalışmada Ni-49.2Ti alaşımının faz dönüşüm özellikleri ve aktivasyon enerjileri ısı-ışıl işlem ve yaşlandırma yapıldıktan sonra DSC analizleri ile incelendi.

Anahtar Kelimeler: NiTi, Şekil hatırlamalı alaşımlar, Faz dönüşümleri

THE INVESTIGATION OF PHASE TRANSFORMATION BEHAVIOURS OF NICKEL-RICH NiTi ALLOY

Abstract

NiTi alloy has a wide range of applications due to its superior biocompatibility, corrosion resistance and shape memory behaviour. Ni content in the alloy significantly affects the properties of the alloy. The nickel content in nickel-rich NiTi alloy can be changed by heat-treatment and aging, and thus the properties of the alloy can be changed. In this study, phase transformation properties and activation energies of Ni-49.2Ti alloy were investigated by DSC analysis after heat treatment and aging.

Keywords: NiTi, Shape memory alloys, Phase transformation

THE EFFECT OF REINFORCED GRAPHENE-BORON NITRIDE NANOSHEETS TOGETHER ON PROPERTIES OF COMMERCIAL ZnO

Seval Hale Güler^a, Ömer Güler^a

^a Metallurgical and Material Eng. Dept., Mersin University, Mersin, Turkey

Abstract

Graphene and boron nitride nanosheets exhibit extraordinary electrical and optical properties differently from one another. It is certain that these layers having two different characters effect the properties of ZnO. In this study, graphene and boron nitride nanosheets were reinforced into zinc oxide (ZnO) and the changes in their properties were investigated. Both graphene and boron nitride nanosheets were synthesized by using liquid phase exfoliation method. The obtained both graphene and boron nitride nanosheets were then reinforced into ZnO at the rate of 0.1, 0.5, and 1 wt % (50 % graphene + 50 % boron nitride nanosheets for ratios). The obtained samples were pelleted and then sintered. The changes in the electrical conductivity depending on the amount of graphene-boron nitride reinforced into ZnO and temperature were investigated. Increases were observed in the electrical conductivities at both higher temperatures and room temperature with increase in the amount of graphene-boron nitride nanosheets. The room temperature electrical conductivity of the 1% graphene-boron nitride nanosheet reinforced sample showed an increase remarkable compared to pure ZnO. With increase in the amount of graphene-boron nitride nanosheet, uv-absorbance properties of samples increase. We think that increasing of absorbance properties relate to increasing graphene amounts. Bandgaps of samples no change significantly with increasing nanosheets amount.

Keywords: ZnO, Graphene, Boron Nitride Nanosheet

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF LEUCITE BASED OPAQUE PORCELAINS FUSED TO METALS FOR DENTAL RESTORATIONS

Gözde Tünaydın^{1,2}, Aylin Ziyilan³, Mücahit Sütçü^{4,*}

¹ Dokuz Eylül University, The Graduate School of Natural and Applied Sciences, 35160 Izmir, Turkey

² Atlas-Enta Dişçilik San. Tic. A.Ş., Izmir, Turkey

³ Dokuz Eylül University, Department of Metallurgical and Materials Engineering, 35160 Izmir, Turkey

⁴ Izmir Kâtip Çelebi University, Department of Materials Science and Engineering, 35620 Izmir, Turkey

*Corresponding Author: (mucahit.sutcu@ikc.edu.tr)

Abstract

The aim of this study was to develop feldspathic based opaque porcelain powder compositions that are used as a metal support porcelain restoration and the first layer applied to the metal surface, to determine their fabrication processes and do their related tests and characterizations. In this study, two different types of frits were produced in order to adjust the thermal expansion coefficient of the opaque porcelain powder with respect to metal substrate. In the preparation of opaque porcelain powder, determination of the composition of the frit types, its production and characterization are of primary importance. For this reason, two different types of frits, one being crystalline (leucite) and the other was amorphous, with different thermal expansion coefficients, were used to adjust the thermal expansion coefficient of the opaque porcelain powder compositions. Besides, the different types of the opacifier oxides that were used in the opaque powder compositions and had the role of masking the metal, and their combinations were investigated in this study. Characterization tests were performed in order to determine the properties (particle size, phase contents, thermal expansion coefficient, opacity) of the developed frit and opaque porcelain powders. Also, the usability of the developed opaque porcelain powders on the application to the metal substrate was tested. Among these produced opaque powders, the selected one powder composition was colored with suitable pigments compared to the commercialized Vita VMK Master opaque powder. In addition, microstructural characterization of the opaque porcelain layers fused to the metal substrate was performed. As a result, different compositions of opaque porcelain powders fused to the metal substrate were developed for dental restorations.

Keywords: Dental porcelain, frit, leucite, opacity, thermal expansion coefficient, microstructure.

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF UNIDIRECTIONAL SOLIDIFIED Al-Si-xNi (X = 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 (WT.)) ALLOYS

Ayşe Yavuz^a and Sevda Engin^b and Uğur Büyük^c

^a Department of Physics, Institute of Science and Technology, Erciyes University, Kayseri, Turkey

^b Department of Energy Systems Engineering, Dumlupınar University, Kütahya, TURKEY

E-mail:sevda.engin@dpu.edu.tr

^c Department of Science Education, Erciyes University, Kayseri, TURKEY
E-mail:buyuk@erciyes.edu.tr

Abstract

In order to investigate the effect of nickel on the microstructure of the Al-Si eutectic alloy, various amounts of nickel were added to the base alloy. Al-12Si-xNi (x = 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5) were prepared in a graphite crucible under vacuum atmosphere. The samples were directionally solidified upward at constant temperature gradient (G=6.50 K/mm) and growth rates (V=16.60 µm/s) by using a Bridgman type directional solidification furnace. The microstructure was observed to be rod Al₃Ni intermetallic and Si flake phases in the matrix of Al from the directionally solidified Al-12Si-xNi samples. The effects of nickel content on the microstructure for Al-Si-Ni alloys were investigated. The results obtained in this work were compared with the previous similar experimental results.

This project was supported by Erciyes University Scientific Research Project Unit Contract No: FBY-12-4143

Keywords: Directional solidification, Aluminum alloy, Microstructure

THE SPECTROSCOPIC STUDY OF HYPERICIN MOLECULE

^aTuba Özdemir Öge, ^bHalil Gökce

^aBartın University, Health Services Vocational School, Bartın, Turkey, E-mail: tozdemir@bartin.edu.tr

^bGiresun University, Vocational School of Health Services, Giresun, Turkey, E-mail: halil.gokce@giresun.edu.tr

Abstract

The spectroscopic analysis of hypericin molecule ($C_{30}H_{16}O_8$) was carried out using FT-IR spectroscopy. Theoretical investigation of the molecular structure, geometric parameters, vibrational wavenumbers, molecular electrostatic potential and the highest (HOMO) and the lowest occupied molecular orbital (LUMO) analyses of the hypericin molecule were theoretically carried out with B3LYP/6-311++ G(d,p) level of Density Functional Theory. The vibrational wavenumbers were found to be agreeable with the experimental data obtained from the spectroscopic analyses and the literature results.

Keywords: Hypericin, Vibrational Spectra, DFT

OPTICAL POWER CALCULATIONS OF OPHTHALMIC LENSES

Tuba Özdemir Öge^a, Firdevs Banu Özdemir^b, Halim Büyüksü^c

^a Bartin University, Health Services Vocational School, Bartin, Turkey, E-mail: tozdemir@bartin.edu.tr

^b Beykent University, Vocational School, Istanbul, Turkey, E-mail: firdevsbanuozdemir@beykent.edu.tr

^c Giresun University, Espiye Vocational School, Espiye, Giresun, Turkey, E-mail: halim.buyuksü@giresun.edu.tr

Abstract

Ophthalmic dispensing constitutes an important part of ophthalmology. Ophthalmic lenses are classified as single vision lenses, segmented multifocal lenses and progressive addition lenses. The measurements of ophthalmic lenses involve lens diameter, base curve, diopter, sagittal depth, plano-convex/concave surface, bi-convex/concave surface, meniscus lens surface, spherical/cylindrical, surface type, edge thickness, optical center, focal point and refractive index. The purpose of this study is to give brief information on spectacle lenses and to make the optical power calculations of the types of ophthalmic lenses in semi-finished and finished forms.

Keywords: Optics, Ophthalmic, Lens, Diopter

PHOTOLUMINESCENT PROPERTIES OF Ce³⁺-ION DOPED Sm₂Ti₂O₇ PYROCHLORE

Erkul KARACAĞLU^a and Esra ÖZTÜRK^a

^aKaramanoglu Mehmetbey University, Faculty of Engineering, Department of Metallurgy and Materials, Karaman, Turkey,
E-mail: ekaracaoglu@kmu.edu.tr

Abstract

Pyrochlore oxides, A₂B₂O₇, are drawing a great deal of attention in many areas of materials science because of their, frequently, unique properties induced by a remarkable chemical and structural flexibility. More over, composition electro neutrality can be achieved by a large combination of cation species A and B with different oxidation states presenting a great variety of physical and chemical properties. Lanthanide titanium oxides with the general formula Ln₂Ti₂O₇ (Ln= rareearth) have emerged as important functional materials due to their interesting thermal, electrical, optical, magnetic and catalytic properties. Although a widerange of pyrochlore-typed titanate compounds (Ln₂Ti₂O₇) have been synthesized and studied from a structural, magnetic and electrical point of view, only few papers have attempted to explain the photoluminescent (PL) properties of these ceramics. In this research, Ce³⁺-iondoped samarium titanate (Sm_{1.98}Ce_{0.02}Ti₂O₇) cubic pyrochlore was synthesized through a high temperature and long-term solid state reaction method under open atmosphere. The thermal analysis (DTA/TG) were carried out to obtain reaction conditions and possible phase formations which could be carried out until 1300 °C. The phase properties were characterized by X-ray diffraction (XRD) which were proved the cubic single phase formation of Sm₂Ti₂O₇ with lattice parameters a=b=c= 10.231 Å and α=β=γ=90°. The PL properties were analysed to obtain excitation, emission and decay time properties by using a PL spectrometer under room temperature (Figure 1.). The PL results showed two different excitation maximums at 368nm that was related with ⁶H_{5/2}→⁴D_{3/2} and at 425 nm that was related with ⁶H_{5/2}→⁶P_{5/2}+⁶M_{19/2} transitions of Sm³⁺-ion. The two different emission maximums which were both excited by two wave lengths at 619nm and 703 nm belong to ⁴G_{5/2}→⁶H_{7/2} and ⁴G_{5/2}→⁶H_{11/2} transitions of the Sm³⁺, respectively.

Acknowledgement: The authors would like to thank TUBITAK (The Scientific and Technological Research Council of Turkey) for the support to the project numbered 114Z438.

Keywords: Titanate pyrochlore, Sm₂Ti₂O₇, Sm³⁺, Ce³⁺, Photoluminescence.

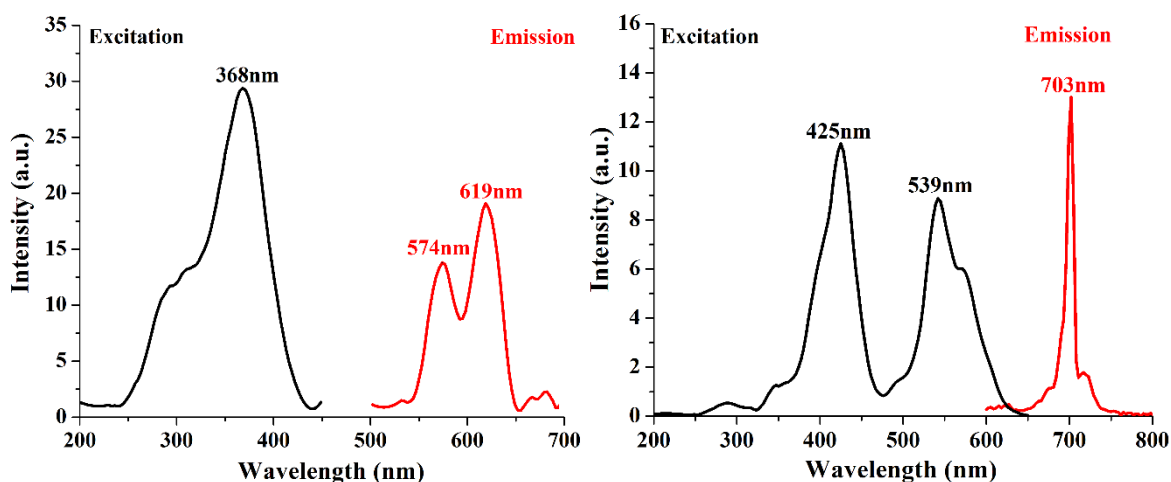


Figure 1. The Photoluminescence analysis results of Ce³⁺-iondoped Sm₂Ti₂O₇ pyrochlore.

MECHANICAL AND ELECTRICAL PROPERTIES OF Ag, Sn AND Zn ADDICTIVE ELEMENTS ON Al-Cu EUTECTIC ALLOY

Aynur AKER^a, Fehmi NAİR^b, İsmail YIDIRIM^c, Hasan KAYA^d

^aFaculty of Education, Department of Computer Instructional Technologies, Siirt University, Siirt, Turkey,
E-mail: aynuraker@hotmail.com

^bFaculty of Engineering, Department of Mechanical Engineering, Erciyes University, Kayseri, Turkey,
E-mail: fnair@erciyes.edu.tr

^cFaculty of Science, Department of Chemistry, Erciyes University, Kayseri, Turkey,
E-mail: ismaily@erciyes.edu.tr

^dFaculty of Education, Department of Science Education, Erciyes University, Kayseri, Turkey,
E-mail: hasankaya@erciyes.edu.tr

Abstract

In this study, the dependency of mechanical and electrical properties of Al-33wt.%Cu-2wt.%x [x=Ag, x=Sn, x=Zn] alloy systems, which were prepared by adding of Ag, Sn and Zn on Al-Cu eutectic alloy, on additive elements were investigated. For this purpose, after ternary alloys of metals in specified ratio prepared by means of melted in vacuum atmosphere, liquid molten alloy was filled in prepared graphite crucible in the casting furnace. Microstructures of the casting samples were photographed by using an optical light microscopy and scanning electron microscopy (SEM). The microhardness (HV) and strain stress (σ) and electrical resistivity (ρ) of each samples have also been measured. The effects of additive elements on microhardness, tensile strength and electrical resistivity values was investigated.

Keywords: Microhardness, Tensile Strength, Directional solidification

EFFECTS OF THE MOLARITY OF THE DEPOSITION SOLUTION COMPOSITION ON CDO FILMS OBTAINED BY ELECTRODEPOSITION

Ayça KIYAK YILDIRIM ^a and Barış ALTIOKKA ^b

^a Bilecik Vocational School of Higher Education, Bilecik Şeyh Edebali University, Bilecik, Turkey, E-mail: ayca.kiyak@bilecik.edu.tr

^b Bilecik Vocational School of Higher Education, Bilecik Şeyh Edebali University, Bilecik, Turkey, E-mail: baris.altiokka@bilecik.edu.tr

Abstract

In this work, polycrystal CdO films have been prepared, electrodeposition process which is called chronoamperometry method. For all of the experiments, deposition temperature was set to 80 ± 2 OC and applied cathodic potential was selected as to be $-0,72$ V . In all experiments, aqueous solutions were saturated by oxygen for 30 minutes. The produced films were annealed at a temperature of 45° OC for half an hour. The influence of the molarity of the deposition solution composition, which ranging from 0,0025 to 0,04 on the morphological and crystal structural CdO thin films were detected. The optical properties of the films were analyzed by using absorbance measurements at wavelengths ranging from 300 nm to 600 nm. The energy band gaps of the films have been computed using Tauc relation. The crystal structures have been realized by X-ray diffractions (XRD) and consequents indicate that all the films have cubic crystal structure. In addition, It was acquired by XRD results that the crystallite sizes of the films are between 31 nm and 45 nm. The morphological characterization of the obtained films were carried out by SEM. SEM results represented that the shape of films is various morphological structures such as slice, cotton-like, polymorphic. Finally, It was clearly withstanding that the band gaps and the crystallite size of the films are dependent on the molarity of the deposition solution composition.

Keywords: CdO, Energy Band Gap, Crystallite Size

THE EFFECT OF CURVATURE AND FOAM PROPERTIES ON IMPACT RESPONSE OF CURVED SANDWICH PANELS WITH GRADED FOAM

Uğur ÖZMEN^a and Buket OKUTAN BABA^b

^a Celal Bayar University, Department of Mechanical Engineering, Manisa, Turkey, E-mail: ugur.ozmen@cbu.edu.tr

^b Izmir Katip Çelebi University, Department of Mechanical Engineering, Izmir, Turkey, E-mail: buket.okutan.baba@ikc.edu.tr

Abstract

Impact response of sandwich panels has been popular investigation topic which researchers have paid attention to. Specifically, curved sandwich panels with graded core are the object of interest nowadays. This study is about the impact response of flat and curved sandwich panels having same face sheets and six different foam arrays. Sandwich panels having AIREX C70 series foam cores and E-glass/epoxy face sheets were manufactured by vacuum infusion method. Steel molds having two different radius of curvature (100 and 160 mm) were used to manufacture the curved panels with graded core. Thicknesses of face sheets and core of uniform panels are 0.75 mm and 15 mm respectively. Three different foam materials having equal thicknesses were used for sandwich panels having graded core. All panels were subjected to impact loading by using a constant energy level of 25 J calibrated by adjusting the height of the hemispherical steel impactor. Results showed that panels with graded foam behaved differently due to the foam layer arrangements and curvature. Impactor having 25 J energy penetrated into the all panels. The impactor broke the upper face sheet and perforated the foam of some panels while it broke the upper face sheet and penetrated into foam of some ones.

Keywords: graded core, impact, sandwich, curved panel.

IMPACT RESISTANCE OF CURVED SANDWICH PANELS WITH DIFFERENT FOAM MATERIALS

Uğur ÖZMEN^a and Buket OKUTAN BABA^b

^a Celal Bayar University, Department of Mechanical Engineering, Manisa, Turkey, E-mail: ugur.ozmen@cbu.edu.tr

^b Izmir Katip Çelebi University, Department of Mechanical Engineering, Izmir, Turkey, E-mail: buket.okutan.baba@ikc.edu.tr

Abstract

This study presents the effect of foam properties on impact response of curved sandwich panels at low velocity impact tests. E-glass/epoxy and three AIREX C70.55, C70.90 and C70.200 PVC foams were selected as face sheets and core for the sandwich composites. Steel molds, having 3 different radius of curvature (100, 125 and 160 mm), were made to manufacture the curved panels. Vacuum infusion was used as a manufacturing method. Thicknesses of face sheets and foam of the panels were 0.75 mm and 15 mm, respectively. Impact tests were conducted using drop-weight machine. 25J constant impact energy was applied to sandwich panels by adjusting the height of the hemispherical steel impactor. Test results showed the importance of the foam properties and curvature on impact response of sandwich panels. 25J energy damaged only upper face sheets of some panels and damaged upper face sheets and core materials of some panels. Thus, this energy provided to evaluate the results with the different approaches. Values of the maximum contact forces of the panels having C70.55 foam cores were the lowest among the panels. Photos after impact tests and contact force/deformation graphics showed that the impactor broke the upper face sheet of the panel, penetrated through core and damaged the lower face sheet. Also results showed that the impactor broke the upper face sheets and penetrated into the cores of the panels having C70.90 and C70.200 cores. It was revealed that increasing foam properties increased the contact forces.

Keywords: sandwich, curved panels, impact response, foam core.

POSTERS/POSTERLER

STRUCTURAL AND NANOHARDNESS BEHAVIOUR OF EXPANDED AUSTENITE LAYERS ON AUSTENITIC STAINLESS STEEL

Refika Dal,¹ Özgün Karataş¹ and Orhan Öztürk²

¹Department of Materials Science & Engineering, Izmir Institute of Technology, Urla 35430, Izmir, Turkey

²Department of Physics, Izmir Institute of Technology, Urla 35430, Izmir, Turkey

Abstract

Austenitic stainless steels are important technological materials. However, they are rather soft materials. In this study, type 316 stainless steel (SS) has been implanted with low energy (700 eV) nitrogen ions at 400 °C substrate temperature in order to harden its surface. Microhardness and nanohardness measurements were carried out on the nitrogen implanted surface and on the nitrogen implanted cross-section under the applied loads ranging from 6 mN to 30 mN. Both microhardness and nanohardness data suggest that the hardness of the N implanted 316 SS significantly increases compared to the hardness of the substrate material (by a factor of 3 to 4). The hardness increase is mainly attributed to the nitrogen expanded austenite phase, the formation of which is verified by $\theta/2\theta$ XRD scans. SIMS profiles suggest concentration-dependent diffusion behaviour for the N implanted layers. Based on SIMS and SEM/EDX data, nitrogen implanted layers are 4-5 micron thick and contains about 30 at.%. In summary, nitrogen ion implantation into 316 SS results in layers, which may have important industrial implications.

Keywords:

Ion implantation, nano indentation, micro hardness, austenite expanded phase, biomaterial.

1. Introduction

Austenitic stainless steels such as 304, 310, 316 SS are used in medical applications such as dental implants, bone plates, stents and prosthesis because of biocompatibility, favorable corrosion and wear resistance [1,2]. However, these steels are rather soft materials.

The field of surface treatment comprises the energetic nitrogen ions bombardment from many methods alternatively. One of the most popular is plasma nitriding [3]. If the application temperature is above 400 °C with precipitation of the CrN which removes Cr from solid solution, take place. For that reason, very hard layers but poor corrosion behavior is obtained [4,5].

The result of the implantation process is that distribution of nitrogen atoms are diffused like a plateau-type shape and this behaviour is peculiar to classical diffusion models. The lattice expansion is occurred because of assembling of nitrogen. This metastable structure is called the S-phase, "expanded" austenite or γ_N [6]. Nitrogen atoms exist within the octahedral or

tetrahedral sites of the fcc-like lattice structures shown in Figure 1 [7].

Topographic property is changed after implantation that surface roughness is increased because of high relief at grain boundaries and slippage within the grain boundaries [1]. For that reason, cross section of nitrogen layer is investigated with nano indentation methods which has sensitive tip.

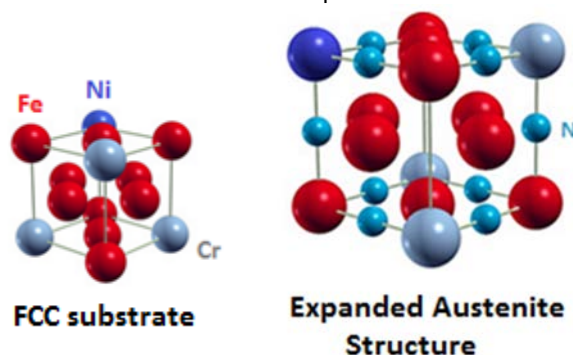


Figure 1. Schematic diagram of fcc- γ (Fe, Cr, Ni) substrate and N atoms on expanded austenite lattice structure.

The aim of this study is to investigate the hardness behavior on the cross section of nitrogen implanted layer at nano level. In addition, micro hardness is performed on the surface due to dimension of tip is higher than the cross sectional area.

2. Experimental Procedures

Under focus was 316 stainless steel as an sample and its composition is given in Table 1. Nitrogen ion implantation into 316L SS substrates were carried out under the following processing conditions: accelerating voltage of 700 eV; current density of 2.0 mA/cm²; substrate temperature of 400 °C, and the implantation time ranging from 30 to 240 minutes.

Table 1 Composition of Sample by EDX

316 SS	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si
	Cu	Co	N	P	S	C
weight %	66,39	17,07	11,64	2,16	1,66	0,35
	0,34	0,26	0,07	0,03	0,02	0,01
atomic %	66,11	18,26	11,03	1,25	1,68	0,69
	0,30	0,25	0,28	0,05	0,04	0,06

The sample which was implanted for 240 min, was cut at the center with waterjet and cross-sectional pairs were attached. Nitrogen layer regions of pairs were placed inwardly. This cross sectional pairs were fixed in the cylinder and mounted with bakelite and polished. Then, nano indentation hardness and SEM analyses were carried out on the cross-sections.

The indentation method was performed by IBIS nanoindentation System. Applied loads were 6, 9, 12, 15, 18, 21, 24, 27 and 30 mN and the load-unload datas were acquired from substrate (Fig 2a) and nitrogen layer (Fig 2b) from cross section sample, Figure 2, with three-sided pyramid Berkovich diamond indenter (Figure 8). In addition, surface microhardness of samples which are treated at 30, 90 and 240min implantation times, were determined by Fischerscope Vickers tester load 100 mN and 20s.

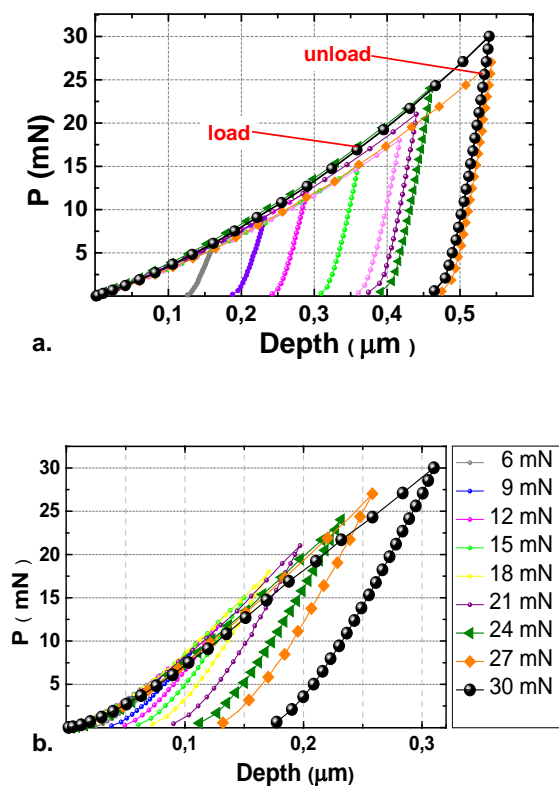


Figure 2. Characteristic load and unload curve from 6 to 30 mN at substrate(a) and nitrogen layer(b) IBIS nanoindentation System.

Nitrogen distribution, implanted layer phases, surface topography and elemental compositions were investigated with SIMS, XRD and SEM methods.

3. Results and Discussions

Microhardness and nanohardness of nitrogen implanted samples were analysed in Figure 4. From these data, the hardness values of treated parts are seen to increase significantly.

Surface microhardness data is shown in Figure 4a. The hardness increase is modest for the sample implanted at 400 °C for 30 min. However, the hardness increase is quite significant for the samples nitrogen implanted for 90 and 240 minutes compared to the untreated substrate material (more than twice).

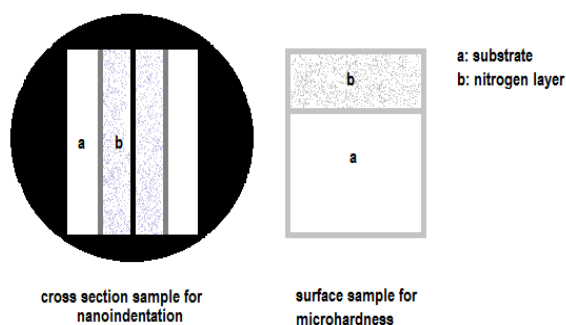
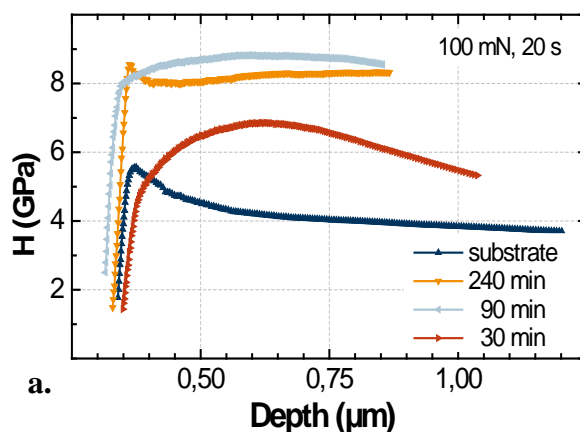


Figure 3. Schematic drawings for performing nanoindentation and microhardness measurements.

Nanohardness data at 30 mN in Figure 4 (b) and microhardness data in Figure 4 (a) show similar results. Hardness behavior scales up four times at 240 min for 30 mN. Low load peak can be ignored such as 9 mN. Because, the rise is really high.



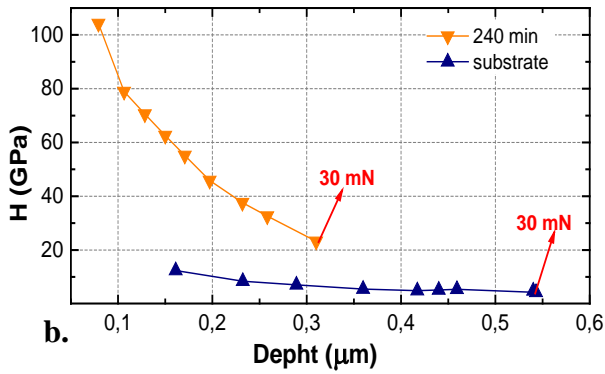


Figure 4. Microhardness (a) and nanoindentation hardness (b) result of nitrogen layer and substrate.

In addition, the elastic modulus is calculated from IBIS nanoindentation system according to Oliver and Pharr [8] and the results are given in Figure 6.

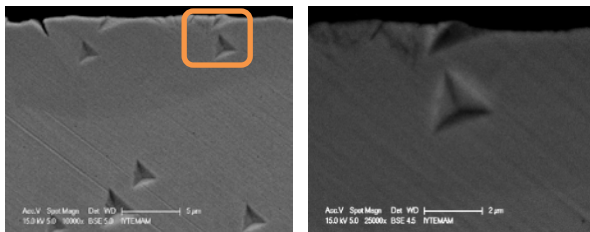


Figure 5. SEM of 27 mN indenter

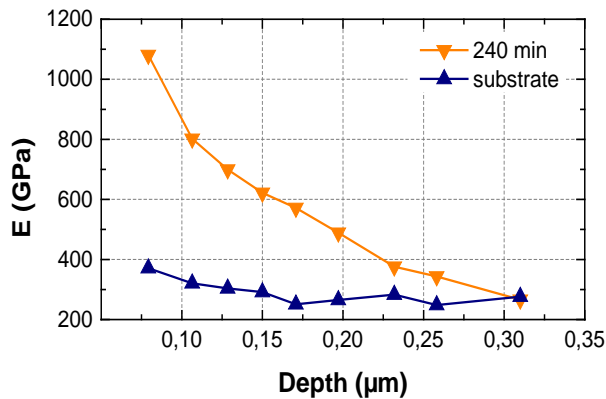


Figure 6. Elastic modulus of 240m sample

Primarily analyzing the near-surface crystal structure of ion implanted surface was practiced with Goni X-ray diffraction method. The XRD data show the formation of expanded austenite phase, (200) γ_N peak is shifted more than (111) γ_N peak suggesting grain-dependent N content behaviour. The crystalline structure of this expanded phase is not clarified. It is in substantial agreement that the lattice expansion occurred by internal stress [7]. Some researches have shown that, the diffraction peaks of expanded phase are scaled up with the increasing of treatment time to 60 min [7]. However, the intensity of (111) γ_N is decreased at 240 min.

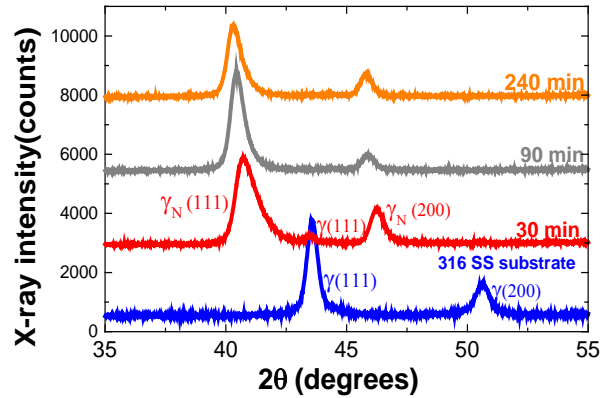


Figure 7. XRD results of N implanted 316L SS samples

Figure 8a and 8b indicate the ideal fcc-like structure. Nitrogen atoms can be placed at octahedral (200) γ_N and tetrahedral (111) γ_N sites. All the process with different times show that nitrogen atoms can be located at octahedral sites than tetrahedral sites.

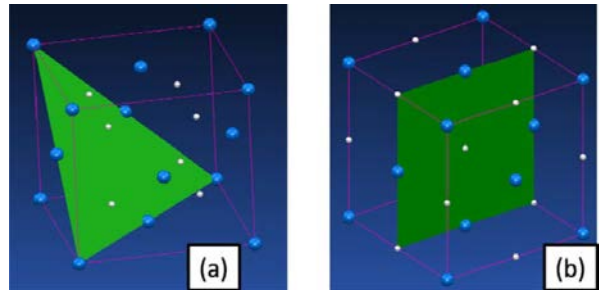


Figure 8. Schematic drawings of nitrogen atoms on tetrahedral (a) and octahedral (b) plane [7].

The elemental depth profile analysis using secondary ion mass spectroscopy (SIMS) of implanted with nitrogen at different time. Enrichment of nitrogen on the surface was observed in the form of two peaks which

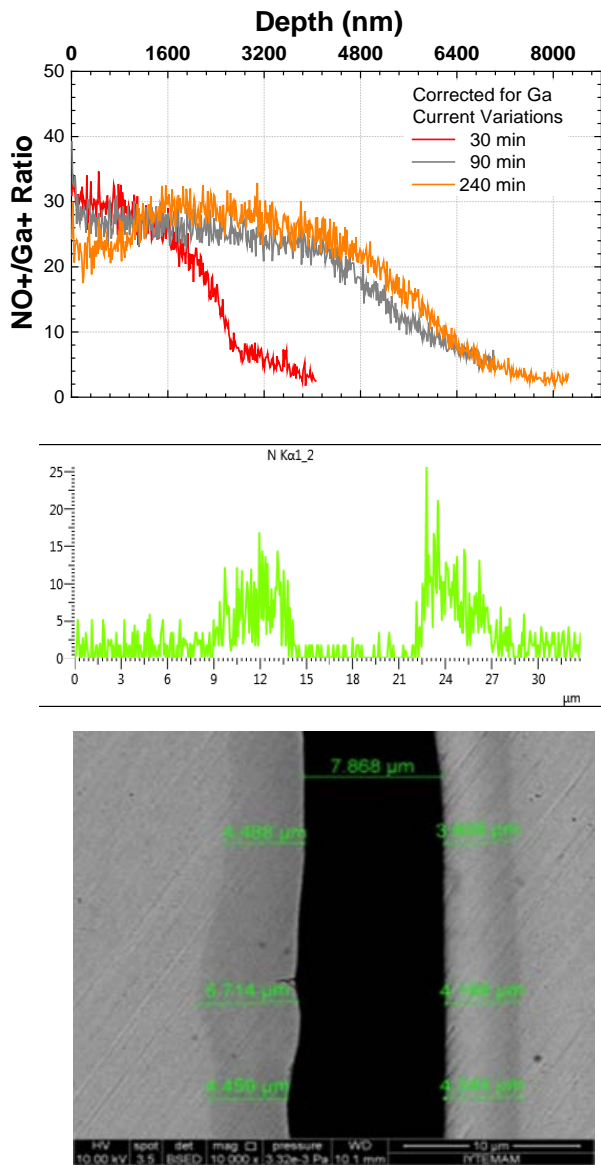


Figure 9. SIMS analysis of nitrogen implanted 316L SS samples (a), EDX (b) and BSEM(c) data of the sample implanted for 240 min.

are 90 and 240h at Fig.9a. Increasing the time, nitrogen concentration was fast growth. Based on the EDX and BSEM datas, γ_N layer thickness is at least 5 μm for 240 min sample. There is interference approximately 7,5 μm that is consist of bakalite material because of sample preparing

4. Conclusions

Structural and nanohardness behaviour of expanded austenite layers on austenitic stainless steel produced by ion implantation process are reported. Nanoindentation hardness is applied on the cross section of the nitrogen implanted 316L SS sample for 240 min. Surface microhardness values are obtained with samples which are treated 30, 90 and 240 min. The results show the hardness increases for all the nitrogen implanted samples. Nitrogen concentration was investigated with SIMS and SEM methods. All

methods show that 90 and 240 min have good hardness and concentration with near each others. XRD result indicate that octahedral interstitial positions include nitrogen atoms.

References

[1] M.P. Fewell; D.R.G. Mitchell; J.M. Priest; K.T. Short; G.A. Collins, The nature of expanded austenite, Surface and Coatings Technology,131,300-306,2000.

[2] O.Öztürk;S.Okur; J.P.Riviere, Structural and magnetic characterization of plasma ion nitrided layer on 316L stainless steel alloy, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 267, 1526-1530,2009.

[3] J.P.Riviere; P. Meheust; J.P. Villaina; C. Templiera; M. Cahoreau; G. Abrasonisb; L. Praneviciusb, High current density nitrogen implantation of an austenitic stainless steel, Surface and Coatings Technology,158-159,2002.

[4] G.A. Collins; R. Hutchings; K.T. Short; J. Tendys; X. Li; M. Samandi, Nitriding of austenitic stainless steel by plasma immersion ion implantation, Surface and Coatings Technology, 74-75,1995.

[5] T. Christiansen; M. A. J. Somers, Low temperature gaseous nitriding and carburising of stainless steel, Surface Engineering, 21:5-6, 445-455, 2005.

[6] G. Abrasonis; J.P. Rivière; C. Templier; A. Declémy; L. Pranevicius; X. Milhet, Ion beam nitriding of single and polycrystalline austenitic stainless steel, Journal of Applied Physics,97,083531,2005.

[7] R.L.O. Basso; V.L. Pimentel; S. Weber; G. Marcos; T. Czerwiec; I.J.R. Baumvol; Magnetic and structural properties of ion nitrided stainless steel, Journal of Applied Physics,105, 124914, 2009.

[8]J. J. Roa; X.G. Capdevila; M.Martínez; F. Espiell; M.Segarra, Nanohardness and Young's modulus of YBCO samples textured by the Bridgman technique, Nanotechnology, 18, 385701, 2007.

THE INFLUENCE OF BORON ON MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF Fe-Cr-C HARDFACING COATINGS

Hülya DURMUŞ^a, Nilay ÇÖMEZ^a, Melis YURDDAŞKAL^b, Uğur ÇALIGÜLÜ^c

^a Manisa Celal Bayar University, Metallurgical and Material Engineering, Manisa, Turkey, E-mail: hulya.durmus@cbu.edu.tr, nilay.comez@cbu.edu.tr

^b Manisa Celal Bayar University, Mechanical Engineering, Manisa, Turkey, E-mail: melis.yurddaskal@cbu.edu.tr

^c Firat University, Metallurgical and Material Engineering, Elazığ, Turkey, E-mail: ucaligulu@firat.edu.tr

Abstract

Boron is an efficient element for gaining superior properties of iron-based materials even with small additions. Present study aimed to investigate the effect of boron on microstructure and accordingly on hardness of Fe-Cr-C based hardfacing coatings. The morphology of eutectic carbides changed significantly in the boron content of 0.8 wt. %. Carbide volume fraction and hardness of the coating showed a tendency to increase with increasing boron.

Keywords: Hardfacing, boron, carbide, hardness

1. Introduction

Machine parts in some industries such as cement industry or steel making plants are deteriorate earlier from their predicted life because of metal-to-metal sliding with high contact stress, impact wear, abrasion, erosion or pitting and corrosion or any combination of these factors [1, 2, 3].

In order to enhance wear resistance, a durable surface layer which consists of a hard phase reinforced material can be deposited homogeneously onto base metal. This application is called "hardfacing" which increases the service life of machine parts [1, 2, 3, 4].

In iron-based hardfacing alloys carbide forming elements such as chromium, molybdenum, titanium, niobium, vanadium are used to gain abrasion resistant hard phases [2, 4, 5]. In addition to carbon and carbide forming elements, boron in relatively small amounts (up to 1%) sharply increases the hardness of hardfacing alloys [2, 6].

In this study, the change in hardness in accordance with the variation of carbide morphology with increasing boron content was discussed.

2. Experimental Study

Hardfacing alloys were applied to mild steel with arc welding method. The results of spectral analyses are given in Table 1. Three different hardfacing coatings with high, medium and low boron contents were subjected to metallographic preparation and etched with Kalling's reagent. Microstructural investigations and calculation of carbide volume fraction were carried out with Nikon Eclipse LV150 optical microscope by using Clemex software. Hardness measurements were executed under 20 kgf load using Vicker's indenter.

Table 1. Spectral analyses of coatings (wt. %)

Sample	Cr	C	B	Fe
(High-B)	32	4	0.8	Rest
Medium-B	31	4.85	0.2	Rest
Low-B	24	3.45	0.16	Rest

3. Results and Discussion

3.1. Microstructural Investigations

Microstructure images of hardfacing coatings are given in Figure 1, Figure 2 and Figure 3. Hexagonal shaped primary carbides were observed in all samples.

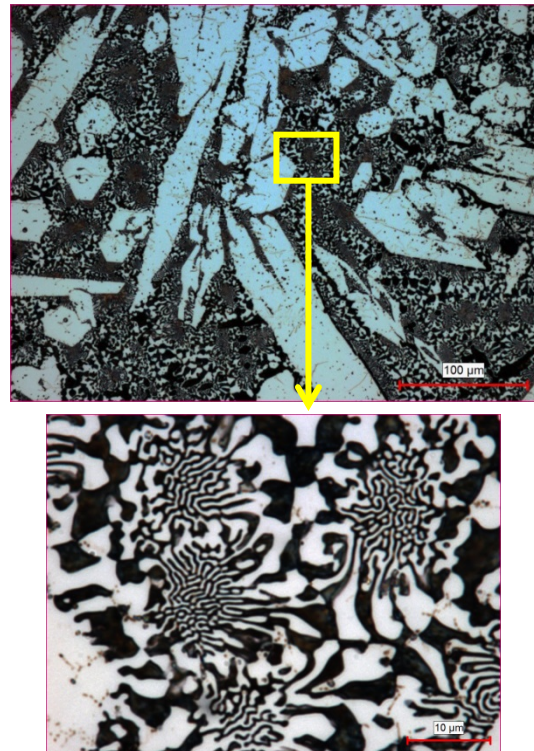


Figure 1. Microstructure of High-B hardfacing coating

0.8 wt. % boron content has changed the morphology of eutectic carbide phase. Figure 1 shows the complex structure of eutectic which composed of continuous, reticulated nano-layers of matrix and carbide. In contrast, when boron content was below 0.8 wt %, the

microstructure of eutectic carbides showed secondary carbides which are seem like precipitates. Sample Low-B contains fewer carbon and boron in comparison with samples High-B and Medium-B. For this reason both the size of primary carbide and the carbide volume fraction were found less in this sample (Figure 3 and Figure 4). It is well-known that C content supports the formation of primary chromium carbide [7]. Therefore, the carbides become coarser with increasing carbon amount [8].

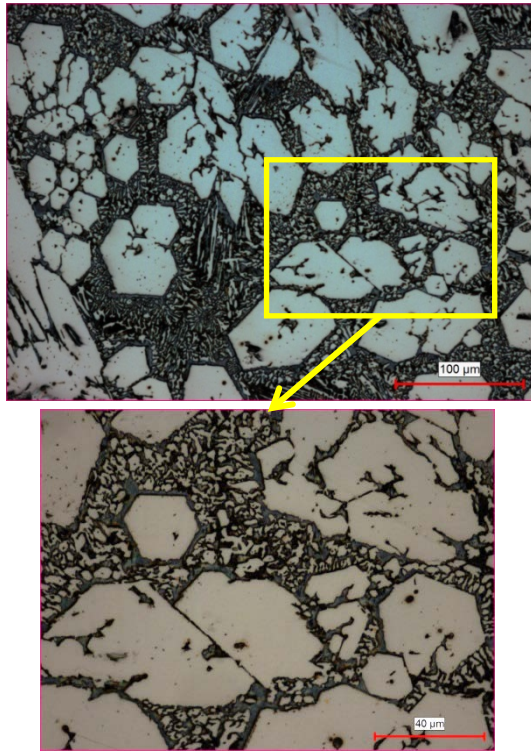


Figure 2. Microstructure of Medium-B hardfacing coating

Optical microscope images of calculated carbide volume fractions can be seen in Figure 4. Here, the carbides are indicated with light blue and the matrix phase with dark blue. Carbide volume fractions of High-B and Medium-B were found close to each other. The highest carbide volume fraction was expected in High-B. However, due to the nano-structure of High-B it was hard to color the phases by Clemex. For this reason, carbide volume fraction was found less from expected.

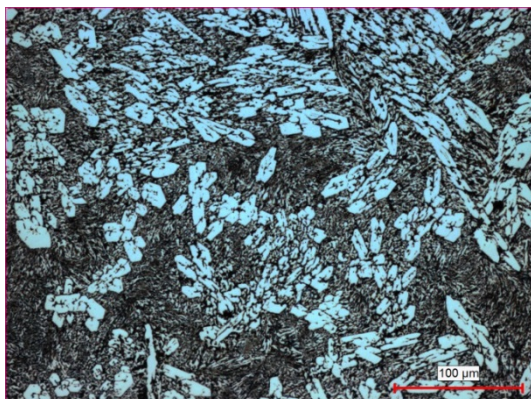


Figure 3. Microstructure of Low-B hardfacing coating

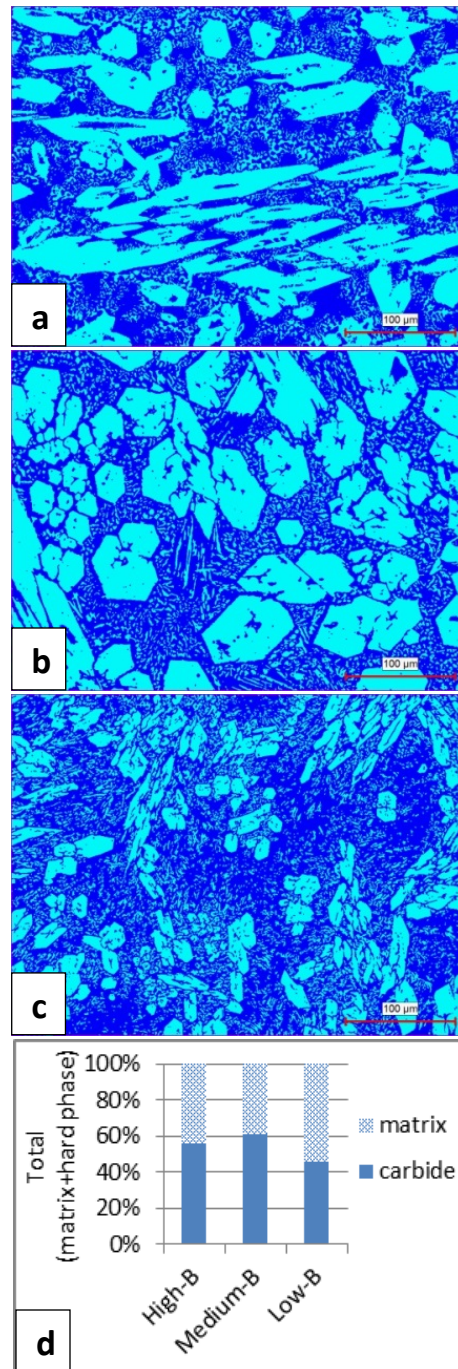


Figure 4. Images of carbide volume fractions: a) High-B, b) Medium-B, c) Low-B and d) Average matrix/carbide volume fractions

3.2. Hardness Test

Hardness values of coatings are given in Figure 5. As is seen, increasing boron content has led to an increase in hardness. Livshits et al. (1967) reported that, boron dissolves in chromium carbide, forms compounds with chromium and iron (borides) distributed in the eutectic. Dissolution of boron in chromium carbides is responsible from the superior hardness of sample High-B. Average hardness values of High-B, Medium-B and

Low-B are 1122.67 ± 69.13 , 870.67 ± 53.22 and 580.33 ± 50.31 respectively.

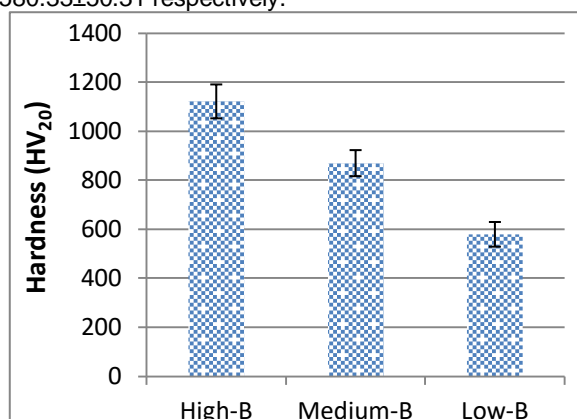


Figure 5. Average hardness values of hardfacing coatings

Due to the coarsened hard carbide phases and nano-layered eutectic of carbide and matrix, sample High-B has the highest hardness value. While the carbide volume fraction and carbide size decreased in sample Low-B, hardness has also reduced.

4. Conclusions

The results of the present study can be summarized as follows:

1. Hexagonal shaped primary carbides were obtained in Fe-Cr-C-B based hardfacing coatings.
2. Increasing boron content increased the carbide volume fraction and effected the morphology of eutectic carbides.
3. Hardness has enhanced with increasing boron.

References

- [1] Kumar, R; Kumari, P; Khan, K.L.A., A review paper on research work done in hard facing, International Journal of Application or Innovation in Engineering & Management, 5 (9), 129-134, September 2016.
- [2] Karip, E; Aydin, S; Muratoğlu, M., A Study on Hardfacing Alloy Using Fe-Cr and Fe-B Powders, Acta Physica Polonica A, 128, 160-163, 2015.
- [3] Varga, M; Azhaarudeen, A. M. F; Adam, K; Badisch, E, Influence of Load and Temperature on Abrasion of Carbide Cast Steel and Complex Alloyed Hardfacing, Key Engineering Materials, 674, 313-318, 2016.
- [4] Yang, K; Gao, Y; Yang, K; Bao, Y; Jiang, Y, Microstructure and wear resistance of Fe-Cr13-C-Nb hardfacing alloy with Ti addition, Wear, 376-377, 1091-1096, 2017.
- [5] Wiczerzak, K; Bala, P; Stepień, M; Cios, G; Koziel, T; Formation of eutectic carbides in Fe-Cr-Mo-C alloy during non-equilibrium crystallization, Materials & Design, 94, 61-68, 2016.
- [6] Livshits, L. S; Shcherbakova, V. S; Grinberg, N. A, Influence of boron on the structure and properties of hard-facing alloys, Metal Science and Heat Treatment, 9 (6), 467-469, 1967.

- [7] Wang, Q; Li, X, Effects of Nb, V, and W on Microstructure and Abrasion Resistance of Fe-Cr-C Hardfacing Alloys, Welding Journal, 133-139, 2010.
- [8] Fan, C; Chen, M. C; Chang, C. M; Wu, W, Microstructure change caused by $(Cr, Fe)_{23}C_6$ carbides in high chromium Fe-Cr-C hardfacing alloys, Surface and Coatings Technology, 201 (3-4), 908-912, 2006.

THE EFFECT OF MECHANICAL MILLING TIME ON THE PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE ZA27/GRAPHITE NANO-COMPOSITES

Onur Güler^a, Hamdullah Çuvalcı^a, Müslim Çelebi^a and Aykut Çanakçı^a

^aKaradeniz Technical University, Metallurgical and Materials Engineering, Trabzon, Turkey
E-mail: onurguler@ktu.edu.tr

Abstract

In this study, ZA27 based hybrid nanocomposites with the reinforcement of 1 vol. % nano-graphite particles have been prepared by hot pressing followed by mechanical milling method. The nano-graphite particles have the average size of 100 nm and they have been embedded in the ZA27 powder matrix with the mechanical milling. The milling processes were executed on the milling times of 0, 6, 10, 14 and 18 h. The nanocomposite powders including the ZA27 and nano-graphite particles have been sintered under the temperature of 432 OC for 3 h and hot pressed under the pressure of 600 MPa. The dispersion of the nano particles in the ZA27 matrix powders of the samples produced by hot pressing followed by mechanical milling were determined with using a scanning electron microscopy (SEM). The hardness and tensile strength tests have been carried out for the observing the effect of the dispersion of the nanoparticles on the mechanical properties of the ZA27 based nanocomposites. The results have been showed that the hardness and tensile strength values of the nanocomposites increases with the increase in the milling time because the size of the particles have been decreased and the nano-graphite particles can be embedded and dispersed uniformly in the ZA27 matrix with the increase of the mechanical milling time.

Keywords: Mechanical milling, nano-composites, nano-graphite particles, ZA27.

1. Introduction

ZA27 alloys is a family of the zinc-aluminum (ZA) alloys which have excellent wear resistance and higher tensile strength than the other alloys. They are significantly used for many bearing applications because of their good tribological properties because the existing of the alumina and zinc-oxide on the bearing surfaces bring lubricating properties to the alloy [1-7,9-10,18].

Recently, metal matrix composites (MMCs) have been increasingly used on engineering applications, such as automotive, aerospace and power service industries [8,10]. Specifically, corresponding with the ZA-27 based (matrix) composites reinforced with the ceramic particles have superior mechanical properties such as hardness and strength and wear resistance when compared with the ZA-27 alloy that used as matrix material. The amount of the second particles controls the mechanical properties of the alloy. Therefore, these particles provide the improved mechanical properties

for the ZA-27 matrix composites with the effect of the strengthening of the second phase particles [11-14,17].

The particles like ceramic particles which is used as reinforcement materials in MMCs can be uniformly dispersed in the matrix alloy by mechanical milling method. Tang et al. [19] indicated that SiC nanoparticles can be distributed in the aluminum matrix alloy. Moreover, Ferkel and Mordike [20] also showed that a homogeneous dispersion of the SiC nanoparticles in the metal matrix can be provided under the short milling times. In this regard, the graphite particles can be used as a reinforcement material in the metal matrix alloys on the mechanical milling and then hot pressing technique for the producing the bulk composites. Because the graphite particles provide the lubricating structure to the matrix for some applications such as bearings, pistons, piston rings, cylinder liners [15].

Hot pressing can be used to compound the milled powders. On this technique, the powders which are dispersed homogeneously can be transformed into the bulk composite samples under the pressure and the temperature at same time [16].

In the literature, it is hard to find any study on the effect the mechanical milling time on the ZA27 based nanocomposites with the nano-graphite particles which has a self-lubricating property. Therefore, the aim of this study is to produce the ZA27 based nano-composite powders with the reinforcement of the nano-graphite particles with mechanical milling method and to prepare the nano-composite bulk materials with the hot pressing technique for the investigation of the effect of the mechanical milling time on the microstructure and mechanical properties on the ZA27 based nanocomposites which used in bearing applications.

2. Experimental

The ZA27 alloy which was used as matrix alloy were fabricated by mould casting method and it is including the composition of wt.% 25-28 aluminum, 0.01-0.02 magnesium, 2-2.5 copper and balance zinc. After that, the ZA27 powders were manufactured by gas atomization technique (Iki-El Metal Powders Company, İzmir, Turkey). The average size of the ZA27 powders were 40,2 µm while the average size of the nano-graphite powders which used as reinforcement material for composite materials were procured from Grafen Chemical Industries Company, Ankara, Turkey were 100 nm.

The nano-graphite particles with ratio of 1 %vol. and ZA27 matrix powders were milled to produce the ZA27

alloy based composite materials with the reinforcement of the nano-graphite particles for 6, 10, 14 and 18 hours in a planetary ball mill (Retsch PM 100) with a hardener steel vessel and tungsten balls at the room temperature under the argon atmosphere. Moreover, %wt. 0,25 methanol was used as a process control agent (PCA) to hinder the adhesion of the powders onto the balls or walls of the vessels with the effect of the increase of the temperature during the milling process.

The bulk composite samples were manufactured to press the produced composite powders with ZA27 matrix and the reinforcement of the nano-graphite particles by mechanical milling. The composite powders filled into the steel mold and the mold was placed into the oven of the hot press. Firstly, sintering process was carried out for 3 h at 432 0C and then hot pressing executed under the pressure of 600 MPa. The morphologies of the powders of the composite samples were determined in the SEM.

The Archimedes method given in equation 1 was used to specify the experimental densities of the composite materials which were produced with mechanical milling and hot pressing and with only hot pressing. To determine the values of the experimental densities, all samples was weighed in air (W_a). After that, the samples were left hanging in the purified water and then weighed again (W_w).

$$\delta_e = [W_a / (W_a - W_w)] x \delta_w \quad (1)$$

In this equation, δ_e is described as the value of the experimental density and W_a and W_w is stated as the mass of the sample in air and the mass of the sample in the purified water. Moreover, δ_w identify the density of the purified water used in the test. All of the measurements of the weights were carried out with the accuracy of the 0.001 mg.

The Brinell hardness method was used to determine the hardness values of the composite samples with a load of 62.5 kgf. For each composite samples, six values were saved and then the values of the samples were determined with the average of the six values.

The tensile tests were executed by MTS Criterion Model tensile test device with a high tensile speed of 15 mm/sec because the composites contain the self-lubricated nano-graphite particles which cause sliding from the tensile heads of the samples during the tests.

3. Results

3.1. Morphology of the Powders

The morphologies of the initial powders and obtained composite powders by mechanical milling were given in Fig. 1. It can be seen that the as-received ZA27 powders have acicular, angular and irregular shape from Fig. 1 (a). As understood in Fig. 1 (b), the nano-graphite particles which are used as the reinforcement materials in produce of the composite powders have laminal and flaky shape. When milled the ZA27 matrix powders and the reinforcement of the nano-graphite particles for 18 h, the average size of the powders decreased and they were cracked with the effect of the cold-welding and deformation of the matrix powders during the mechanical milling process as seen in Fig. 1 (c). Moreover, the nano-graphite particles were embedded and distributed in the matrix powders more

uniformly at the long times (18 h) of the milling. It can be seen that the nano-graphite particles are placed in the ZA27 matrix almost homogeneously. It is not seen any agglomeration in the matrix material after the mechanical milling for 18 h and this situation can affect the properties of bulk composite materials.

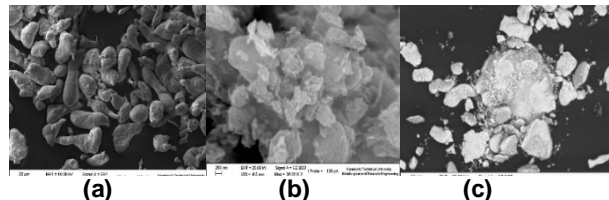


Figure 1. The morphologies of the powders; (a) minitial ZA27 powders, (b) nano-graphite particles, (c) milled ZA27/nano-graphite powders for 18 h.

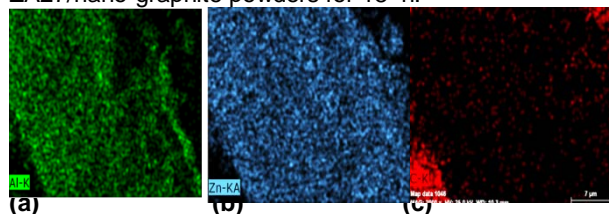


Figure 2. The distribution of the materials in the composite powders after the milling time of 18 h; (a) Al, (b) Zn, (c) C

3.2. Physical and Mechanical Properties

When it was seen the measured porosity ratios of the samples after the produce of the bulk ZA27/1 %vol. Nano-graphite composites with mechanical milling for different times, it was determined that the porosity ratio increased with the increase of the milling time as given in Fig. 3. Because the size of the powders decreased with milling and because of this, the compressibility of the composite powders was decreased during the hot pressing after the mechanical milling.

The variation of the density of the ZA27/nano-graphite particles composites with the increase of the milling time is given in Fig. 4. As can be seen, the density of the composites were decreased with the increase of the milling time. The dispersion of the nano-particles in the ZA27 matrix were more homogeneous at the long times of the milling. Even so it was more homogeneous, because of the decreasing the size of powders and increase of the porosity, the density of the composites decreased with the increase of the mechanical milling times.

The mechanical properties of the composites were affected from the increase of the milling time as seen in an example of the variation of hardness values of the composite samples in Fig. 5. The figure shows that the hardness values of the bulk composites increased with the increase of the mechanical milling time. Actually, because the graphite has lubricating property originally, milling process was affected adversely. Due to that property, ball-powder-ball movement was limited during the milling process. Therefore, a homogeneous dispersion cannot provide for short times of the milling. Yet, with the increase of the milling time, more homogeneous distribution of the nano-graphite particles was obtained and this situation caused that the nano-particles was placed in grains in addition to in grain boundaries. For this reason, the composites which

have more hardness and strength were produced in every increasing step of the milling time. So, it can be seen that the tensile strength of the composites increased with the increase of the milling time as seen in Fig. 6. In some periods of the milling time, it can be understood that the tensile strength decreased even so the milling time increased. This situation caused by cold-welding (growing of the grains) and agglomeration of the powders during the milling. But as seen in same figure, at the 18 h of the milling, the tensile strength value is highest and that value increased from 108 MPa to 171 MPa approximately when compared previous values at the shorter milling times.

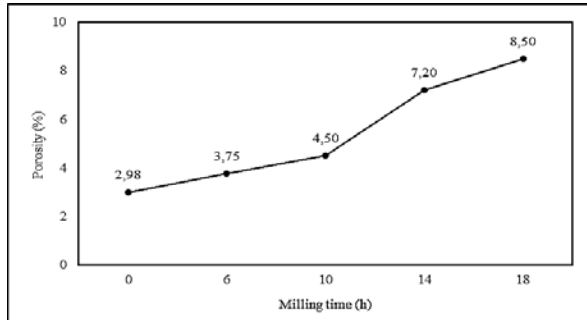


Figure 3. The effect of the mechanical milling on the porosity of the bulk composites

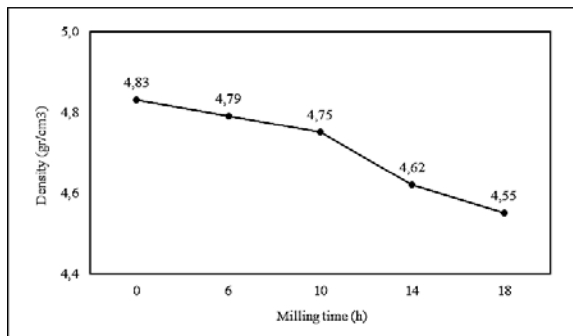


Figure 4. The effect of the mechanical milling on density of the bulk composites

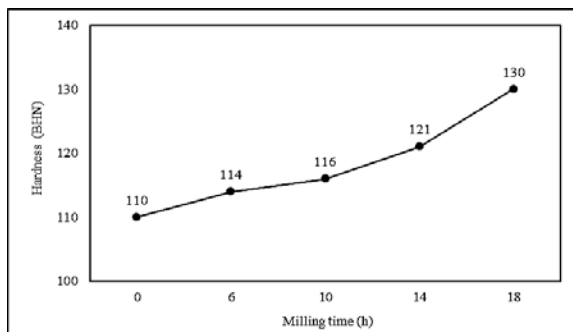


Figure 5. The effect of the mechanical milling on the hardness of the bulk composites

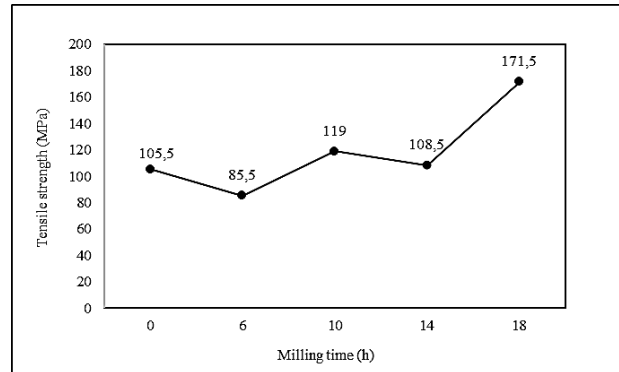


Figure 6. The effect of the mechanical milling on the tensile strength of the bulk composites

4. Conclusions

The results obtained from this study are presented below:

1. The produce of the ZA27/nano-graphite composites was resulted in success with mechanical milling following by hot pressing method.
2. The nano-graphite particles were dispersed in the ZA27 matrix the most uniformly at the milling time of 18 h.
3. The mechanical milling process affected the mechanical properties of the composites positively.
4. With the increase of the mechanical milling time, the porosity, hardness and tensile strength of the composites increased.
5. The density of the composite materials increased with the increase of the milling time.

Acknowledgment

The authors thankful to 'Scientific and Technological Research Council of Turkey' to provide financial support with the project titled 'The improving of nanoparticle reinforced Zn-Al based nano-composite materials by mechanical alloying method, the investigation of their microstructure-mechanical and tribological properties' with 213M276 project number.

References

- [1]. Turk, A., Kurnaz, C., Şevik, H., Comparison of the wear properties of modified ZA-8 alloys and conventional bearing bronze, *Materials and Design*, 28 (2007), pp.1889–1897.
- [2]. Barnhurst R.J. ASM handbook, vol. 2. Materials Park, OH: ASM International, The Materials Information Society; 1992. pp. 527.
- [3]. Pürçek G, Savaşkan T, Küçükömeroğlu T, Murphy S. Dry sliding friction and wear properties of zinc-based alloys. *Wear* 2002;252:894-01.
- [4]. Babic M, Mitrovic S, Jeremic B. The influence of heat treatment on the sliding wear behaviour of a ZA-27 alloy. *Tribol Int* 2010;43:16–21.
- [5]. Sharma, S.C., Girish, B.M., Somashekar, D.R., Kamath, R., Satish, B.M., Mechanical properties and

fractography of zircon-particle-reinforced ZA-27 alloy composite materials, *Composites Science and Technology* 59 (1999), pp.1805-1812.

[6]. Lee PP, Savaskan T, Laufer E. Wear resistance and microstructure of Zn-Al-Si and Zn-Al-Cu alloys. *Wear*, 117 (1987), pp.79- 84.

[7]. Barnhurst R.J. Guidelines for designing zinc alloy bearingsDa technical manual. *SAE Trans* 97 (1988), pp.64-70.

[8]. Sharma, S.C., Girish, B.M., Kamath, R., Satish, B.M., Graphite particles reinforced ZA-27 alloy composite materials for journal bearing applications, *Wear*, 219 (1998), pp. 162-168.

[9]. M.J. Barber, P.E. Jones, A new family of foundry alloys. *Foundry Trade J.*, 148 (1980), pp.114-131.

[10]. Sharma, S.C., Girish, B.M., Kamath, R., Satish, B.M., Effect of SiC particle reinforcement on the unlubricated sliding wear behaviour of ZA-27 alloy composites, *Wear*, 213 (1997), pp. 33-40.

[11]. Hai-Yan Li, Yang Zhou, Ao Cui, Yong Zheng, Zhen-Ying Huang, Hong-Xiang Zhai, and Shi-Bo Li, Ti3SiC2 Reinforced ZA27 Alloy Composites with Enhanced Mechanical Properties, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 13 (2016), pp. 636-643.

[12]. J. B. Fogagnolo, F. Velasco, M. H. Robert and J. M. Torralba: *Mater. Sci. Engng. A342* (2003) 131–143.

[13]. J. Ye, B. Q. Han, Z. Lee, B. Ahn and S. R. Nutt, *J. M. Schoenung: Scripta Mater.* 53 (2005) 481–486.

[14]. Cun-Zhu Nie, Jia-Jun Gu, Jun-Liang Liu and Di Zhang, Production of Boron Carbide Reinforced 2024 Aluminum Matrix Composites by Mechanical Alloying, *Materials Transactions*, Vol. 48, No. 5 (2007) pp. 990-995.

[15]. R. Dalmis, H. Cuvalci, A. Canakci, O. Guler, Investigation of graphite nano particle addition on the physical and mechanical properties of ZA27 composites, *Advanced Composites Letters*, 25 (2016), pp. 37-42.

[16]. GU Wan-li, Bulk Al/SiC nanocomposite prepared by ball milling and hot pressing method, *Trans. Nonferrous Met. SOC. China*, 16(2006), pp.398-401.

[17]. M. Bastwros, G.Y. Kim, C. Zhu, K. Zhang, S. Wang, X. Tang, X. Wang, Effect of ball milling on graphene reinforced Al6061 composite fabricated by semi-solid sintering, *Composites: Part B*, 60 (2014), pp.111–118.

[18]. Sharma, S.C., Seah, K.W.H., Satish, B.M., Girish, B.M., Effect of short glass fibers on the mechanical properties of cast ZA-27 alloy composites, *Materials and Design*, 17 (1997), pp. 245-250.

[19]. F. Tang, M. Hagiwara, J.M. Schoenung, *Mater. Sci. Eng. A407* (2005), pp.306–314.

[20]. H. Ferkel, B.L. Mordike, *Mater. Sci. Eng. A298* (2001) pp. 193– 199.

Biography

Onur Güler is a PhD student at the department of Metallurgical and Materials Engineering in Karadeniz Technical University (KTU) in Trabzon, Turkey. His main work areas are metal matrix composites, mechanical milling, powder technology.

THE EFFECT OF MILLING TIME ON THE MORPHOLOGY AND SIZE OF THE ZA27 BASED COMPOSITE POWDERS

Onur Güler^a, Hamdullah Çuvalcı^a, Müslim Çelebi^a and Aykut Çanakçı^a

^aKaradeniz Technical University, Metallurgical and Materials Engineering, Trabzon, Turkey
E-mail: muslimcelebi@ktu.edu.tr

Abstract

In the present study, ZA27 based composite powders with the reinforcement of 1 vol. % nano-graphite particles have been produced by mechanical milling method. The nano-graphite particles of the average size of 100 nm have been dispersed in the ZA27 powder matrix with the mechanical milling. The milling processes have been carried out on the milling times of 0, 2, 6, 10, 16 and 24 h. The scanning electron microscopy (SEM) have been used for the investigation of the dispersion of the nano particles in the ZA27 matrix powders produced by mechanical milling. The measurements of the size of the powders were done by using a mastersizer. The results have been showed the size of the powders decreased with the increase in the milling time and the nano-graphite particles can be embedded in the ZA27 matrix with the increase of the mechanical milling time.

Keywords: Composite, mechanical milling, nano-graphite powders, ZA27 alloy

1. Introduction

Zinc-Aluminum alloys (ZA alloys), such as ZA-8, ZA-12 and ZA-27; including 8, 12 and 27 wt.% aluminum, respectively; are commonly used for bearing applications because of their good wear properties due to their self-lubricated properties and high aluminum contents [1-4]. In recent years, these alloys have become significant for industrial applications instead of bearing materials of bronze based on their lower costs and melting point [5-7]. Especially, ZA-27 alloys, due to their higher aluminum content (27 wt.%), have higher yield and tensile strength. Therefore, they are used in the wear applications, such as bushings, bearings in the place of SAE 660 and SAE 64 bronze bearings [8-9]. Mechanical milling is an efficient method to distribute the ceramic particles which used as reinforcement materials into the matrix materials uniformly. Some works show that the reinforcement particles such as SiC, B₄C can be dispersed in the matrix alloy successfully and a strong bonding between reinforcement and matrix alloy can be obtained by hot pressing after the mechanical milling [12-14]. As a reinforcement ceramic particle for the produce composite material by mechanical milling and hot pressing technique, the graphite particles are extensively used because of its solid-lubricating property for the applications of bearings, pistons, piston rings, cylinder liners, etc. [15].

Up till now, ZA27 matrix with the reinforcement of nano-ceramic particles have been produced by stir casting or liquid metallurgy method. There is no work on the producing ZA27 matrix with the nano-graphite particles

by mechanical milling. Due to the above mentioned reasons about the using of mechanical milling methods, the ZA27 matrix powders and nano-graphite powders were milled.

2. Experimental

The ZA27 alloy with the chemical composition in given Table 1 were fabricated by mould casting method. After that, the ZA27 powders which was used as matrix for the fabrication of the composite material with the nano-graphite particles were obtained by gas atomization technique (İki-El Metal Powders Company, İzmir, Turkey). While the average size of the ZA27 powders were 40,2 µm, the nano-graphite powders which used as reinforcement material for composite materials were procured from Grafen Chemical Industries Company, Ankara, Turkey and they had the average size of 100 nm as shown in Figure 1.

The mechanical milling method was used to produce the ZA27 alloy based composite materials with the reinforcement of the nano-graphite particles with ratio of 1 %vol. The ZA27 matrix powders and the nano-graphite particles were milled 2, 6, 10, 16 and 24 hours in a planetary ball mill (Retsch PM 100) at the room temperature under the argon atmosphere. Moreover, methanol with the ratio of %wt. 0,25 a process control agent was used to hinder the oxidation during the mechanical milling.

The size of the initial powders (ZA27 matrix and nano-graphite particles) were measured by Malvern InstrumentsTM Mastersizer 2000e. All of the measurements were carried out in the distilled water with ultrasonic agitation and the morphologies of the all powders were obtained by using a scanning electron microscope (SEM).

Table 1. The chemical composition of ZA27 Alloy

Material	Aluminum	Magnesium	Copper	Zinc
Composition (wt%)	25-28	0,01-0,02	2-2,5	Balance

3. Results

3.1. Morphology of the Powders

In figure 1, it is seen the morphologies of the ZA27 powders and nano-graphite particles used as matrix and reinforcement materials, respectively. As seen this figure, while ZA27 powders have the shape of irregular and angular, nano-graphite particles have laminated and flaky structure.

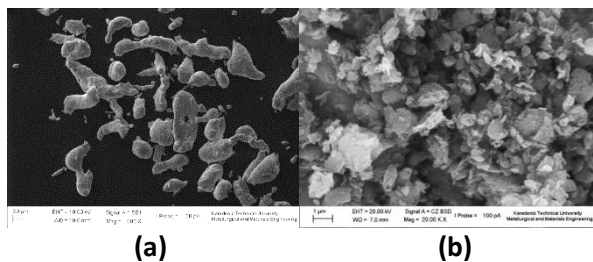


Figure 1. Morphology of as received powders (a) ZA27 and (b) nano-graphite.

On the other hand, Fig. 2 shows that the mixed powders with ZA27 matrix powders and nano-graphite powders manually and by mechanical milling at different times. As seen in Fig. 2 (a), the nano-graphite powders were not embedded into the ZA27 matrix powders because they were mixed manually. Moreover, when compared the shape of the ZA27 powders given in Fig. 1 (a) and Fig. 2. (a), it is understood that the shape of the powders has still same shape because any mechanic process was not applied on the powders. In Fig. 2 (b), the morphologies of the ZA27 based composite powders with the reinforcement of 1 %vol. nano-graphite particles have been given. It is understood that the shape of the powders changed a little when compared with the powders in Fig. 2 (a). The shape of the powders started to transform to flattened powders because of the cold-welding during the mechanical milling for 2 h and 6 h (Fig. 2b and 2c) the graphite particles cannot be seen on the ZA27 matrix due to be embedding into the matrix. Yet, the size of the powders has not decreased too much by comparison with the initial size of the powders because of the agglomeration and cold-welding. Later on, as seen in in Fig. 2 (d), when the powders milled for 10 h, the size of the powders decreased a little more and the nano-graphite powders were embedded in ZA27 powders more than in 6 h and the powders began to be cracked. The effect of the mechanical milling of 16 h on the size of the composite powders was seen in Fig. 2 (e). Because of the fracture process and the deformation of the ZA27 powders, the size of the powders decreased and the shape of the powders were still scaly. The shape of the powders was not change in the increasing times of the mechanical milling because the nano-graphite particles cause lubrication between the powders and balls in the mechanical milling. Therefore, the balls cannot effect on the powders during the milling process. When the time of the mechanical milling time increase to 24 h as given in Fig. 2 (f), flattened powders were observed again but the size of the composite powders decreased by cracking and deformation of the ZA27 matrix powders because of the hardening of the matrix powders with increasing of the milling time. In this regard, M. Bastwros et al. indicated that during mechanical alloying, cold welding and fracturing mechanisms compete with each other. Cold welding is dominant for the ductile Al6061 particles as they strain harden by the impact from the balls [16].

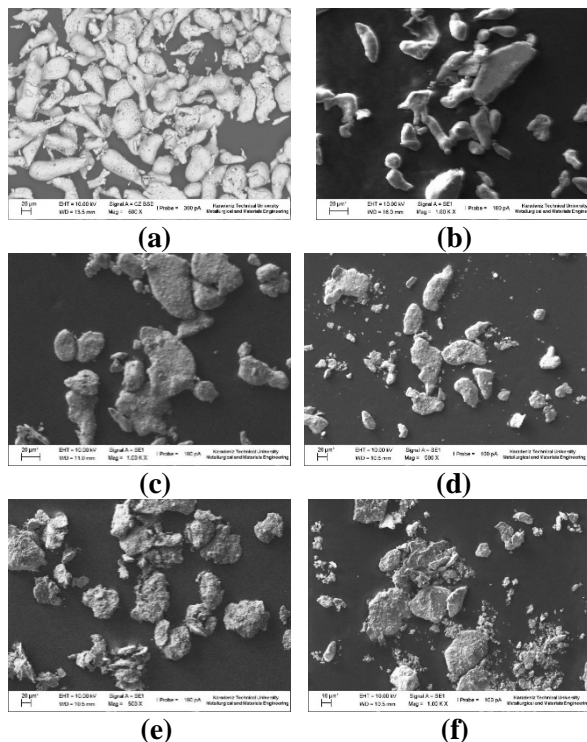


Figure 2. The morphologies of the powders; (a) mixed ZA27 and nano-graphite powders manually, (b) mechanical milled 2 h, (c) 6 h, (d) 10 h, (e) 16 h, (f) 24 h

3.2. The Size of the Powders

As seen in Fig. 3., the size of the powders diminished with increase of the milling time. And it is understood that the decrease of the size of the powders is significant in 10 h. Because in the other milling times, agglomeration and cold-welding of the ZA27 matrix powders existed as seen in Fig. 2. obviously.

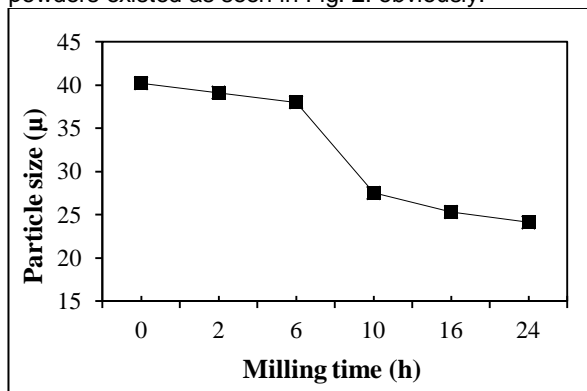


Figure 3. The alteration on the particle size of the ZA27/nano-graphite powders with the increase of the milling time

4. Conclusions

The obtained conclusions from this study are indicated below:

1. The ZA27 based composite powders with the nano-graphite powders were successfully produced by mechanical milling.

2. The shape of the composite powders were flattened with increasing the milling time.

3. Nano-graphite reinforcement caused the diminishing of the effect of the mechanical milling in the milling time of 6 h and 14 h but this negative effect were overcome in the milling time of 18 h.

4. With the increase of the milling time, the size of the composite powders decreased significantly.

Acknowledgment

This study was supported by 'Scientific and Technological Research Council of Turkey' project entitled 'The improving of nanoparticle reinforced Zn-Al based nano-composite materials by mechanical alloying method, the investigation of their microstructure-mechanical and tribological properties' with the project no of 213M276.

References

- [1]. Turk, A., Kurnaz, C., Şevik, H., Comparison of the wear properties of modified ZA-8 alloys and conventional bearing bronze, *Materials and Design*, 28 (2007), pp.1889–1897.
- [2]. Barnhurst R.J. *ASM handbook*, vol. 2. Materials Park, OH: ASM International, The Materials Information Society; 1992. pp. 527.
- [3]. Pürçek G, Savaşkan T, Küçükömeroğlu T, Murphy S. Dry sliding friction and wear properties of zinc-based alloys. *Wear* 2002;252:894-01.
- [4]. Babic M, Mitrovic S, Jeremic B. The influence of heat treatment on the sliding wear behaviour of a ZA-27 alloy. *Tribol Int* 2010;43:16–21.
- [5]. Sharma, S.C., Girish, B.M., Somashekar, D.R., Kamath, R., Satish, B.M., Mechanical properties and fractography of zircon-particle-reinforced ZA-27 alloy composite materials, *Composites Science and Technology* 59 (1999), pp.1805-1812.
- [6]. Lee PP, Savaskan T, Laufer E. Wear resistance and microstructure of Zn-Al-Si and Zn-Al-Cu alloys. *Wear*, 117 (1987), pp.79- 84.
- [7]. Barnhurst R.J. Guidelines for designing zinc alloy bearings. *SAE technical manual*. SAE Trans 97 (1988), pp.64-70.
- [8]. Sharma, S.C., Girish, B.M., Kamath, R., Satish, B.M., Graphite particles reinforced ZA-27 alloy composite materials for journal bearing applications, *Wear*, 219 (1998), pp. 162-168.
- [9]. M.J. Barber, P.E. Jones, A new family of foundry alloys. *Foundry Trade J.*, 148 (1980), pp.114-131.
- [10]. Sharma, S.C., Girish, B.M., Kamath, R., Satish, B.M., Effect of SiC particle reinforcement on the unlubricated sliding wear behaviour of ZA-27 alloy composites, *Wear*, 213 (1997), pp. 33-40.
- [11]. Hai-Yan Li, Yang Zhou, Ao Cui, Yong Zheng, Zhen-Ying Huang, Hong-Xiang Zhai, and Shi-Bo Li, Ti3SiC2 Reinforced ZA27 Alloy Composites with Enhanced Mechanical Properties, *International Journal*

of Applied Ceramic Technology, 13 (2016), pp. 636-643.

[12]. J. B. Fogagnolo, F. Velasco, M. H. Robert and J. M. Torralba: *Mater. Sci. Engng. A342* (2003) 131–143.

[13]. J. Ye, B. Q. Han, Z. Lee, B. Ahn and S. R. Nutt, *J. M. Schoenung: Scripta Mater.* 53 (2005) 481–486.

[14]. Cun-Zhu Nie, Jia-Jun Gu, Jun-Liang Liu and Di Zhang, Production of Boron Carbide Reinforced 2024 Aluminum Matrix Composites by Mechanical Alloying, *Materials Transactions*, Vol. 48, No. 5 (2007) pp. 990-995.

[15]. R. Dalmis, H. Cuvalci, A. Canakci, O. Guler, Investigation of graphite nano particle addition on the physical and mechanical properties of ZA27 composites, *Advanced Composites Letters*, 25 (2016), pp. 37-42.

[16]. Bastwros, G.Y. Kim, C. Zhu, K. Zhang, S. Wang, X. Tang, X. Wang, Effect of ball milling on graphene reinforced Al6061 composite fabricated by semi-solid sintering, *Composites: Part B*, 60 (2014), pp.111–118.

Biography

Onur Güler is a PhD student at the department of Metallurgical and Materials Engineering in Karadeniz Technical University (KTU) in Trabzon, Turkey. His main work areas are metal matrix composites, mechanical milling, powder technology.

STRUCTURAL AND OPTICAL PROPERTIES OF Cu AND Ni DOPED Zn FERRITES WITH COMPARING EACH OTHER

Tuğba Şaşmaz Kuru^a and Mehmet Kuru^{b,c}

^a Vocational School of Health Services, Radiotherapy Program, Okan University, Istanbul, Turkey, tugba.sasmaz@okan.edu.tr

^b Department of Materials Science and Engineering, Ondokuz Mayıs University, Samsun, Turkey, kurumehmet54@gmail.com

^c Department of Materials Science and Engineering, Erciyes University, Kayseri, Turkey

Abstract

Ferrite nano composites with the composition $\text{Cu}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ and $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ were prepared by co-precipitation method. The effect of dopant to spinel ferrite ZnFe_2O_4 on the structural, morphological and optical properties of the as-prepared Cu-Zn and Ni-Zn ferrites were investigated. The structural, elemental and optical properties conducted by using X-ray diffraction (XRD) technique with Cu/K α radiation, Scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDX), Raman spectroscopy and UV–vis reflectance spectroscopy. The substitutions of Cu and Ni into the $\text{M}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nano composites mean crystal size calculated 20.36 nm for Cu-Zn ferrite and 10.95 nm for Ni-Zn ferrite. Raman spectra for all samples consist of the five ferrite characteristic modes which are denoted as A_{1g} , B_g , F_{2g1} , F_{2g2} , F_{2g3} . These peaks are attributed to the cubic inverse-spinel structure. Also, Energy band gap of Cu-Zn ferrite is 2.6 eV and Ni-Zn ferrite is 2.83 eV. These results show that the energy band gap is increased when the crystal size is reduced by the the substitution of Ni into the Zn ferrite.

Keywords: Cu-Zn ferrites, Ni-Zn ferrites, co-precipitation, optical properties

1. Introduction

The unique and desirable properties of nano-structural materials have recently attracted the interest of scientists to use these materials in various areas of technology [1]. Nano crystal spinel ferrites have also attracted interest in recent years due to their promising applications. At the same time spinel ferrites are commercially used materials due to their significant electrical and magnetic properties. Minor changes in the size and surface effects of ferrites make it possible to have unique magnetic properties. The small particles are structurally separated from the bulk solids. Thus, the ratio of the volume to the surface of the particles plays a dominant role in influencing the properties of the materials [2,3]. The properties of ferrites are very sensitive to chemical composition, sintering time, sintering temperature, amount and type of contribution [4].

The general formula of spinel ferrites is MFe_2O_4 . Here, M is a very important magnetic oxide with valence of +2 such as Ni, Cu, Zn, Co and Mg [1]. Zn-doped ferrites are used commercially in high frequency devices such as radio frequency coils, rods and antennas, and read and write magnetic cores for high speed digital heads

[5]. In addition, ferrite nanoparticles have widespread practical applications in information storage systems, ferrofluidic technology, catalysis, medical diagnostics, and biopharmaceuticals. Nanocrystalline spinel ferrites such as Ni-Zn, Cu-Zn, Mn-Zn, Ni-Cu and Ni-Ca have been studied by many researchers for these purposes in recent years. Ni-Zn ferrites have been used in the electrical and electronics industries for many years. These ferrites are soft magnetic ceramics with a spinel configuration. Cu-Zn ferrites are also widely used in the electronics industry among ferrites [6].

The preparation method of spinel ferrites plays an important role in their chemical and structural properties [2,3]. Therefore, there are many different ways to produce ferrite. The researchers used various methods to synthesize Cu-Zn-Ni ferrites such as hydrothermal process, low combustion process, sol-gel method and co-precipitation method [7-10]. Among these methods, co-precipitation method is preferred over other methods due to its simplicity, applicability and competence in controlling size and homogeneity.

In the present study we have synthesized $\text{Cu}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ and $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ferrites by co-precipitation method. The purpose of this study is to characterize the structural and optical properties of these ferrites by comparison with each other. The structural, elemental and optical properties conducted by using X-ray diffraction (XRD) technique with Cu/K α radiation and Scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-Ray spectroscopy (EDX), Raman spectroscopy and UV–vis reflectance spectroscopy.

2. Experimental

Ni-Zn and Cu-Zn ferrite nanoparticles prepared with chemical co-precipitation method. $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ and NaOH, were purchased from (Merck, Germany, >99.0%) and directly used for the synthesis of Ni-Zn and Cu-Zn ferrites. In the synthesis of Ni-Zn ferrites, salts were used in quantities of 1,48745 g $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1,45395 g $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and 8,08 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ in 10 ml pure water. In the synthesis of Cu-Zn ferrites, salts were used in quantities of 1,48745 g $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1,45395 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ and 8,08 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ in 10 ml pure water. The salts were mixed in 10 ml of distilled water until homogeneous. The homogenous solution is immersed in water at an 80°C temperature and stirring is continued. 2M NaOH is added with the pH control. When pH = 12, the NaOH

addition is stopped and a brown precipitate formed. In finest filter paper. Then the precipitate was washed several times with pure water and filtered again. The filtered precipitate was dried at 80°C for 24 hours. Flocculated powder has drayed. The resulting powders were calcined for 5 hours at 500°C. Preparation steps have shown in Fig. 1.

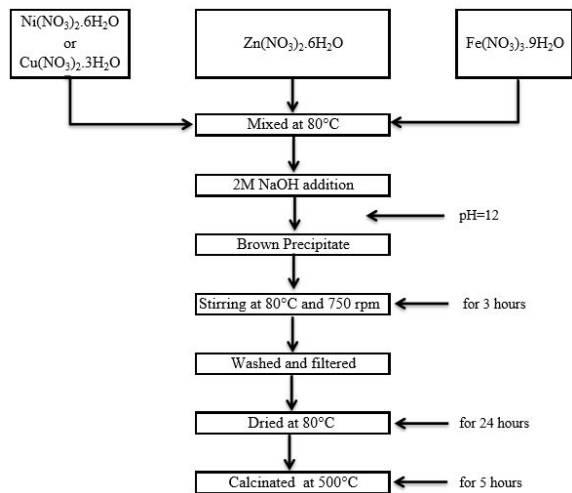


Figure 1. Preparation steps of Cu-Zn and Ni-Zn ferrites.

3. Result and Discussion

XRD analysis was performed with an X-ray diffractometer (Bruker AXS D8 Advanced Model device) at Erciyes University, using CuK α radiation ($\lambda = 1.54050 \text{ \AA}$) with a 1° min^{-1} scanning speed using a grazing angle of 5° in the 2θ range between 20° and 80° . The XRD patterns of Cu-Zn and Ni-Zn ferrite powders are shown in Fig. 2. From the diffraction patterns obtained, it is observed that both samples perfectly match the single phase spinel structure. The most dominant peaks, 220, 311, 400, 422, 511, 440, prove this fit.

The average crystal size can be calculated by the Scherrer formula. According to the most dominant peak, 311, the Scherrer formula is expressed as:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

D is the size of the crystallites, λ is the wavelength of CuK α radiation ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$), β is the full width at half maximum (FWHM), θ is the glancing angle ($2\theta/2$) [11]. The lattice parameter a is calculated for spinel cubic structure as follows:

$$a = \frac{\lambda(h^2+L^2+k^2)^{1/2}}{2\sin\theta} \quad (2)$$

where hkl are the Miller indices.

According to these formulas, the calculated crystal size is 20.36 nm for Cu-Zn ferrite and 10.95 nm for Ni-Zn ferrite. This result would be attributed to molecular weights or atomic radius of Cu $^{+2}$ and Ni $^{+2}$ ions. The lattice parameters are 8.40 \AA for Cu-Zn and 8.41 \AA for Ni-Zn.

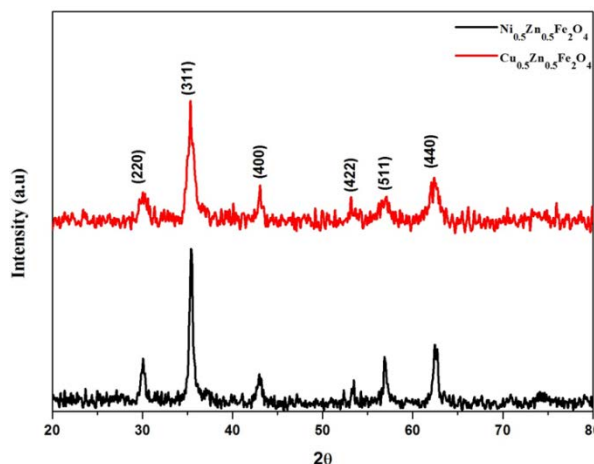


Figure 2. XRD patterns of substitutions of Cu and Ni into the Zn ferrites.

The morphology and microstructures of the samples were characterized by a scanning electron microscope (SEM, model Zeiss EVO LS10) at an acceleration voltage of 20 kV.

The morphological structure, grain shape and grain size of ferrites play an important role in determining the physical, electrical and magnetic properties of ferrites. For this reason, samples of Cu-Zn and Ni-Zn ferrite have been examined with SEM. Fig. 3 shows the SEM micrograph for Cu-Zn and Ni-Zn ferrites. As clearly seen from the figures, nanoscopic particles agglomerate due to their magnetic properties, causing the grain size to look larger than expected. The agglomeration in the Ni-Zn sample is more explicated than in Cu-Zn, which can be attributed to the fact that nickel's magnetic properties are greater than copper.

Elemental analysis of the samples was determined with the help of EDX data collected during SEM measurements. The EDX results shown in Fig. 3 reveal the presence of Cu, Ni, Zn, Fe, and O in the $M_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ ferrites. The atomic percentages of the ions present in the samples are shown inset of the EDX figures. These results show that the atomic percentages of the metallic ions in the samples are compatible with the theoretically designed stoichiometry.

Optical properties of Cu-Zn and Ni-Zn ferrites were studied using optical absorption spectra recorded in the wavelength range of 390–800 nm. Fig. 4 shows the absorption spectra of Cu-Zn and Ni-Zn ferrites. As can be seen from the graph, as the wavelength increases, the absorption of both Cu-Zn and Ni-Zn ferrites decreases. Absorption of Ni-Zn ferrite is higher at low wavelength. UV-Vis spectra represent one main absorption peak at about 400 nm which attributed $n-\pi^*$ transitions. This absorption is attributes to the intrinsic band gap absorption of electron from valence band (VB) to the conduction band (CB) [12-14]. Different slopes are seen at different wavelength for both samples which may be attributed to different electron transitions between oxygen ions and cations [15].

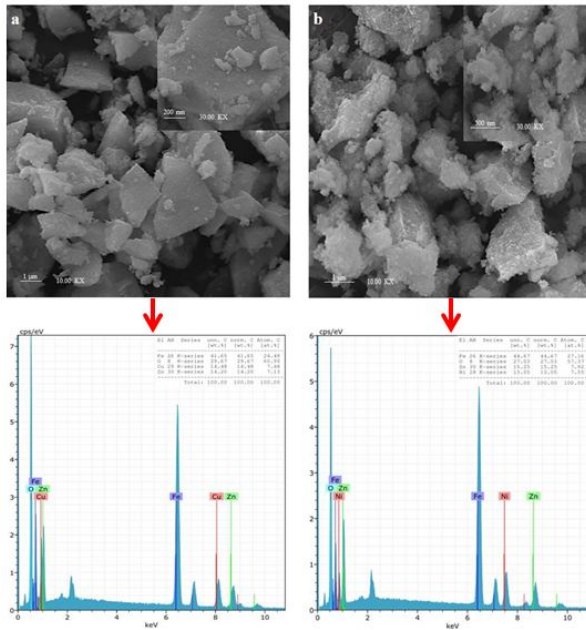


Figure 3. SEM and EDX images; a) Cu-Zn b) Ni-Zn

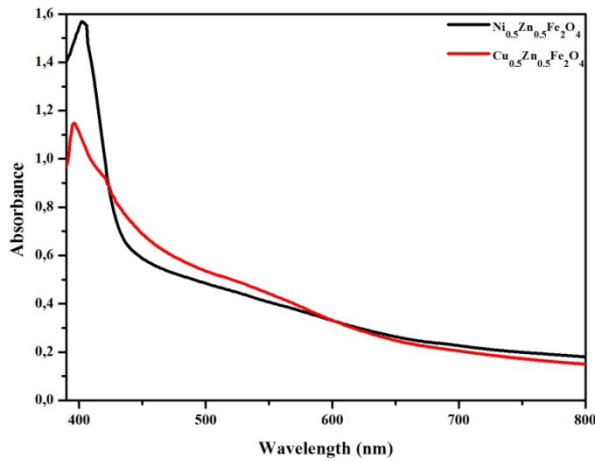


Figure.4. UV absorption spectra of Cu-Zn and Ni-Zn ferrites.

The optical band gap is calculated from the Tauc plot drawn between the absorption coefficient α and the photon energy $h\nu$ as identified in following equation [16-17]:

$$\alpha(h\nu) = (h\nu - E_g)^{1/2} \quad (3)$$

Where; α is the absorption coefficient, $h\nu$ is the photon energy, E_g is the band gap energy. To indicate the band gaps of the samples, $(\alpha h\nu)^2$ were plotted versus photon energy (Tauc plot). The plot is shown in Fig. 5. Energy band gap of Cu-Zn ferrite is 2.6 eV and Ni-Zn ferrite is 2.83 eV.

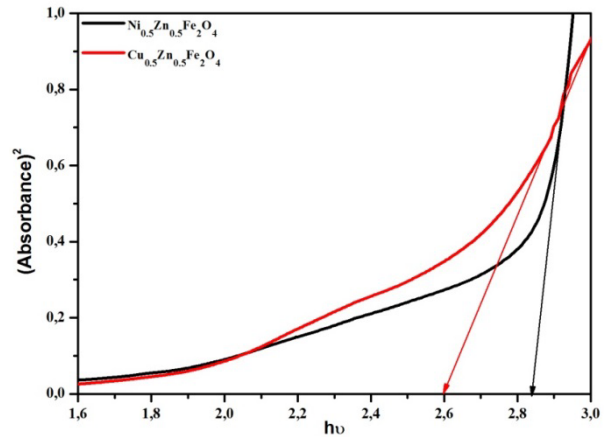


Figure.5. Tauc plots of samples.

The raman spectra of Ni-Zn and Cu-Zn ferrite nanoparticles fabricated by co-precipitation method were taken using a Wites Alpha M + confocal raman spectrometer with NdYag laser at 532 nm wavelength. The spectrometer's laser power was used as 0.1 mW. Raman results showed characteristic signals for the Ni-Zn ferrite at 133 cm^{-1} , 194 cm^{-1} , 328 cm^{-1} , 479 cm^{-1} , 686 cm^{-1} and for the Cu-Zn ferrite at 153 cm^{-1} , 309 cm^{-1} , 484 cm^{-1} , and 653 cm^{-1} . Raman spectra for all samples consist of the five ferrite characteristic modes which are denoted as A_{1g} , B_g , F_{2g1} , F_{2g2} , F_{2g3} . These peaks are attributed to the cubic inverse-spinel structure. Also, the vibrational modes at 479 and 484 cm^{-1} are assigned to F_{2g} , whereas those 328 cm^{-1} and 309 cm^{-1} peaks are attributed to the E_g symmetry. In the region of 650–690 cm^{-1} , the A_{1g} transition for the Fe^{3+} - O^{2-} (octahedral sites) bond was observed.

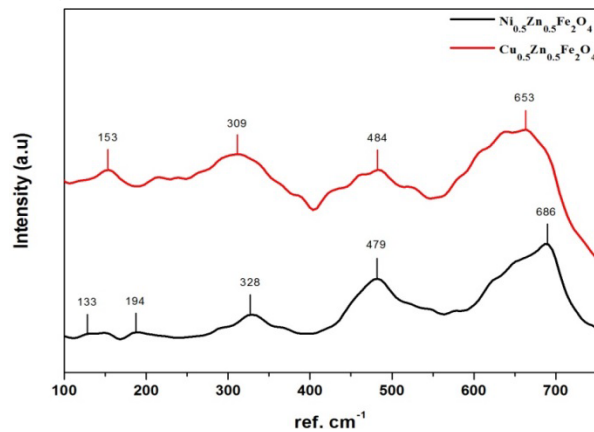


Figure 6. Raman spectra.

6. Conclusion

In the scope of this study, the effect of dopant to spinel ferrite ZnFe_2O_4 on the structural, morphological and optical properties of the as-prepared Cu-Zn and Ni-Zn ferrites were investigated. In this study we have synthesized $\text{Cu}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ and $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ferrites by co-precipitation method. The substitutions of Cu and Ni into the $\text{M}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nano composites mean crystal size changed 20.36 nm for Cu-Zn ferrite and 10.95 nm for Ni-Zn ferrite. According the SEM results, nanoscopic particles agglomerate due to their magnetic properties, causing the grain size to look larger than expected. The agglomeration in the Ni-Zn sample is more explicit than in Cu-Zn, which can be attributed to the fact that nickel's magnetic properties are greater

than copper. The UV-vis spectrometer showed that, as the wavelength increases, the absorption of both Cu-Zn and Ni-Zn ferrites decreases. Absorption of Ni-Zn ferrite is higher at low wavelength. Also, Energy band gap of Cu-Zn ferrite is 2.6 eV and Ni-Zn ferrite is 2.83 eV. Raman spectra for all samples consist of the five ferrite characteristic modes which are denoted as A_{1g} , B_g , F_{2g1} , F_{2g2} , F_{2g3} . These peaks are attributed to the cubic inverse-spinel structure.

References

- [1] Muhammad Naeem Ashiq, Farah Naz, Muhammad Aslam Malana, Ruqiya Sehrish Gohar, Zahoor Ahmad, *Materials Research Bulletin* 47 683–686 (2012).
- [2] M.H. Mahmoud, Azza M. Hassan, Abd El-Aziz A. Said, H.H. Hamdeh, *Journal of Molecular Structure* 1114 1-6 (2016).
- [3] Le-Zhong Li, LongPeng, Xiao-XiZhong, RuiWang, Xiao-QiangTu, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 419 407–411 (2016).
- [4] Ashok R. Lamani, H.S. Jayanna, P. Parameswara, R. Somashekar, Ramachander, Ramchandra Rao, G.D. Prasanna, *Journal of Alloys and Compounds* 509 5692–5695 (2011).
- [5] H.M. Zaki, The effect of zinc concentration on vacancies jump rate, diffusion coefficient and jump length in Cu–Zn ferrite, *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 70 889–892 (2009).
- [6] Jyoti Parashar, V.K.Saxena, Jyoti, Deepak Bhatnagar, K.B.Sharma, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 394 105-110 (2015).
- [7] M. Kaiser, *Journal of Alloys and Compounds* 468 15–21 (2009).
- [8] Y. Köseoğlu, E. Şentürk, V. Eyüpoğlu, T. Şaşmaz Kuru, M. Hashim, S. S. Meena, [Journal of Superconductivity and Novel Magnetism](#), 29(11), 2813–2819 (2016).
- [9] E. Şentürk, Y. Köseoğlu, T. Şaşmaz, F. Alan, M. Tan, *Journal of Alloys and Compounds* 578 90–95 (2013).
- [10] B. Ramesh, D. Ravinder, *Materials Letters* 62 2043–2046 (2008).
- [11] T. Şaşmaz Kuru, E. Şentürk, V. Eyüpoğlu, [Journal of Superconductivity and Novel Magnetism](#), 30(3), 647–655 (2017).
- [12] M. Shoeb, Braj R. Singh, Javed A. Khan, Wasi Khan, Brahma N. Singh, Harikesh B. Singh, Alim H. Naqvi, *Adv. Nat. Sci. Nanosci. Nanotechnol.* 4 035015 (2013).
- [13] F. Nouroozi, F. Farzaneh, *J. Braz. Chem. Soc.* 22 (3) 484–488 (2011).
- [14] Mohammad Hossein Habibi, Janan Parhizkar, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 150 879–885 (2015).
- [15] L.C. Xue, L.Q. Wu, S.Q. Li, Z.Z. Li, G.D. Tang, W.H. Qi, X.S. Ge, L.L. Ding, *Physica B* 492 61–64 (2016).
- [16] Fahrettin Yakuphanoglu, Saliha Ilcan, Mujdat Caglar, Yasemin Caglar, *Superlattices and Microstructures* 47 732-743 (2010).
- [17] A.M. El Sayed, S. Taha, G. Said, Ahmed A. Al-Ghamdi, F. Yakuphanoglu, *Superlattices and Microstructures* 60 108–119 (2013).

AUTOMATIC PACKAGING SYSTEM IN STEEL PROFILE ROLLING MILL

ÇELİK PROFİL HADDEHANESİ OTAMATİK PAKETLEME SİSTEMİ

Atakan İPEKKAN^{1a}, Orhan AKYOL^{2a}, Metehan BACAŞIZ^{3a}, Ömer BAYRAKLI^{4a}, Didem KILIÇ^{5a}

^aKardemir Haddecilik San. Ve Tic. Ltd. Şti, İzmir, Türkiye, E-Posta: didem.kilic@kar-demir.com.tr

Özet

Çelik profil haddehanesinde haddeleme ve ticari boy kesimi tamamlanan mamullerin herhangi bir insan gücü kullanılmadan belirtilen standartlara göre paketlenmesini sağlayacak otomasyon ve PLC (Programlanabilir Mantıksal Denetleyici) kontrollü otomatik paketleme sistemidir. Bu sistemle çelik profil haddehanesinde üretilen ürünlerin belirlenen paket şekillerine göre insan gücünü azaltıp, otomasyon sistemini kullanarak düşük maliyetle düzgün ve güvenli biçimde paketlenmesi sağlanmıştır. Mevcut paketleme kısmında karşılaşılan sıkıntılar ortadan kaldırılarak üretim kapasitesi artırılmıştır ve en önemlisi iş kazalarının önüne geçilmesi sağlanmıştır.

Anahtar kelimeler: Otomatik Paketleme Sistemi, Otomasyon, PLC, Haddeleme.

Abstract

It is an automation and PLC (ProgrammableLogic Controller) controlled automatic packaging system which will ensure that the products of rolled and commercial length cut in the steel profile rolling mill are packed according to the specified standards without using any human power. With this system, the products produced in the steel profile rolling mill reduce the human power according to the determined packages hapes and it is ensured that it is packed properly and safely at low cost by using the automation system. The production capacity has been increased by lifting the troublesen countered in the existing packaging and the most important one is prevent job accidents.

Keywords: Automatic Packaging System, Automation, PLC, Rolling.

1. Giriş

Günümüzde haddehanelerdeki profil üretimi ve bu profil ürünlerin paketlenmesi çok zahmetli ve aynı zamanda çok riskli bir işittir.

Yakın zamana kadar paketleme işlemi işçiler tarafından manuel olarak yapılmaktaydı. Bu da çalışan personelin iş kazaları yaşamasına neden olmaktadır ve belirli bir ağırlığın üzerinde olan mamüllerin paketlenmesinde ise insan gücü yetersiz olduğu için paketleme işlemi mümkün olamamaktaydı. Dikkat ve yoğun tempolu çalışma gerektiren bu işlem insan gücü ile yapıldığında çok uzun zaman almakta, paketleme esnasında pakete yerleştirilen çubuk sayılarının değişken olmasına,

çubuk başlarının hizalanması ve bu hizalama çekiş ile yapıldığı için profil başlarının ezilmesine ve ürünlerin bozulmasına neden olmaktadır.

Bütün bu sebeplerden dolayı profillerin paketlenme işlemi işçiler için kaza geçirme risklerini barındırmakta ayrıca uzun süre aldığı için zaman ve üretim kapasitesini düşürmektedir. Bu da üretim maliyetini yükselttiği için rekabet gücünü düşürmektedir.

2. Genel

Haddehanede daha önce paketleme işlemi manuel olarak insan gücü kullanılarak yapılmaktaydı. Bu çalışma şekli otomatik paketlemeye kıyasla bir çok dezavantaja sahiptir. Bunlar şöyle sıralanabilir;

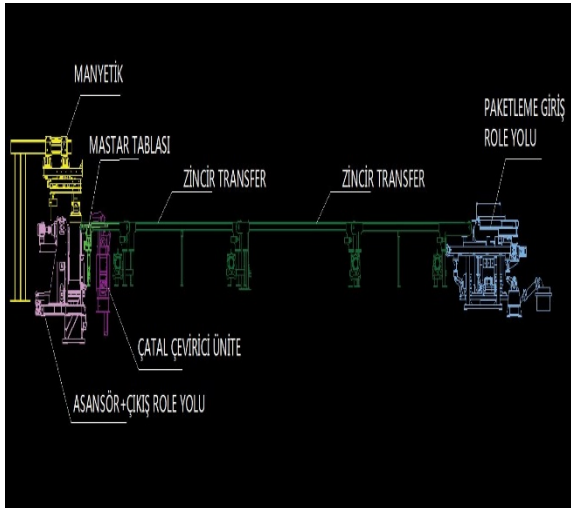
Paketleme işlemi doğrultma adı verilen işlemden sonra yapılır. Doğrultmadan çıkan malzeme elle alınarak paketlenerek alana bırakılmaktadır. Ancak malzeme her zaman doğrultmadan tam kontrollü bir şekilde çıkmamaktadır. Kontrolde çıkan malzeme paketleme yapacak olan işçilere zarar vererek iş kazasına sebep olmaktadır.

Hızlı üretimlerde, malzeme yeterli süre soğuyamadığından malzemeyi kaldıracak işçinin ellerinin yanmasına sebep olmaktadır.

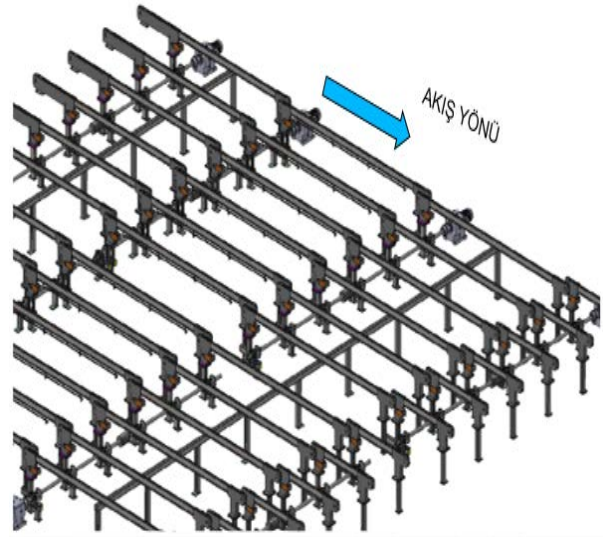
Maksimum 160 UPN (216 kg) ürün üretilmektedir. Bir pakette 24 çubuk bulunur ve malzemenin ağırlığından dolayı 15 dakikada bir işyeri işçi değişimi yapılarak çalışılmaktadır. Paketleme yapılan malzemelerin ebatları büyüdüğünde ağırlıkları da arttığından işçinin malzemeyi kaldırması zorlaşmakta, işçilerde kas yırtılmaları yaşanmakta ve çabuk yorulmadan dolayı daha fazla insan gücü gerekmektedir.

Manuel olarak yapılan paketlemede hedeflenen sayıda ürün paketlenememektedir. Üründe belirli bir ağırlığın üzerinde paketleme yapılamamaktadır.

2.1. Otomatik Paketleme Sistemi



Şekil 1. Otomatik paketleme sistemi

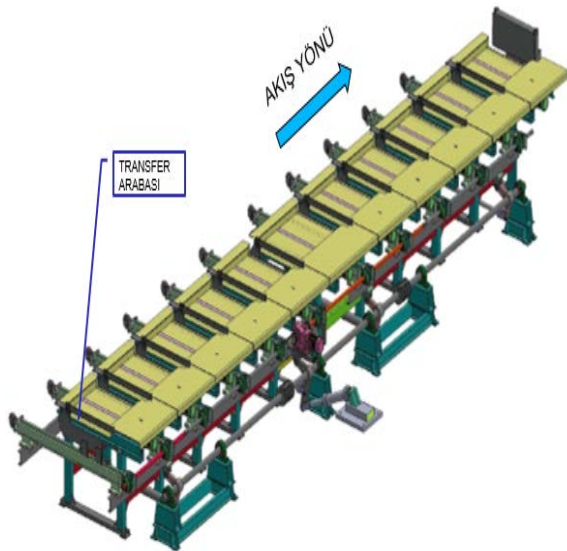


Şekil 3. Transfer zincirleri

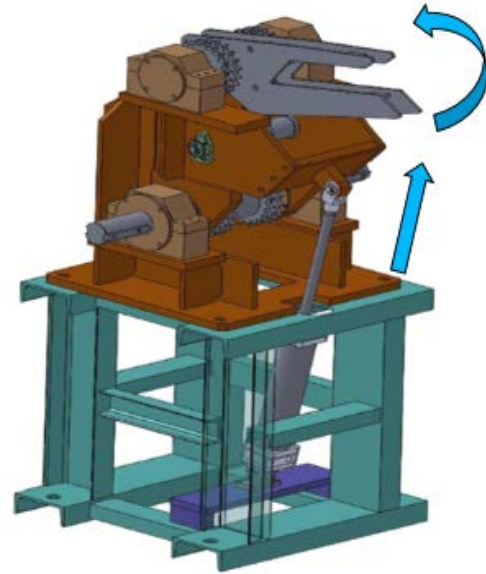
Sistemi kendi içerisinde kısımlara ayırırsak;

Giriş role yolu, transfer arabası, transfer zincirleri, çatal çevirici, master tablası, magnetler, paket asansörü ve çıkış role yolu gibi ana kısımlardan oluşmaktadır.

Giriş role yolundaki malzemeler transfer sistemi ile paketleme zincirli transferlerinin üzerine alınmaktadır.



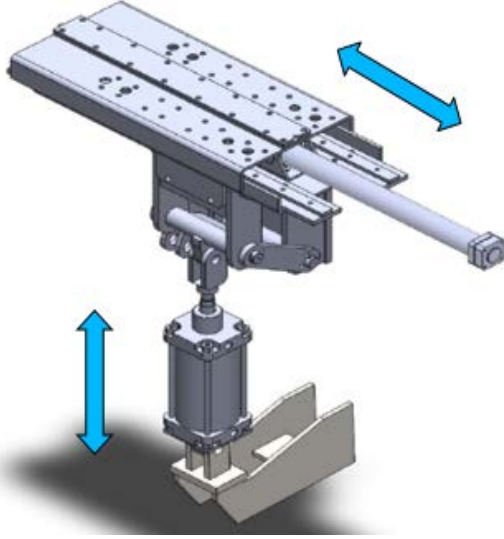
Şekil 2. Giriş role yolu ve transfer arabası



Şekil 4. Çatal çevirici

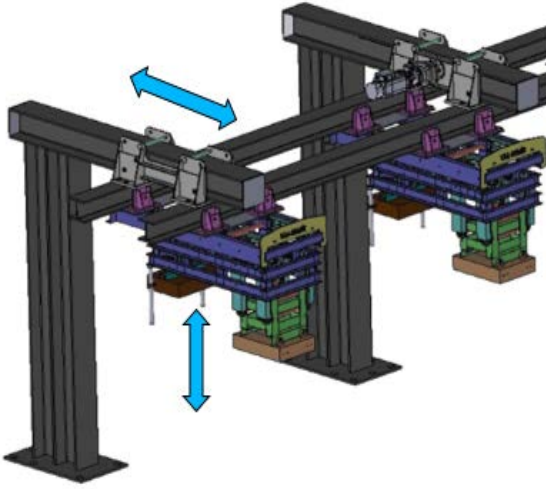
Ticari olarak talep edilen boyda kesilen mamuller testere role yolundan paketleme giriş role yoluna transfer olmaktadır.

Paket şekli itibari ile ters dönmesi gereken malzemeler giriş zinciri üzerinde ilerlerken geliştirilen çatal dizaynı ile ters çevrilmektedir.



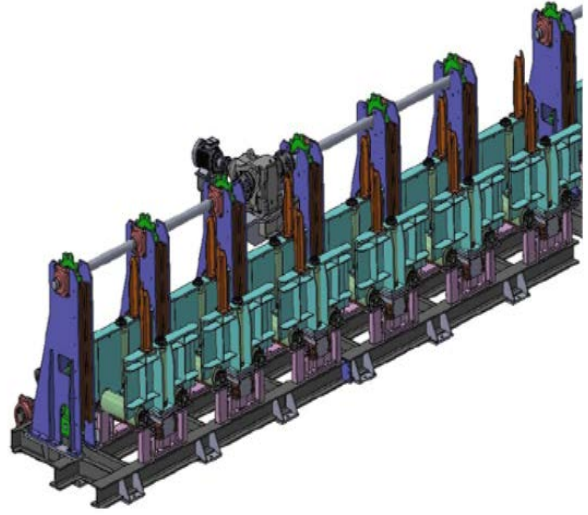
Şekil 5. Master tablası

Master tablası magneti besleyecek mamulleri ters ya da düz olarak servisini sağlanmaktadır.



Şekil 6. Magnetler

Magnetlerde daha önceden ayrılmış sayıdaki mamulü asansör kolları üzerinde paketlenmesini sağlanmaktadır.



Şekil 7. Paket asansörü ve çıkış role yolu

İstenen paket şekline göre çubukların yan yana ve üst üste kaç sıra olacağı tespit edilerek PLC sistemine girilir. Paket şekli sağlandığında o paket için paketleme işlemi tamamlanmış olmaktadır.

Paket asansör sistemi hazır paketi çıkış role yolu üzerine bırakır. Sistem hızları hadde kapasitesine göre dizayn edilmiştir. PLC de her bir cins mamul için reçeteler oluşturulmaktadır.

Tasarlanan orta profil haddesi Paketleme Sistemi ile öncelikle üretim akışında devamlılık ve üretim kapasitesinin artması, işçi güvenliği ve maliyet düşürme ön planda tutulmuştur.

Ürün yelpazesinin genişlemesi, daha büyük ebatla ürünlerin üretilmesinin planlanması, üretim kapasitesinin artırılmasının amaçlanması bir bakıma insan gücünden ayrılıp daha teknolojik ve otomasyona dayalı bir sistemin ön görülmesini etkin kılmaktadır.

Manuel paketleme sistemine oranla, otomasyon donanımlı paketlenmede daha az insan gücüne ihtiyaç duyulacağından dolayı, düşük maliyetle artan kapasiteli üretim söz konusu olacaktır.

İnsan gücünden otomasyon sistemine geçilmesi maliyet düşümünü yanında, işletmeler için en önemli olan konulardan biri olan iş güvenliği açısından da büyük önem arz etmektedir.

3. SONUÇ

Patenti Kardemir Haddencilik'e ait olan Otomatik Paketleme sistemine geçilerek yukarıda anlatılan tüm iş kazalarının önüne geçilmiştir. Üretimde zaman kaybı azaltılmıştır.

Ürün yelpazesi genişletilerek daha büyük ebatlar için de üretimin gerçekleşmesi sağlanmıştır.

Ürünler elle hizalanmak yerine otomatik olarak sistem tarafından hizalandırıldığı için paket kalitesi artmıştır.

Gerek proje ve imalat gerek servis açısından dışa bağımlılık ortadan kalkmıştır.

Paketlemenin otomasyon sistemi sayesinde işlemler kontrollü bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Paket yapılan alanın daha hızlı boşaltılabilmesi ile mevcut kapasite artmıştır.

	Kazanım beklentisi	Kazanım yüzde aralığı (%)
İş gücü	√	75 - 100
Zaman kazanım	√	70 - 100
Kalite kazanım	√	30 - 50
Tasarım	√	90 - 100
Parametreler	√	30 - 50
Çevre ve sağlık	√	50 - 75
İş sağlığı ve güvenliği	√	80 - 100
Maliyet	√	50 - 75

4. KAYNAKLAR

[1]<http://online.turkpatent.gov.tr/EPATENT/servlet/DocumentViewRequestManager>

[2] TSELİKOV and V.V.SMIRNOV ROLLİNG MİLL / Roller tables

[3] Ters- elektro mıknatıs ile yakalayıp taşıyan magnetic tutucular. Evrak no:2007-G-139241 (Patent)

INVESTIGATION OF EFFECT T4, T5, T6 AGING HEAT TREATMENT ON THE HOT-PRESSED AZ91 MAGNESIUM ALLOY

SICAK PRESLENMİŞ AZ91 MAGNEZYUM ALAŞIMINA T4, T5, T6 YAŞLANDIRMA ISIL İŞLEMİNİN ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Naşide DARÇIN^{1a}, Melike GÜRLER^{1b}, Ramazan ÇITAK^{1c}, Ahmet GÜRAL^{1d}, Hanifi ÇİNİCİ^{1e}, Uğur Gökmen^{2a}

^{1a}Gazi Üniversitesi Teknoloji F. Metalurji ve Malz. Müh., Ankara, Türkiye, nasidedarcin@gmail.com

^{1b}Gazi Üniversitesi Teknoloji F. Metalurji ve Malz. Müh., Ankara, Türkiye, melikegurler92@gmail.com

^{1c}Gazi Üniversitesi Teknoloji F. Metalurji ve Malz. Müh., Ankara, Türkiye, citak@gazi.edu.tr

^{1d}Gazi Üniversitesi Teknoloji F. Metalurji ve Malz. Müh., Ankara, Türkiye, agural@gazi.edu.tr

^{1e}Gazi Üniversitesi Teknoloji F. Metalurji ve Malz. Müh., Ankara, Türkiye, hcinici@gazi.edu.tr

^{2a}Gazi Üniversitesi Teknik Bilimler MYO, Ankara, Türkiye, uugurgokmen@gazi.edu.tr

Özet

Bu çalışma kapsamında ön alaşımlı AZ91 tozları çelik kalıp içerisinde sıcaklık parametresi sabit tutularak (350°C) 200, 250 ve 300 MPa basınç değerlerinde 30 dakika süreyle preslenmiştir. Elde edilen toz metal blok numuneler T4, T5 ve T6 yaşlandırma ısıl işlemine tabi tutulmuştur. 410°C sıcaklıkta 20 saat çözeltiye alma ısıl işlemi ve suda soğutma işleminden sonra 170°C'de 16 saat süreyle T4, 220°C'de 6 saat süreyle T5, 180°C'de 20 saat süre ile T6 yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmıştır. Sıcak presleme ile üretilmiş ve farklı şartlarda yaşlandırma işlemi uygulanmış numunelerin mikroyapı incelemeleri, yoğunluk ve sertlik ölçümleri yapılmıştır. Presleme basıncı arttıkça yoğunluğun arttığı tespit edilmiştir. En yüksek sertlik değerine T6 ısıl işlemi uygulanan numunelerde ulaşılmıştır.

Anahtar kelimeler: AZ91 alaşımı, Sıcak Presleme, Isıl İşlem

Abstract

In this study, pre-alloyed AZ91 powders were pressed at 200, 250 and 300 MPa pressure for 30 minutes by keeping constant the temperature parameter (350°C) in the steel mold. The obtained powder metal block samples were subjected to aging heat treatment of T4, T5 and T6. Produced powder metal block samples were solution heat-treated at 410°C for 20 h. Later the experimental specimens were aged at 170°C for 16 h, 220°C for 6 h, 180°C for 20 h for T4, T5 and T6, respectively. Depending on the heat treatment conditions of hot pressed powder metal block samples, hardness values are compared and the microstructure was characterized. The density was found to rises as the pressing pressure increases. The highest hardness value was reached in samples subjected to T6 heat treatment.

Keywords: AZ91 alloy, Hot Pressing, Heat Treatment

1. Giriş

Günümüz teknolojisinde parçacık takviyeli magnezyum matrisli kompozitler düşük yoğunluğu, yüksek spesifik mukavemeti, yüksek spesifik rijitlik ve basit hazırlama işlem süreci nedeniyle otomotiv, savunma ve uzay alanında yoğun ilgi görmektedir [1]. Mg günümüzde konstrüksiyon malzemesi olarak kullanılan metalik malzemeler arasında en hafiflerinden birisidir. Magnezyum (Mg) sıra dışı hafif bir metaldir. 1.74 g/cm³ yoğunluğu ile Alüminyumdan 1.6 kat, çelikten 4.5 kat daha az yoğunluğa sahiptir [2]. Mg temelli alaşımlar düşük yoğunluğundan dolayı mikroelektronik, telekomünikasyon, uzay ve otomobil endüstrisi gibi birçok mühendislik alanında kullanılmaktadır. Özellikle iyi sönümlene karakteristiği sayesinde otomotiv sektöründe sıkça kullanılır [3,4]. Çok çeşitli metal alaşımları arasında AZ serisi (alüminyum ve çinko) alaşımlar yaygın olarak bulunur ve imalat sanayinde kullanılır [3,4]. AZ91 alaşımı, en yaygın kullanılan magnezyum alaşımıdır. Al elementinin çok miktarda yaşlandırma ile sertleştirilebilirliği göz önüne alındığında, AZ91 alaşımının ısıl işleme maruz kalan sıcak plastik şekillendirme yöntemleri ile güçlenmesinin büyük bir potansiyeli vardır [5]. Alüminyum, magnezyum, silisyum ve alaşımları metal matrisli kompozit üretiminde, hafif ve sünek yapıda olmalarından dolayı en çok kullanılan matris malzemeleridir. İşleme kolaylığı, hafiflik, korozyon direnci ve takviye edilebilirlik gibi özelliklere sahip olan alüminyum, genel tercih sebebinin oluşturmaktadır [6]. AZ91 alaşımları temel olarak Mg-Al-Zn elementlerinden oluşmakta olup çoğunlukla otomobil parçalarının dökümünde kullanılmaktadır. Bu alaşımlar diğer magnezyum alaşımları ile karşılaştırıldığında daha iyi döküm ve daha yüksek akma dayanımı özellikleri sergilemektedir. AZ91 alaşımı yaklaşık olarak ağırlıkça % 9 Al ve % 1 Zn içermektedir. Son zamanlarda toz metalurjisi (TM) ile malzeme üretimi en hızlı gelişen imalat yöntemlerinden birisi olmuştur. TM yöntemiyle Alüminyum parça üretimi, maliyet etkin süreçleri ve yüksek üretim hacminde net şekilli ürünleri imal etme kabiliyeti nedeniyle umut verici metal şekillendirme tekniği olarak görülüyor [7]. Sıcak presleme bu üretim yöntemlerinden biridir. Sıcak presleme kısa işlem süreleri ve tam yoğunlaştırma kapasitesi gibi avantajlar

sağlayan bir TM tekniğidir [8]. Yapılan çalışmada sabit sıcaklık değerinde farklı basınçlarda AZ91 toz metal parçalar üretilmiştir. Elde edilen numuneler, T4, T5 ve T6 ısıtma işlemlerine tabi tutulmuş ve akabinde makro/mikro incelemeler yapılmıştır.

2. Materyal ve Metot

Yapılan çalışmada sabit sıcaklıkta ve farklı presleme basınçlarında AZ91 toz metal parçalar üretilmiştir. Kullanılan AZ91 tozlarının kimyasal analizleri Çizelge 1'de verilmiştir. Ön alaşım AZ91 tozları çelik kalıp içerisinde 350°C sabit sıcaklıkta 200, 250 ve 300 MPa basınç değerlerinde 30 dakika süreyle sıcak olarak preslenmiştir. Presleme sonrasında 60x60x10 mm boyutlarında blok numuneler elde edilmiştir. Daha sonra üretilen numuneler yaşlandırma işlemine tabi tutulmuştur. Numunelere uygulanan yaşlandırma ısıtma işlemlerinin süre ve sıcaklık değerleri Çizelge 2'de verilmiştir. Kullanılan AZ91 magnezyum alaşımının ortalama toz boyutu dağılımı 150 mikron altıdır. Bütün numunelere 410°C'de 20 saat çözeltiye alma ısıtma işlemi ve suda soğutma yapılmıştır.

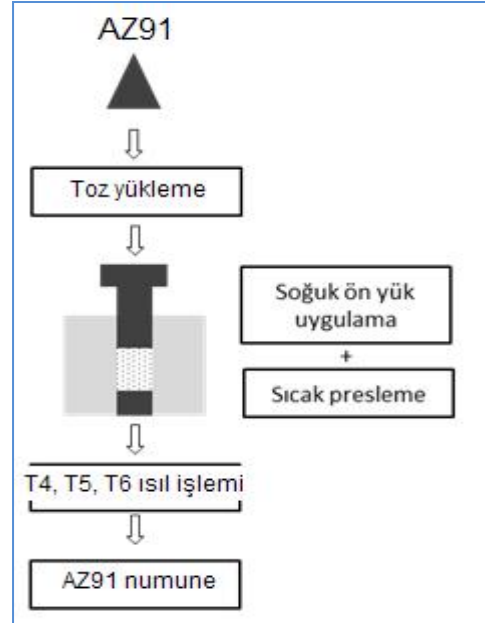
Çizelge 1. AZ91 Magnezyum alaşımının kimyasal kompozisyonu

Element	Al	Mn	Si	Fe	Zn	Mg
Ağırlık (%)	9	0,38	0,43	0,05	1,21	Kalan

Çizelge 2. Numunelere uygulanan yaşlandırma ısıtma işlemlerinin süre ve sıcaklık değerleri

Presleme Basıncı (MPa)	T4	T5	T6
200	170°C 16 saat	220°C 6 saat	180°C 20 saat
250	170°C 16 saat	220°C 6 saat	180°C 20 saat
300	170°C 16 saat	220°C 6 saat	180°C 20 saat

AZ91 toz metal parçaların üretimi Şekil 1'de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 1. AZ91 toz metal parçaların üretimi

Sıcak preslenmiş toz metal malzemelerin yoğunlukları Sartorius marka terazi ve yoğunluk kiti kullanılarak Eşitlik 1'de verilen Arşimet prensibine göre belirlenmiştir.

$$d = \frac{m}{V_y - V_s} \quad (\text{Eş.1})$$

Eşitlik 1' e göre;

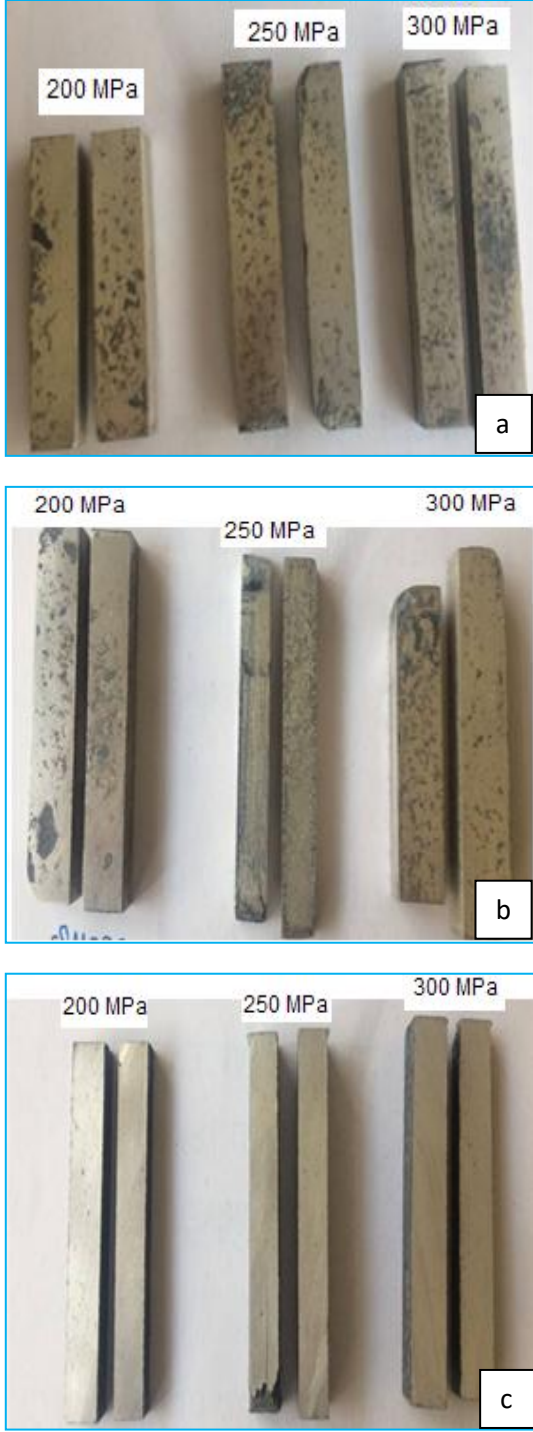
d: Yoğunluk (g/cm³)

m: Ağırlık (g)

V_y: Yaş ağırlık (g)

V_s: Su içerisindeki ağırlık (g)

Üretilen AZ91 numunelerin yaşlandırma ısıtma işlemi sonrası mikroyapıları SEM yardımı ile incelenmiştir. Sertlik ölçümleri Emco test duravison 2000 marka sertlik ölçüm cihazı kullanılarak Vickers olarak ölçülmüştür. Vickers sertliğinin ölçümü, 15 saniye boyunca yatay eksen boyunca farklı noktalardan ortalama değer alınarak belirlenmiştir. Sabit sıcaklıkta ve farklı presleme basınçlarında üretilmiş akabinde T4, T5, T6 ısıtma işlemi uygulanmış AZ91 toz metal parçaların makro görüntüleri Şekil 2'de verilmiştir.

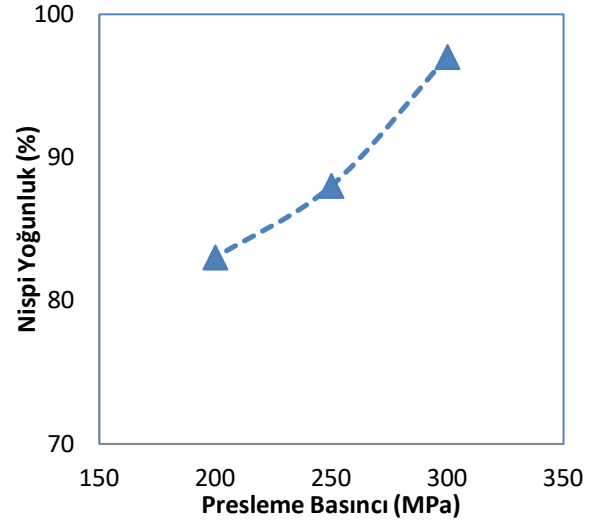


Şekil 2. AZ91 toz metal parçaların makro görüntüleri: a) T4 b) T5 ve c) T6 ısıtılması uygulanmış numuneler

3. Deneysel Sonuçlar

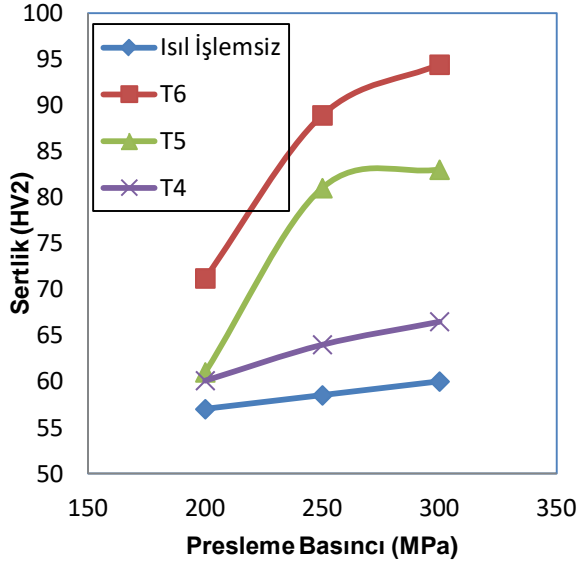
Sabit sıcaklıkta ve farklı basınçlarda (200, 250 ve 300 MPa) preslenmiş AZ91 esaslı kompozit malzemelerin yoğunluk değişimi Şekil 3'te verilmiştir. Artan basınca bağlı olarak yoğunluk değerinde artış olduğu gözlenmiştir. En yüksek nispi yoğunluk değerine 300 MPa presleme basıncında üretilmiş numunelerde ulaşılmıştır. 200 Mpa ve 250 MPa basınç değerlerinde elde edilen yoğunluk değerlerinin kısmen yakın olduğu söylenebilir. Artan basınç ile birlikte yoğunlukta

meydana gelen artışın sebebinin matris yapı üzerinde bulunan gözeneklerin kısmen kapanmasında kaynaklı olduğu düşünülmektedir.



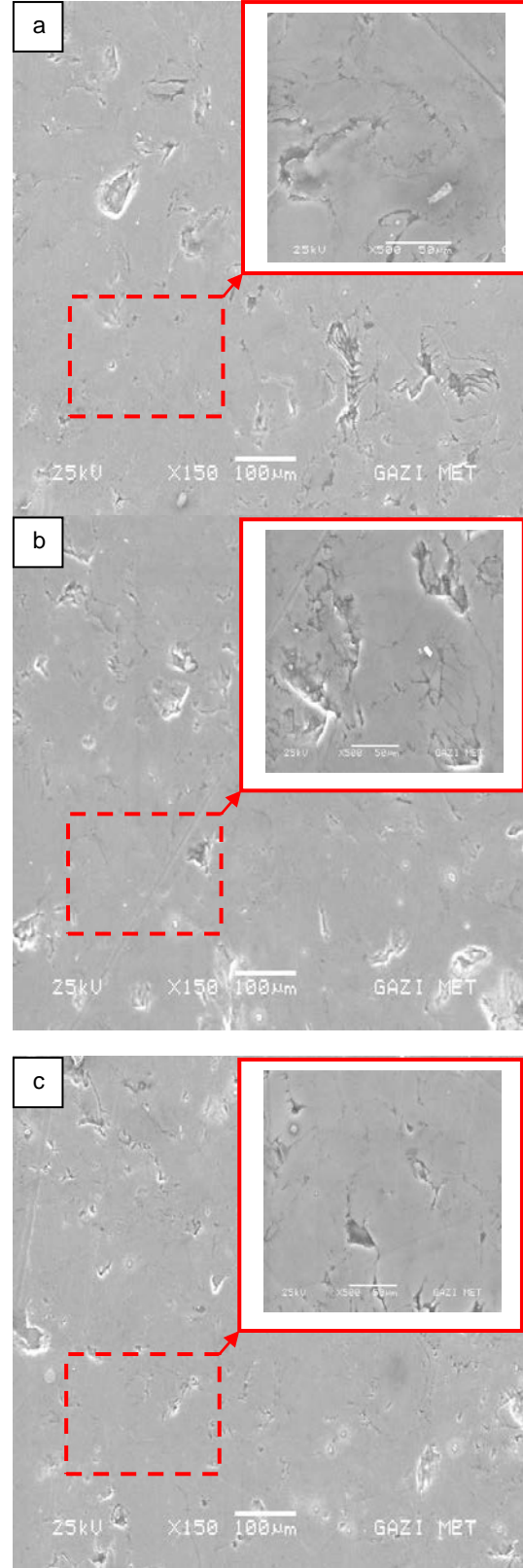
Şekil 3. AZ91 esaslı toz metal parçaların basınç artışına bağlı olarak yoğunluk değişimi

Şekil 4'te farklı sıkıştırma basınçlarında preslenmiş numunelerin yaşlandırma işlemi sonrası ve ısıtılması uygulanmamış numunelerden elde edilen sertlik değerleri gösterilmiştir. Bütün numunelerde presleme basıncındaki artışa bağlı olarak sertlikte artış meydana gelmiştir. Presleme basıncına bağlı olarak yoğunluk artışındaki durum sertlik artışını destekler niteliktedir. Yapılan çalışmalar incelendiğinde, AZ91 Mg alaşımının sertlik değerinin 77 HV olduğu bildirilmiştir [9]. Yaşlandırma işlemi uygulanmamış toz metal blok numunelerde 57 HV ile en düşük sertlik değeri 200 MPa basınçta preslenmiş numunelerde en yüksek sertlik değeri ise 60 HV ile 300 MPa basınçta preslenmiş numunelerde tespit edilmiştir. Yaşlandırma işlemine tabi tutulmuş AZ91 numunelerde en düşük sertlik değeri 62 HV ile 200 MPa basınçta sıkıştırılmış ve T4 ısıtılması uygulanmış numunelerde en yüksek sertlik değeri 95 HV ile 300 MPa basınçta sıkıştırılmış T6 ısıtılması uygulanmış numunelerde tespit edilmiştir. Kullanılan presleme basıncının ve uygulanan ısıtılması işlem şartlarının AZ91 toz metal parçaların sertliğine direkt etki ettiği gözlenmiştir.



Şekil 4. AZ91 esaslı toz metal parçaların basınç artışına ve yaşlandırma şartlarına bağlı olarak sertlik değişimi

Şekil 5'te farklı presleme basınçlarında preslenmiş ve akabinde yaşlandırma işlemine tabi tutulmuş numunelere ait SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 5'te verilen SEM resimleri üzerinde bulunan kutucuklarda 500 büyütme görüntüler sunulmuştur. Şekil 5'te verilen görüntülere göre toz metal parça yüzeyinde var olan gözeneklerin homojen olarak dağıldığı söylenebilir. AZ91 matris yüzeyinde SEM görüntülerine göre bazı bölgelerde kısmen gözenek kümelenmelerinin olduğu gözlenmiştir. Toz metal blok numunelerin farklı bölgelerinden farklı açılarda ve büyüklüklerde alınan görüntüler incelendiğinde tane sınırı boyunca boşluk olduğu gözlenmiştir. Tane sınırlarında meydana gelen kısmi kümelenmelerin ve parçacıklar etrafında bulunan boşlukların yoğunlukta meydana gelen değişime sebep olduğu düşünülmektedir. Artan presleme basıncı ile matris yüzeyinde bulunan boşlukların, tane içerisinde var olan mikro boşlukların kısmen kapandığı gözlenmiştir. Bu durum presleme basıncı ile yoğunlukta ve sertlikte meydana gelen artışı destekler niteliktedir. Benzer sonuçlara daha önce yapılan çalışmalarda rastlanmıştır [10].



Şekil 5. Farklı basınçlarda preslenmiş AZ91 esaslı toz metal parçaların SEM görüntüleri a) 200 MPa b) 250 MPa c) 300 MPa

4. Sonuçlar

DeneySEL çalıřmalar sonucunda ön alařımlı AZ91 esaslı toz metal blok numuneler sabit sıcaklıkta (350°C) ve deęiřen presleme basınçlarında (200, 250 ve 300 MPa) sıcak presleme yöntemiyle üretilmiştir. Elde edilen toz metal malzemelere T4, T5 ve T6 yařlandırma işlemleri uygulanmıştır. Deęiřen presleme basıncına baęlı olarak numuneler karakterize edilmiştir. AZ91 esaslı toz metal blok numunelerde artan presleme basıncı ile yoğunlukta artış tespit edilmiştir. Presleme basıncı ile artan yoğunluęa paralel olarak numunelerin sertliğinde de artış gözlenmiştir. Uygulanan yařlandırma işlemi ile numunelerin sertliğinde artış olduęu tespit edilmiştir. En yüksek sertlik deęeri T6 işlemi ile kazandırılmıştır.

Kaynaklar

- [1] Prasad, Y. V. R. K., Rao, K. P., & Gupta, M., Hot workability and deformation mechanisms in Mg/nano–Al₂O₃ composite. *Composites Science and Technology*, 69(7), 1070-1076, 2009.
- [2] Staiger, M. P., Pietak, A. M., Huadmai, J., & Dias, G., Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: a review. *Biomaterials*, 27(9), 1728-1734, 2006.
- [3] Sunil, B. R., Ganesh, K. V., Pavan, P., Vadapalli, G., Swarnalatha, C., Swapna, P., ... & Reddy, G. P. K., Effect of aluminum content on machining characteristics of AZ31 and AZ91 magnesium alloys during drilling. *Journal of Magnesium and Alloys*, 4(1), 15-21, 2016.
- [4] Mordike, B. L., & Ebert, T., Magnesium: Properties—applications—potential. *Materials Science and Engineering: A*, 302(1), 37-45, 2001.
- [5] Zhang, Z., Yu, H., Chen, G., Yu, H., & Xu, C., Correlation between microstructure and tensile properties in powder metallurgy AZ91 alloys. *Materials Letters*, 65(17), 2686-2689, 2011.
- [6] Li Y.,Zhao Y.H., Ortalan V., Liu W., ZhangZ.H., Vogt R.G., Browning N.D., Lavernia E.J., Schoenung J.M., Investigation of aluminum based nano composites with ultra high strength. *Materials Science and Engineering A527:305–316*, 2009.
- [7] Tařcı, U; Gökmen, U., Sıcak Presleme Yoluyla Al-Si14-Cu2,5-Mg0,5 Matrisli Al₂O₃ V ve B₄C Parçacık İlaveli Hibrit Kompozitlerin Üretimi, 2. Savunma Sanayii Sempozyumu, pp. 938-945, 2017, Kırıkkale.
- [8] Fogagnolo, J. B., Robert, M. H., Ruiz-Navas, E. M., & Torralba, J. M., 6061 Al reinforced with zirconium diboride particles processed by conventional powder metallurgy and mechanical alloying. *Journal of Materials Science*, 39(1), 127-132, 2004.
- [9]. Candan, S., Unal, M., Turkmen, M., Koc, E., Turen, Y., & Candan, E. (2009). Improvement of mechanical and corrosion properties of magnesium alloy by lead addition. *Materials Science and Engineering: A*, 501(1), 115-118
- [10] Gökmen, U., Kırmızı, G., Bircan, H., Çinici, H., AZ91 matrisli TiB₂ takviyeli kompozitlerin yařlandırma davranıřı ve karakterizasyonu, 2. Savunma Sanayii Sempozyumu, pp. 262-271, 2017, Kırıkkale.

THE EFFECT OF DEPOSITION CYCLES ON THE NO GAS SENSING CHARACTERIZATION OF NANOSTRUCTURE $Zn_{0.75}Sn_{0.25}O$ FILMS

Irmak Karaduman¹, Tuğba Çorlu¹, Memet Ali Yıldırım², Aytunç Ateş³, Selim Acar^{1*}

¹Department of Physics, Science Faculty, Gazi University, Ankara, Turkey

²Department of Electric Electronics Engineering, Engineering Faculty, Erzincan University, Erzincan, Turkey

³Department of Material Engineering, Engineering and Natural Sciences Faculty, Yıldırım Beyazıt University, Ankara, Turkey
sacar@gazi.edu.tr

Abstract

Nanostructured $Zn_{0.75}Sn_{0.25}O$ films with different deposition cycles were deposited on glass substrates using a successive ionic layer adsorption and reaction (SILAR) method at room temperature. The NO gas sensing properties of films were studied as a function of temperature and deposition cycle. The maximum response was found 54 % for 40 cycles at 105 °C. Deposition cycle of the films were shown to influence the amount of adsorbed oxygen present on the sensing surface and plays an important role in determining the response values of the sensors. The results of influence of deposition cycle, surface morphology and gas sensing values are presented and discussed.

Keywords: Gas Sensors, SILAR, Deposition Cycle

1. Introduction

During the last decades, gas sensors based on metal oxide semiconductors have attracted the attention of environmentalist and many others for detecting harmful and toxic gases efficiently. Among the materials, ZnO is one of the most promising and useful materials for gas sensors. ZnO is an n-type direct band semiconductor having a wide-band gap (3.4 eV), low resistivity and high transparency in the visible range [1-3].

The effect of film thickness, as well as the sensing temperature, on the sensor characteristics of sensing films was reported [4]. Many researchers mentioned a variety of techniques used to prepare the sensing films, i.e. thermal evaporation [5], spray pyrolysis [6], SILAR [7], and sputtering [8]. The sensor characteristics of sensing films are affected by the film structure, morphology, and film thickness, which are determined by the film preparation procedure. In addition, the sensing temperature and film thickness are important parameters that affect the gas sensing properties in terms of sensitivity, response, and recovery time. However, a technique, which is the most reliable and economic, is the main goal [8-9].

Especially, SILAR method has several advantages in producing the sensing films suitable for the gas sensor. As a method of thin film growth, SILAR is simple, flexible, and offers an easy way to dope film. It does not require high quality substrates, and can operate at room temperature without the need for vacuum. Besides it is also cost-effective and it can adapt to any substrate material (insoluble) or surface profile. Growth parameters are relatively easy to control and the

stoichiometric deposit and different grain structures can be realized [10-11].

So, this method is based on the acts of adsorption of cations and then anions from solutions, whose interaction on the substrate surface produces poorly soluble compounds, such as hydroxides, peroxides and oxides hydrates. Then, the samples are being washed with distilled water, which remove excess of salt, treated with a H_2O_2 (OH⁻) solution, and again washed. One such treatment comprises one deposition cycle. The duration of each treatment depends on the time of every stage of sorption and removal of excess reagents [12-13].

The main purpose of the current study is to present the effect of deposition cycle on the NO gas sensing properties of nanostructured $Zn_{0.75}Sn_{0.25}O$ films. Nanostructured $Zn_{0.75}Sn_{0.25}O$ films with different deposition cycles were deposited on glass substrates using a successive ionic layer adsorption and reaction (SILAR) method at room temperature. Gas sensing properties of these nanostructures towards to low level NO gas concentration are investigated as a function of deposition cycles.

2. Experimental Study

The interdigitated gold electrodes were coated on a glass substrate by e-beam. Then, $Zn_{0.75}Cu_{0.25}O$ nanostructures were grown on electrodes at room temperature by using SILAR method [14]. To grow $Zn_{1-x}Sn_xO$ nanostructures, aqueous zinc-ammonia complex ions ($[Zn(NH_3)_4]^{2+}$) and aqueous tin-ammonia complex ions ($[Sn(NH_3)_4]^{2+}$) were chosen for the cation precursors, in which trace metals basis of $ZnCl_2$ (99,9%, Sigma–Aldrich) of 0.1M, $SnCl_2$ (99,9%, Sigma–Aldrich) of 0.1M as sources for Zn, Sn and aqueous ammonia solution (NH_3 -28%, Sigma–Aldrich) were used. Deionized water was used as a solvent. The molar ratio 1:10 of Zn-Sn: NH_3 was obtained as a result of several experiments [15].

$Zn_{0.75}Sn_{0.25}O$ nanostructures were grown by repeating different SILAR cycles. To investigate morphological properties of films, the FEI Quanta FEG 450 model Scanning Electron Microscope was used, respectively. The gas-sensing performance of the sensors was tested with a gas-sensing measurement system. The gas sensing measurement system working principle is given in our previous works [16-17]. The gas sensing measurements were carried out for NO gas at different concentrations from 50 ppb to 25 ppm and different operating temperatures between 35 °C and 135 °C with

10 °C steps. The NO concentration and dry airflow rates were controlled by computer controlled mass flow controllers (MKS Series). A LakeShore 325 temperature controller with platinum RTDs was used to maintain a constant temperature. The sensor resistance was continuously monitored with a computer controlled system by using a Keithley 2400 source meter and data was collected in real-time using a computer with corresponding data acquisition hardware and software.

3. Results and Discussions

Fig 1, 2 and 3 show the SEM images of nanostructure $Zn_{0.75}Sn_{0.25}O$ film for 20,30 and 40 cycle, respectively. The SEM images show that crystallization quality and surface morphology of the nanostructures are changed with the deposition cycle.

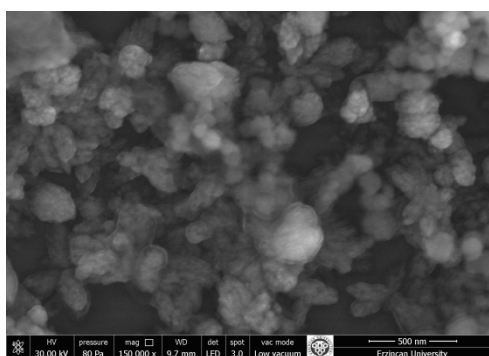


Fig 1. The SEM images of 20 cycle $Zn_{0.75}Sn_{0.25}O$ film

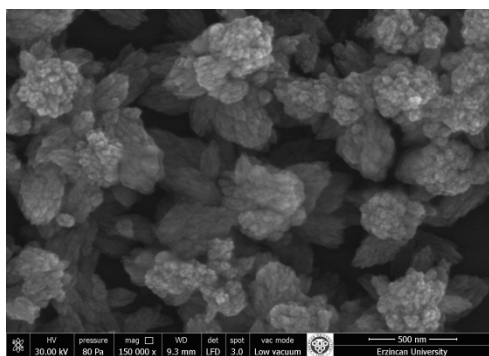


Fig 2. The SEM images of 30 cycle $Zn_{0.75}Sn_{0.25}O$ film

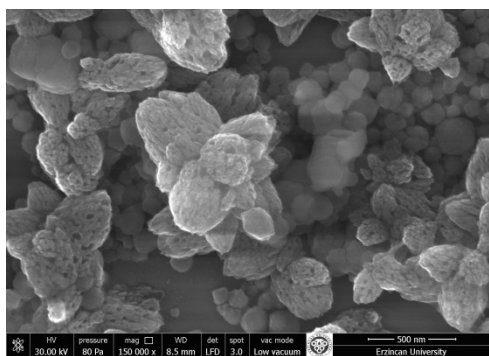


Fig 3. The SEM images of 40 cycle $Zn_{0.75}Sn_{0.25}O$ film

As is well-known, the response of a MOS gas sensor is highly influenced by the operating temperature. For practical use, it is desirable to operate the devices at a lower temperature [18]. In order to explore the relationship between gas response and operating temperature, the sensors were tested for 25 ppm NO gas at different operating temperatures from 35 °C to 135 °C. Fig.4 shows the behavior of the sensor responses as a function of operating temperature.

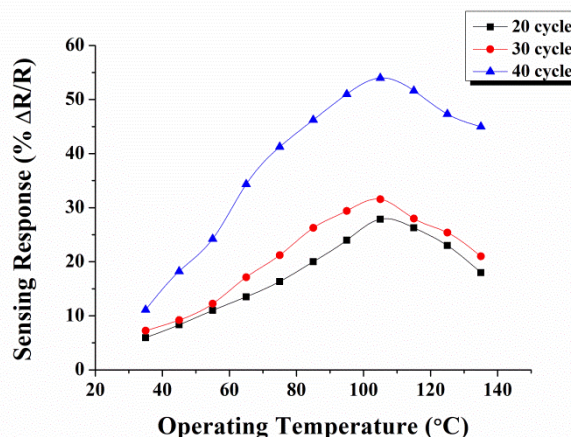


Fig 4. The gas sensing behavior of the sensor responses as a function of operating temperature

Fig. 5 displays the dynamic gas measurements of the 20 cycle sensor for different gas concentrations from 50 ppb to 25 ppm at operating temperature of 105 °C. All the sensors experienced a rapid response when contacted with NO gas and then reached their stable response levels. As exposure to dry air, a very quick decrease of the sensor responses to their original states was observed. Fig 6 and Fig 7 exhibit the the dynamic gas measurements of 30 cycle and 40 cycle, respectively.

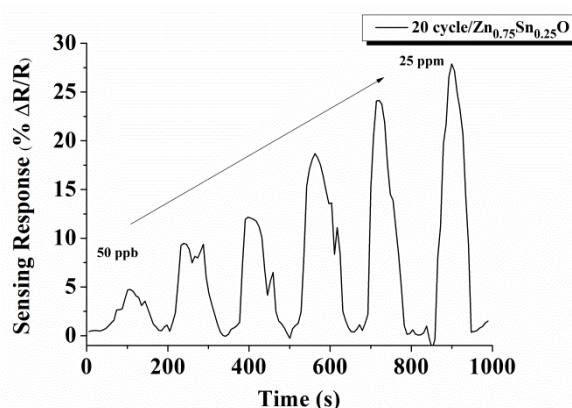


Fig 5. The response of 20 cycle as a function of time for different gas concentrations from 50 ppb to 25 ppm

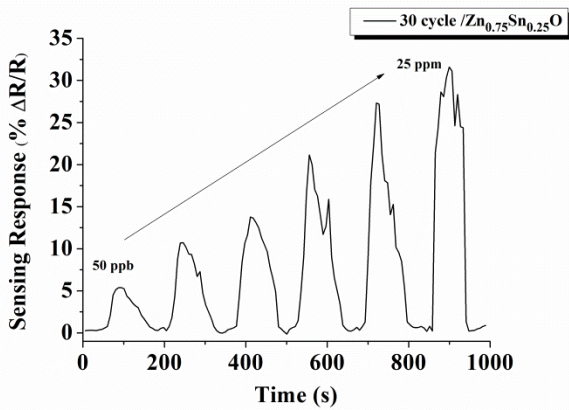


Fig 6. The response of 20 cycle as a function of time for different gas concentrations from 50 ppb to 25 ppm

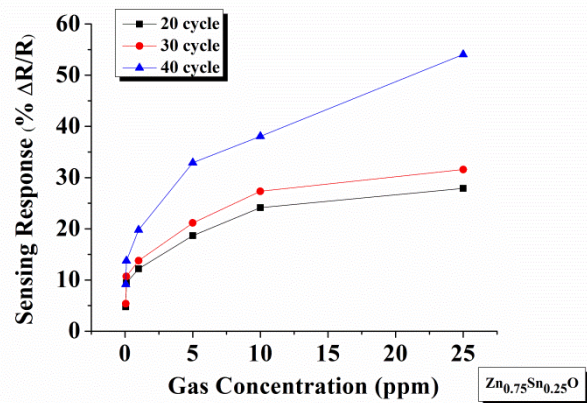


Fig 8. The responses of sensors as a function of gas concentrations

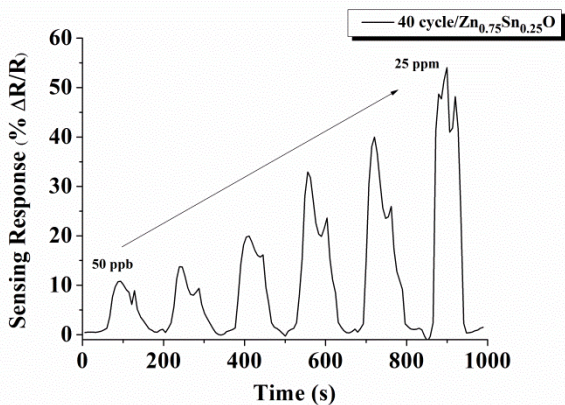


Fig 7. The response of 40 cycle as a function of time for different gas concentrations from 50 ppb to 25 ppm

The maximum response was found 54 % for 40 cycle sensor. It can be seen from the figures, the responses increase with increasing deposition cycle. Fig. 8 shows the response of the sensors as a function of gas concentrations. The responses of 25 ppm NO gas were calculated 28%, 32% and 54% for 20, 30 and 40 cycle, respectively. It can be noticed that the films show acceptable responses to 50 ppb NO gas

The principle of metal oxide sensors was clearly demonstrated. Owing to chemical reactions between target gas and chemisorbed oxygen species (O^- , O_2^- , and O^{2-}) on the metal oxide sensors' surface, the resistivity became to change when the sensors are exposed to target gas [19]. Because of forming electron depletion regions on the surface, ZnO nanostructures' conduction band's electrons are trapped O_2 molecules in the air which are chemically adsorbed on the surface of the ZnO when then type ZnO nanostructures are exposed to air. The attraction of additional electrons from the conduction band are caused to increase resistance ($R_{air} < R_{gas}$) when exposed to an oxidizing gas such as NO [20-21].

The sensitivity of the metal oxide semiconductor sensor is mainly determined by the interaction between the target gas and the surface of the sensor [22]. The greater the surface area of the materials, the stronger interaction between the adsorbed gases and the sensor surface, i.e. the higher the gas sensing sensitivity. It can be observed from SEM morphologies as shown in Fig.1,2 and 3. 40 cycle sensor exhibits high surface area compared to other sensors.

4. Conclusion

In summary, the morphological and gas sensing properties of $Zn_{0.75}Sn_{0.25}O$ films with different deposition cycles prepared by SILAR method were investigated. 40 cycle film shows a high response to NO gas at low operating temperature 105 °C. Our results indicate that the sensors have potential applications in fabricating practical gas sensor devices.

Acknowledgements

We would like to acknowledge the financial support given by TUBITAK with Project No: 115M658 and Gazi University Scientific Research Foundation, Project No: 05/2016-21.

References

- [1] Hassan M.M., Khan W., Mishra P., Islam S.S., Naqvi A.H., Enhancement in alcohol vapor sensitivity of Cr doped ZnO gas sensor, *Mater. Res. Bull.* 93, 2017, 391–400
- [2] Deng X., Zhang L., Guo J., Chen Q., Ma J., ZnO enhanced NiO-based gas sensors towards ethanol, *Mater. Res. Bull.* 90, 2017, 170–174
- [3] Gómez-Pozos H., Arredondo E. J. L., Álvarez A. M., Biswal R., Kudriavtsev Y., Pérez J. V., Casallas-Moreno Y. L., Amador María de la Luz Olvera, Cu-Doped ZnO Thin Films Deposited by a Sol-Gel Process Using Two Copper Precursors: Gas-Sensing Performance in a Propane Atmosphere, *Materials* 2016, 9, 87; doi:10.3390/ma9020087.
- [4] Chowdhuri A., Gupta V., Sreenivas K., Thickness Dependence Effects Of Cuo Islands On SnO₂ In The Nano-Scale Range For H₂S Gas Sensing Applications *Rev. Adv. Mater. Sci.* 4 2003, 75-78
- [5] Ponhan W., Phadungthitidhada S., Choopun S., Fabrication of ethanol sensors based on ZnO thin film field-effect transistor prepared by thermal evaporation deposition, *Materials Today: Proceedings* 4 (2017) 6342–6348
- [6] Shinde S.D., Patil G.E., Kajale D.D., Gaikwad V.B., Jain G.H., Synthesis of ZnO nanorods by spray pyrolysis for H₂S gas sensor, *J. Alloy. Compd.* 528,2012, 109–114
- [7] Patil V.L., Sharadrao Vanalakar A., Patil P. S., Kim J. H., Fabrication of nanostructured ZnO thin films based NO₂ gas sensor via SILAR technique, *Sens. Actuators B* 239 (2017) 1185–1193
- [8] Kim S.-H., Shim G.-I., Choi S.-Y., Fabrication of Nb-doped ZnO nanowall structure by RF magnetron sputter for enhanced gas-sensing properties, *J. Alloy. Compd.* 698, 2017,77-86
- [9] Shishiyanu S.T., Shishiyanu T.S., Lupan O.I., Sensing characteristics of tin-doped ZnO thin films as NO₂ gas sensor, *Sens. Actuators B* 107 (2005) 379–386.
- [10] Lupan O.I., Shishiyanu S.T., Shishiyanu T.S., Nitrogen oxides and ammonia sensing characteristics of SILAR deposited ZnO thin film, *Superlattices Microstruct.* 42 (2007) 375–378
- [11] Tricoli A., Righettoni M., Teleki A, Semiconductor gas sensors: dry synthesis and application, *Angew. Chem. Int. Ed.* 49 (2010) 7632–7659
- [12] Lupan O., Shishiyanu S., Chow L., Shishiyanu T., Nanostructured zinc oxide gas sensors by successive ionic layer adsorption and reaction method and rapid

photothermal processing, *Thin Solid Films* 516, 2008, 3338–3345

- [13] Korotcenkov G, Tolstoy V., Schwank J., Boris I., Successive ionic layer deposition: possibilities for gas sensor applications, *Journal of Physics: Conference Series* 15, 2005, 45–50
- [14] Çorlu T., Karaduman I., Yildirim M. A., Ates A., Acar S., Effect Of Doping Materials On The Low-Level NO Gas Sensing Properties Of ZnO Thin Films, *Journal Of Electronic Materials*, 2017, 46;7
- [15] Yildirim M. A., Akaltun Y., Ates A., Characteristics of SnO₂ thin films prepared by SILAR, *Solid State Sciences* 14 (2012) 1282e1288
- [16] Karaduman I., Er E., Çelikkan H., Erk N., Acar S., Room-temperature ammonia gas sensor based on reduced graphene oxide nanocomposites decorated by Ag, Au and Pt nanoparticles, *J. Alloy. Compd.* 722 (2017) 569-578
- [17] Karaduman I., Barin O., Yıldız D. E., Acar S., The effect of ultraviolet irradiation on the ultra-thin HfO₂ based CO gas sensor, *J. Appl. Phys.* 118, 174501 (2015)
- [18] Sharma A., Tomar M., Gupta V., SnO₂ thin film sensor with enhanced response for NO₂ gas at lower temperatures, *Sens. Actuators B* 156, 2001, 743-752
- [19] Sonker R.K., Sabhajeet S.R., Singh S., Yadav B.C., Synthesis of ZnO nanopetals and its application as NO₂ gas sensor, *Mater. Lett.* 152, 2015, 189–191
- [20] Sun C., Maduraiveeran G., Dutta P., Nitric oxide sensors using combination of p- and n-type semiconducting oxides and its application for detecting NO in human breath, *Sens. Actuators B* 186 (2013) 117–125
- [21] Galstyan V., Comini E., Baratto C., Faglia G., Sberveglieri G., Nanostructured ZnO chemical gas sensors, *Ceram. Inter.* 41, 2015, 14239–14244
- [22] Liewhiran C., Phanichphant S., Influence of Thickness on Ethanol Sensing Characteristics of Doctor-bladed Thick Film from Flame-made ZnO Nanoparticles, *Sensors* 2007, 7, 185-201

POWDER INJECTION MOULDING OF 316L FEEDSTOCKS PREPARED WITH BINDER SYSTEM BASED ON DIFFERENT RATIOS POLYPROPYLENE

FARKLI ORANLARDA POLİPROPİLEN İLE HAZIRLANMIŞ 316L BESLEME STOKLARIN TOZ ENJEKSİYON KALIPLANABİLİRLİĞİ

Uğur Gökmen^{1a}, Arif Uzun^{2b}, Halil Karakoç^{3c}, Ruziye Çamkerten^{4d}, Hanifi Çinici^{5e}

^a Gazi Üniversitesi Teknik Bilimler MYO, Ankara, Türkiye, ugurgokmen@gazi.edu.tr

^b Kastamonu Üniversitesi Müh. Fak. Makine Müh. Böl., Kastamonu, Türkiye, auzun@kastamonu.edu.tr

^c Hacettepe Üniversitesi Ankara Sanayi Odası 1. OSB MYO, Ankara, Türkiye, Halil.karakoc@hacettepe.edu.tr

^d Gazi Üniversitesi Teknoloji F. Metalurji ve Malz. Müh., Ankara, Türkiye,

^e Gazi Üniversitesi Teknoloji F. Metalurji ve Malz. Müh., Ankara, Türkiye, hcinici@gazi.edu.tr

Özet

Yapılan çalışmada, ön alaşımlı 316L paslanmaz çelik tozu ve farklı polipropilen içeriğine sahip bağlayıcı sistemleri kullanılarak hazırlanan besleme stoklarının toz enjeksiyon kalıplama işlemi için reolojik özellikleri incelenmiştir. Farklı oranlarda polipropilen içeren üç farklı bağlayıcı sistemi (Polipropilen / parafin wax ve stearik asit) ile farklı oranlarda (hacimce %55-60-65) toz içeren besleme stokları hazırlanarak reolojik özellikler incelenmiştir. Bağlayıcı sistemleri içerisinde iskelet bağlayıcı olarak Polipropilen ve yağlayıcı olarak Stearik Asit kullanılmıştır. Deneysel çalışmalarda kullanılan ön alaşımlı 316L paslanmaz çelik tozunun ortalama partikül boyutu 20 µm'nin altındadır. Reoloji çalışmalarında kullanılan kılcal reometrenin sıcaklıkları 150-190°C arasında, basınç değerleri ise 0,298-2,069 MPa arasında değiştirilmiştir. Sıcaklık ve basınca bağlı olarak besleme stoklarının kayma hızları ve viskoziteleri belirlenmiştir. Artan sıcaklık ve basınç ile viskozitede azalma tespit edilmiştir. Besleme stokları içerisinde bulunan polipropilen miktarının artışına bağlı olarak viskozitede artma tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Toz enjeksiyon kalıplama, Bağlayıcı, Akış davranışı

Abstract

In the study, the rheological properties for powder injection molding process of feedstocks which have been prepared by using pre-alloyed 316L stainless steel and different ratios polypropylene containing binder systems have been examined. The rheological properties have been determined by preparing three different binders system (Polypropylene / paraffin wax and stearic acid) and feedstocks containing different proportions (55, 60, 65% by volume) of powder. Polypropylene (PP) was used as skeleton binder and steric acid (SA) was used as lubricant for binder system. The average particle size of pre-alloyed 316L powder used in experimental studies is under 20 µm. The capillary rheometer temperatures used in rheological studies were changed between 150-190°C, and pressure values were changed between 0.298-2.069 MPa. Depending on the pressure and

temperature, shear rate and viscosity of feedstocks have been determined. With rising temperature and pressure, the decline in viscosity was observed. Based on the Polypropylene ratios, the rises in viscosity of feedstocks have been determined.

Keywords: Powder injection moulding, Binder, Flow behavior

1. Giriş

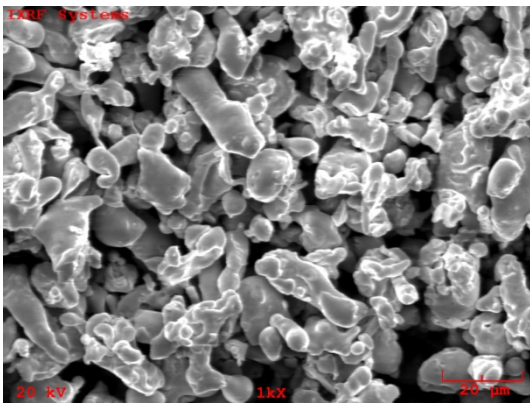
Teknolojideki ilerlemelere paralel olarak alternatif imalat yöntemleri geliştirilmektedir. Günümüz teknolojisindeki gelişmelere bağlı olarak seri üretim ve ekonomi, imalat sektöründe yaygın olarak aranılan nitelikler olmaya başlamıştır. Yüksek sertliğe ve aşınma direncine sahip çelik alaşımların özellikle işlenebilme ve şekillendirilebilmelerinde ortaya çıkan problemler bu malzemelerin üretimlerinde ve uygulamalarında çeşitli yöntemlerin gelişmesine ve denenmesine neden olmuştur [1]. Endüstride yaygın olarak tüketilen paslanmaz çelik alaşımların ürüne dönüştürülmesinde geleneksel yöntemlere alternatif olarak son zamanlarda Toz Metalurjisi (TM) ve Toz Enjeksiyon Kalıplama (TEK) yöntemleri yaygın olarak çalışılmaktadır. TEK teknolojisi, aslında önceden bilinen toz metalurjisi ve plastik enjeksiyon teknolojilerinin birlikte gerçekleştirilmesidir [2,3]. TEK, karmaşık geometriye sahip parçaların düşük maliyette ve yüksek miktarlarda üretilebilmesi için geliştirilmiş olan bir tekniktir. TEK yöntemi seramik ve metal kompozit parçaların üretimi için günümüzde yaygın olarak kullanılmaktadır [4,5]. Başarılı bir TEK işlemi için bağlayıcı miktarı ve bileşimi belirlenmesi gereken bir faktördür. Çok az miktarda bağlayıcı besleme stokları içerisinde boşluklar ile birlikte yüksek viskoziteye neden olmaktadır ve bu durum kalıplama işlemi sırasında zorlanmaya sebep olmaktadır. Ayrıca çok miktarda bağlayıcı kalıplanmış parçanın bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemleri sırasında şekil kaybına ve çarpılmaya neden olmaktadır. Toz - bağlayıcı arasında bağlayıcının bir miktarı vardır ve bu değer besleme stokları için optimum değerdir. Bu değer kullanılan toz bağlayıcı sistemi için özeldir ve değişebilir. Hatasız bir TEK işlemi için besleme stoklarının akış davranışlarının belirlenmesi önemli bir aşamadır [3]. Besleme stoğu; toz ve

bağlayıcı karışımından oluşan, enjeksiyon kalıplama yöntemine ait bir terim olarak kabul edilebilir. Hazırlanan besleme stokları uygun basınç ve planlanan işlem sistematiği dâhilinde kalıplanarak ham yoğunluğa sahip ilk ürün elde edilir [4]. Besleme stokları viskoelastik bir davranışa sahip toz - bağlayıcı karışımlarıdır. Bir başka ifadeyle enjeksiyon kalıplama için kullanılacak toz ve bağlayıcı karışımların tanelenmiş halidir. Bir bağlayıcı sistemi içerisinde birden çok eleman bulunabilir [6, 7]. Çelik malzemeler, güncel teknolojik özelliklere uyum sağlayabildiği ve nispi olarak ucuz üretildiği için büyük ölçüde kullanılmaktadır. Çeliklerin birçok metalik malzemeye kıyasla üstün mekanik özelliklere sahip oldukları bilinmektedir. Kullanım alanlarına ve içerdiği alaşım elementinin miktarına ve cinsine göre çeşitli şekilde sınıflandırılır ve adlandırılırlar [8]. Günümüz endüstrisinde yaygın olarak tercih edilen çelik türlerinin başında paslanmaz çelikler gelmektedir.

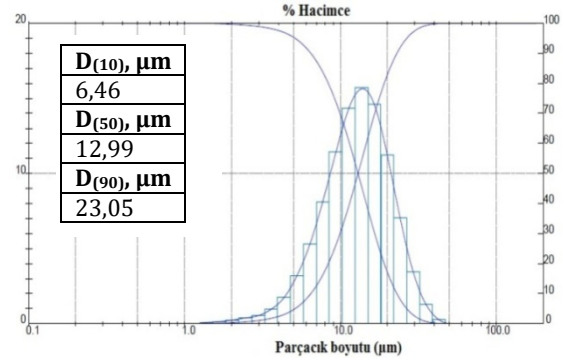
Bu çalışmada kapsamında iskelet bağlayıcı olarak Polipropilen kullanılarak 3 farklı bağlayıcı formülü hazırlanmıştır. Hazırlanan bağlayıcı formülleri farklı oranlarda (% hacimce 55, 60, 65) 316L tozu ile karıştırılarak besleme stokları hazırlanmıştır. Bağlayıcı formülleri içerisinde bulunan Polipropilen'in artışına bağlı olarak besleme stoklarının viskozite değişimleri incelenmiştir.

2. Malzeme ve metot

Deneysel çalışmalarda kullanılan ön alaşımlı 316L paslanmaz çelik tozu Ametek firmasından temin edilmiştir. 316L paslanmaz çelik tozunun kimyasal bileşimi Çizelge 1'de verilmiştir. Kullanılan ön alaşımlı 316L paslanmaz çelik tozu su atomize karmaşık şekilli bir tozdur ve JEOL JSM 6060LV taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak elde edilen görüntüleri Şekil 1'de gösterilmiştir. Malvern Mastersizer marka lazer saçınım boyut ölçme cihazı kullanılarak ortalama toz boyutu belirlenmiş ve parçacık boyut dağılımları Şekil 2'de verilmiştir.



Şekil 1: 316L paslanmaz çelik tozunun SEM görüntüsü



Şekil 2. 316L paslanmaz çelik tozunun boyut dağılım grafiği

Çizelge 1. 316L paslanmaz çelik tozunun kimyasal bileşimi

316L		
	Min.	Mak.
Cr	16.0	18.0
Ni	10.0	14.0
Mo	2.0	3.0
Mn	-	2.0
Si	-	0.75
C	-	0.03
P	-	0.045
S	-	0.03
Fe	Kalan	Kalan

Bağlayıcı formülleri F1, F2 ve F3 olarak adlandırılmıştır (Çizelge 2). Tüm bağlayıcı formülleri kimyasal ayrıştırıcı (heptan) içerisinde çözünebilir parafin esaslı malzemeden oluşmaktadır. Bağlayıcı formülleri içerisinde kullanılan bileşenlerin özellikleri Çizelge 3'te verilmiştir. Toz enjeksiyon kalıplama (TEK) bağlayıcı sistemleri içerisinde Polipropilen yaygın olarak tercih edilen iskelet bağlayıcıların başında gelmektedir. Hazırlanan bağlayıcı formülleri içerisinde bulunan Polipropilen miktarı ağırlıkça %5 oranında artırılmıştır.

Bağlayıcı bileşenlerinin ayrışma sıcaklıklarını ve malzeme kaybının başlangıç sıcaklığını tespit etmek amacıyla TG ve DTA analizleri yapılmıştır. TG ve DTA analizleri Exstar S11 7300 marka cihaz kullanılarak 10°C/dakika ısıtma hızında 520°C sıcaklığa çıkılarak Ar atmosferinde gerçekleştirilmiştir.

Toz enjeksiyon kalıplama işleminde besleme stoku hazırlamak kritik bir aşamayı teşkil etmektedir. Besleme stoklarının hazırlanması iki aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada bağlayıcı bileşenleri turbula marka 3 boyutlu karıştırıcıda kuru olarak 30

dakika süreyle karıştırılarak Çizelge 2’de verilen F1, F2 ve F3 bağlayıcı formülleri hazırlanmıştır. İkinci aşamada ise homojen bir besleme stoku hazırlamak amacıyla bağlayıcı formülleri ve 316L tozu sıcak karıştırma sistemi ile 30 dakika süre ile karıştırılmıştır. Hazırlanan karışımlar içerisinde bulunan toz yüzdeleri hacimce %55, 60 ve 65 olarak belirlenmiştir. Hazırlanan besleme stoklarının viskoziteleri, kılcal reometre cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Testler ASTM D 1238 (TS EN ISO 1133) standardına göre yapılmıştır. Kılcal reometre cihazı içerisinde bulunan tozun çapı 9,5 mm ve yüksekliği 8 mm olan kalıp tuğsten karbür malzemesinden üretilmiştir. Kalıp üzerinde bulunan ve besleme stokunun içerisinde geçerek aktığı silindirik nozul 2,095 mm çapındadır. Kalıp içerisinde bulunan besleme stoku içerisine piston ile basınç uygulanmıştır. Uygulanan basınç sonrasında oluşan hız ve hıza bağlı olarak yer değiştirme miktarı ölçülmektedir. Değişen kayma gerilmelerine ve kayma hızlarına bağlı olarak viskoziteler belirlenmiştir. Besleme stoklarının reolojik ölçümleri 150-190°C sıcaklık aralığında ve 0,298-2,069 MPa aralığında basınç değerlerinde gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 2. Bağlayıcı formülleri

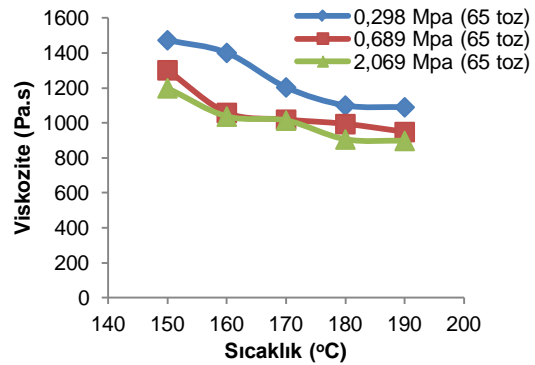
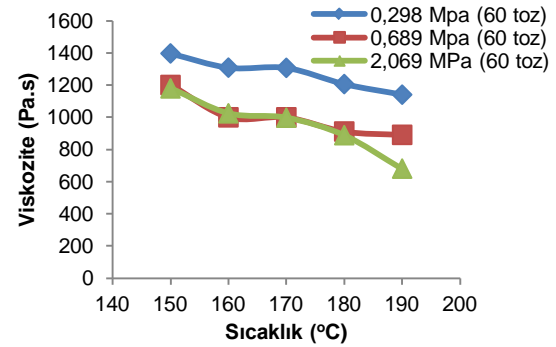
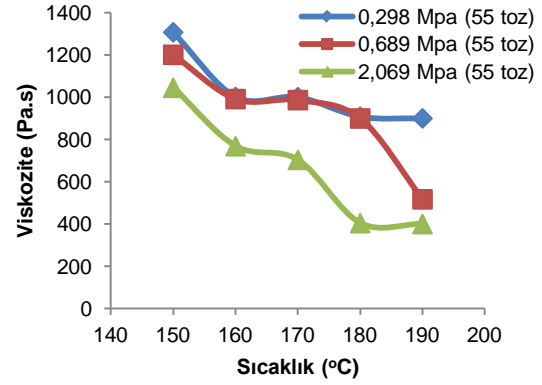
	PP	PW	SA
F1	25	70	5
F2	30	65	5
F3	35	60	5

Çizelge 3. Bağlayıcı bileşenlerinin bazı özellikleri

Bileşen türü	Yoğunluk (g/cm ³)	Ergime noktası (°C)
Polipropilen	0,85	189
Parafin Wax	0,90	90
Stearik Asit	0,84	67-69

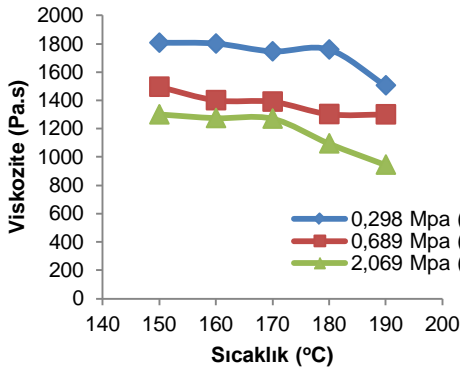
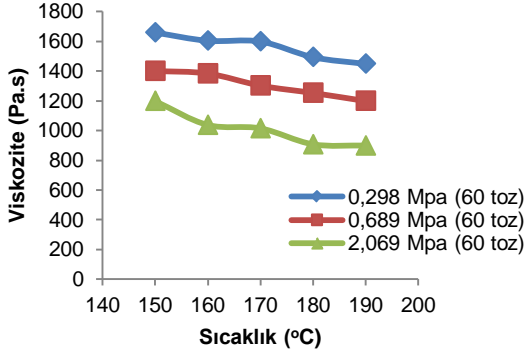
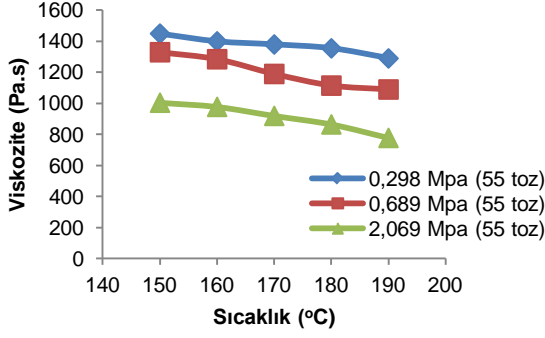
3. Deneysel sonuçlar

TEK işleminde birden fazla bağlayıcı bileşeni içeren sistemlerin kullanılması durumunda bağlayıcı giderme aşamasında oluşabilecek hataların minimuma indirilebileceği bildirilmektedir [9]. Toz enjeksiyon kalıplama işleminde kullanılacak bağlayıcı formülünün reoloji çalışmaları öncesi sıcaklığa bağlı olarak bağlayıcı bileşenlerinin ayrışma sıcaklıklarını ve malzeme kaybının başlangıç sıcaklığını tespit etmek amacıyla TG ve DTA analizleri yapılmıştır. TG ve DTA analizleri 10°C/dak. ısıtma hızında 520°C sıcaklığa çıkılarak argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir. 520°C sıcaklıkta 30 dakika beklendikten sonra numuneler koruyucu atmosfer kullanılmadan oda sıcaklığına soğutulmuştur. DTA-TG analizleri sonucu elde edilen veriler incelendiğinde 200°C sıcaklık altında 3 farklı noktada tepkime piki gözlemlenmiştir. 490°C de ise tüm bağlayıcı formüllerinin tamamına yakınının kaybolduğu tespit edilmiştir. Her iki bağlayıcı sistemi de yapıları içerisinde bulunan bileşenlerin ergime sıcaklıklarına paralel olarak sırayla yapıdan uzaklaşmıştır. Bu durum enjeksiyon kalıplama için istenilen bir sonuçtur [7].



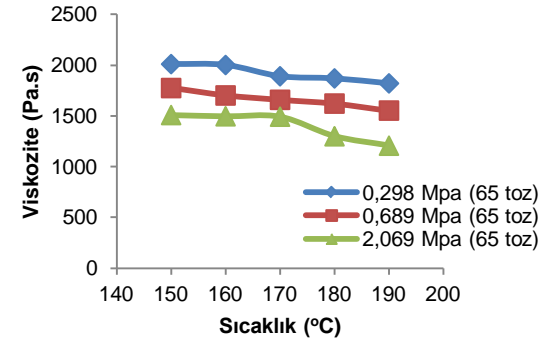
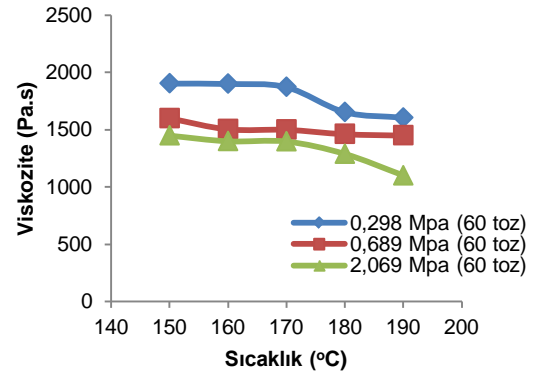
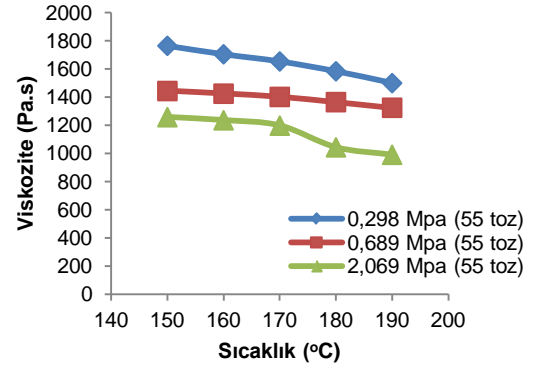
Şekil 3. F1 bağlayıcı sistemi ve hacimce %55, 60, 65 oranlarında 316L tozu içeren besleme stoklarının sıcaklığa bağlı viskozite değişimi

Deneysel çalışmalarda F1, F2, F3 sistemleri ve ön alaşım 316L tozu kullanılarak besleme stokları hazırlanmıştır. Hazırlanan besleme stoklarının reolojik davranışlarının enjeksiyon kalıplama işlemine uygunluğu bakımından genel değerlendirme besleme stoklarının viskozite-sıcaklık değişimlerinin incelenmesi ile yapılmaktadır. Besleme stoklarının reolojik değişimleri bağlayıcıya ve toza bağlı olarak yorumlanmıştır. Besleme stoklarının akış davranışları 5 farklı sıcaklık (150, 160, 170, 180, 190°C) ve 3 farklı basınç değerinde (0,298, 0,689, 2,069 MPa) incelenmiştir. Elde edilen viskozite-sıcaklık eğrileri Şekil 3-5’te verilmiştir. F1, F2, F3 bağlayıcı sistemi ve 316L paslanmaz çelik tozu kullanılarak üç farklı besleme stoku hazırlanmıştır. Hazırlanan besleme stokları içerisinde bulunan toz yüzdeleri hacimce %55, 60 ve 65 olarak belirlenmiştir.



Şekil 4. F2 bağlayıcı sistemi ve hacimce %55, 60, 65 oranlarında 316L tozu içeren besleme stoklarının sıcaklığa bağlı viskozite değişimi

Şekil 3'te görüldüğü üzere F1 ve %55 316L tozu içeren besleme stoklarında 170, 180 ve 190°C sıcaklıklarda basınç değişimine paralel olarak yapılan denemelerde akış tipi ve numune yüzeyi bakımından enjeksiyon kalıplama için uygun değerler elde edilmiştir. %55 316L tozu içeren besleme stoklarında 160°C altında 0,298 MPa basınçta 1000 Pa.s'nin üzerinde viskozite değeri görülmüştür. 170°C sıcaklıkta viskozite değeri 1000,9 Pa.s ve kayma hızı 19,4 s⁻¹ elde edilmiştir. 170°C sıcaklıkta 2,069 MPa basınçta uygun değerlere ulaşıldığı söylenebilir. %65 316L içeren besleme stoklarında belirtilen sıcaklıklarda ve basınçta elde edilen viskozite değeri kısmen uygun olsa da akış tipinin kesik kesik akış olduğu gözlenmiştir ve bu durum enjeksiyon kalıplama için uygun değildir. Toz enjeksiyon kalıplama için istenilen viskozite değeri <1000 Pa.s 'nin altında ve kayma hızı değeri 100-1000 s⁻¹ aralığındadır [10, 11].



Şekil 5. F3 bağlayıcı sistemi ve hacimce %55, 60, 65 oranlarında 316L tozu içeren besleme stoklarının sıcaklığa bağlı viskozite değişimi

Şekil 3-5'te verilen grafikler incelendiğinde artan kayma hızına, sıcaklığa ve basınca bağlı olarak besleme stoklarının viskozitelerinde azalma meydana geldiği açıkça görülmektedir. Enjeksiyon kalıplama sırasında besleme stoklarının kayma hızının 100-1000 s⁻¹ aralığında ve buna bağlı olarak hatasız bir kalıplama için viskozitesinin 1000 Pa.s' nin altında olması gerektiği belirtilmiştir [11, 12]. Genel olarak bütün besleme stokları için artan sıcaklığa ve artan kayma hızına bağlı olarak viskozitede azalma gözlenmiştir. Bu durum pseudoplastik akış davranışına uymaktadır ve enjeksiyon kalıplama için en uygun akış şeklinin pseudoplastik akış şekli (artan kayma hızı, azalan viskozite-kayma incelmeleri) olduğu bilinmektedir [6, 10, 13]. F1, F2 ve su atomize 316L paslanmaz çelik tozu için hacimce %60 ve %65 toz yükleme oranlarında artan basınca ve sıcaklığa bağlı olarak 1000 Pa.s' nin altında viskozite değerleri elde edilmiştir. Fakat F3 ile hazırlanan besleme stoklarında elde edilen viskozite değerleri çok yüksek çıkmıştır ve bu durum enjeksiyon kalıplama için uygun değildir. F3 içerisinde yüksek miktarda bulunan polipropilenin akmayı zorlaştırdığı ve

viskoziteyi etkilediği düşünülmektedir. Bütün besleme stoklarında 190°C üzerinde yapılan denemelerde numunelerde şişme başladığı gözlenmiştir. Elde edilen viskozite değerleri ve akış şekilleri dikkate alındığında F1, F2 bağlayıcı sistemi ve su atomize 316L paslanmaz çelik tozu için ideal sıcaklığın 170-190°C aralığı olduğu söylenebilir.

4. Sonuçlar

Su atomize karmaşık şekilli 316L paslanmaz çelik tozu F1, F2 ve F3 bağlayıcı sistemleri ile karıştırılarak besleme stokları hazırlanmıştır. Besleme stoklarının reolojik özellikleri bağlayıcı formülleri içerisinde bulunan polipropilen miktarının artışı referans alınarak değerlendirilmiştir. Bütün besleme stokları pseudoplastik akış tipine uygun akış sergilemişlerdir bu durum kullanılan bağlayıcı sistemlerinin (F1, F2, F3) toz enjeksiyon kalıplama işlemleri için uygun olduğunun göstergesidir. F1 ve F2 bağlayıcı sistemi kullanılarak oluşturulan besleme stoklarında reolojik özellikler açısından iyi sonuçlar 170-190°C aralığında elde edilmiştir. F3 bağlayıcı sistemi kullanılarak hazırlanan besleme stoklarında F1 ve F2 sistemine kıyasla daha düşük viskozite değerleri elde edilmiştir. Bu durumun F3 içerisinde bulunan PP miktarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Kaynaklar

- [1] German, R.M., Bose, A., "Injection Molding of Metals and Ceramics", Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1997.
- [2] Karataş, Ç., Sarıtaş, S. Toz Enjeksiyon Kalıplama: Bir Yüksek Teknoloji İmalat Metodu. Journal of Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 13(2), 193, 1998.
- [3] Gökmen, U., Nikel Esaslı Metal Tozlarının Enjeksiyon Kalıplanabilmesi İçin Bağlayıcı Sisteminin Geliştirilmesi Ve Sinterlenmesi, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2014.
- [4] Gökmen, U. Türker, M. Çinicı, H. Bağlayıcı sistemi ve sıcaklığın su atomize 316L toz enjeksiyon besleme stoklarının reolojik özelliklerine etkisi, Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 22(1), 31-38, 2016.
- [5] Raza Rafi, M., Ahmad, F., Omar, M.A., German, R.M., "Effects of cooling rate on mechanical properties and corrosion resistance of vacuum sintered powder injection molded 316L stainless steel", Journal of Materials Processing Technology 212, 164– 170, 2012.
- [6] Hidalgo, J., Contreras, J. M., González, S., Jiménez-Morales, A., & Torralba, J. M. Rheological behavior of powder injection moulding (PIM) feedstocks fabricated with a thermoplastic binder system based on polysaccharides. In Proceedings of World PM2010 Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, 2010.
- [7] German, R.M., Powder Injection Molding, New Jersey, USA, 1-225, 1990.
- [8] Gökmen, U. Powder Injection Moulding of T15 High Speed Steel Feedstocks Fabricated with Binder System Based on Polypropylene", 2. International Multidisciplinary Eurasian Congress, 435-444, Odessa, 2016.
- [9] Gökmen, U., Türker, M., T15 Yüksek hız çeliği tozları ile hazırlanan besleme stoklarının reolojik

özelliklerinin araştırılması, 2. Uluslararası Demir Çelik Sempozyumu (IİSS'15), 94-99, Karabük, 2015.

[10] Karataş, C., Kocer, A., Ünal, H.I., Sarıtaş, S., "Rheological properties of feedstocks prepared with steatite powder and polyethylene-based thermoplastic binders", Journal of Materials Processing Technology. 152: 77-83, 2004.

[11] Raza, M.R., Ahmad, F., Omar, M.A., German, R.M., " Binder Removal from Powder Injection Molded 316L Stainless Steel", Journal of Applied Science 11, 2042-2047, 2011.

[12] Sotomayor, M. E., Várez, A., & Levenfeld, B. Influence of powder particle size distribution on rheological properties of 316L powder injection moulding feedstocks. Powder Technology, 200(1), 30-36, 2010.

[13] Gökmen, U., Türker, M.; IN718 Süperalaşım Tozunun Enjeksiyon Kalıplanabilmesi için İskelet Bağlayıcı Polipropilen Kullanılarak Hazırlanan Besleme Stoklarının Reolojik Özelliklerinin İncelenmesi. Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, 29(1), 2014.

PPB LEVEL NO GAS DETECTION USING $Zn_{0.90}Ni_{0.10}O$ FILMS WITH DIFFERENT CONTACT MATERIAL

Ali Orkun Çağırtekin¹, Hakan Surel¹, Irmak Karaduman¹, Memet Ali Yıldırım²,
Aytunç Ateş³, Selim Acar^{1*}

¹Department of Physics, Science Faculty, Gazi University, Ankara, Turkey

²Department of Electric Electronics Engineering, Engineering Faculty, Erzincan University, Erzincan, Turkey

³Department of Material Engineering, Engineering and Natural Sciences Faculty, Yıldırım Beyazıt University, Ankara, Turkey
sacar@gazi.edu.tr

Abstract

We report a facile and low-cost successive ionic layer adsorption and reaction method to synthesize $Zn_{0.90}Ni_{0.10}O$ films with Au and Pt IDT contact materials. The effect of contact material on the NO gas sensing properties of films are investigated. It was found that $Zn_{0.90}Ni_{0.10}O$ film with Au IDT contact material exhibits higher NO gas sensing properties compared to Pt contact material.

Keywords: Ni doped ZnO, Contact effect, NO gas

1. Introduction

Many types of semiconductor metal oxide gas sensors such as ZnO, SnO₂, NiO, CuO and WO₃ have been evidenced to assist the gas detection process and have attracted the attention of several researchers due to their good reproducibility, better sensitivity, low cost, great stability and features [1-2]. Among them, ZnO is one of the promising n-type semiconducting metal oxides, which exhibits remarkable properties such as non-toxic, cost-effective, being highly abundant in nature and a great variety of available forms (such as thin film and nanowires) and high chemical stability [3-4].

Electrode material is one of the important factor for affecting the sensor performance [5]. The physical properties of a sensing material change upon exposure to gas molecules, and external electric energy transmits the change as a sensor signal. This implies that, in most cases, the electrode of the semiconductor gas sensor is similar to that of an electronic device, which delivers current flow or electric power supply without loss or supplies electric energy from external power sources to the device [6]. Thus, in conventional electronic devices, the electrode only connects the device and external circuit [6].

Accordingly, a strong mechanical adhesion and small contact resistance are the most significant factors; in addition, durability, chemical resistance, reliability, and cost should be considered [7]. However, the electrode of a semiconductor gas sensor not only measures the electric properties of the sensor but also measures the catalytic properties of the sensing material. The Ohmic electric contact made between the device and the electrode material is acceptable; however, the semiconductor gas sensor sometimes requires a rectifying contact between the sensing material and electrode [8]. A rectifying contact would create a dipole

in the interfacial zone of a metal and semiconductor triggered by gas adsorption, reducing a potential barrier from time to time or leading to complex phenomena such as field emission or tunneling effect due to thermionic field emission [9].

2. Experimental

The thin films were prepared using SILAR method at room temperature and ambient pressure. Before the SILAR process, Au and Pt IDT contact material were evaporated on the glass substrates by e-beam evaporation system. The thicknesses of contact material were calculated 200 nm. After evaporation, thin films were grown by SILAR method. In order to prepare $Zn_{0.90}Ni_{0.10}O$ thin films, aqueous zinc-ammonia complex ions ($[Zn(NH_3)_4]^{2+}$) and aqueous nickel-ammonia complex ions ($[Ni(NH_3)_4]^{2+}$) were chosen for the cation precursors, in which analytical reagents of ZnCl₂ (%99) of 0.1 M, NiCl₂ (%99) of 0.1M and concentrated ammonia (NH₃) (25-28%) were used. The double distilled water was used as a solvent and the molar ratio of Ni-Zn:NH₃ is 1:10 that obtained as a result of several experiments [10]. The obtained $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$, and $[Ni(NH_3)_4]^{2+}$ complexes were mixed in proper proportion according to the composition for $Zn_{0.90}Ni_{0.10}O$ (NZO). To prepare thin films, one SILAR preparation cycle involves the four following steps:

- (1) immersing the substrate in the Ni-Zn species for 25 s (NZO) to create a thin liquid film containing Ni-Zn ammonia complex ions on the substrate, respectively;
- (2) immersing immediately the withdrawn substrates in hot water (~ 90 °C) for 7 s to form layers
- (3) drying the substrate in the air for 60 s
- (4) rinsing the substrate in a separate beaker for 20 s to remove large and loosely bonded particles.

Thus, one SILAR cycle of thin films preparation was completed,

The gas-sensing properties of the sensors were measured with a gas-sensing characterization system [11]. The gas sensing experiments were performed in a test chamber with NO gas in the concentration range of 20 ppb-25 ppm by monitoring changes in the sensor resistance. Dry air was used as the carrier gas, which is 99.999% purity. Dry air was the 'blank' gas used to purge the sensor. The flow rate of the dry air undergoing testing as fixed at 500 cm³/min during the measurements. In order to observe the behavior of

different concentrations under the same conditions the airflow rate must be kept constant. The gas and dry airflow rates were precisely manipulated using computer controlled mass flow controllers (ALICAT MC Series). A LakeShore 325 temperature controller with platinum RTDs was used to maintain a constant temperature. Silver wires were affixed to the top of the surface of the pellets with silver paste. The resistances of the samples were continuously monitored with a computer-controlled system by using a Keithley 2400 sourcemeter and data was collected in real-time using a computer with corresponding data acquisition hardware and software. The sensors under-test were fixed in the chamber, and then purged by air. Initially dry air flowed through the chamber, so the baseline sensor resistance could be recorded. The relative humidity was about 25 % and monitored by a Honeywell HIH-4000 humidity sensor. The sensing behaviors are analyzed in terms of the sensor response, response time and recovery time. The sensor response was calculated using the following relation;

$$S (\%) = \left(\frac{R_g - R_a}{R_a} \right) * 100 \tag{3}$$

where Ra and Rg are the resistivity in dry air and upon exposure the target gas in dry air, respectively.

3.Results and Discussions

The SEM images of sensors are given in Fig 1 and Fig 2. It can be seen from the figures; nested nanoparticles begin to grow, resulting in the growth of large sized nanoparticles. As a result, the uniform, dense, smooth and well-adhered to the substrates of the films are obtained.

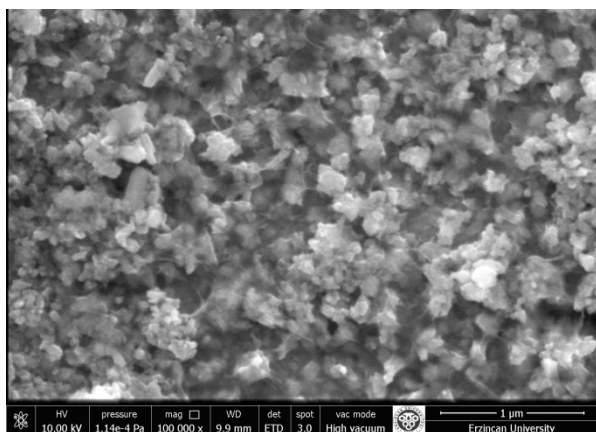


Fig 1. The SEM image of Au IDT contact Zn_{0.90}Ni_{0.10}O film

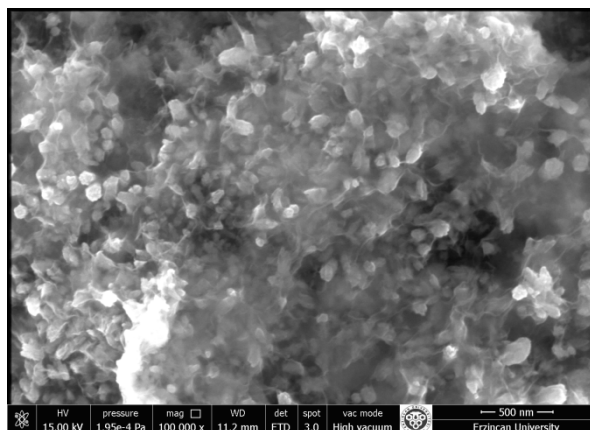


Fig 2. The SEM image of Pt IDT contact Zn_{0.90}Ni_{0.10}O film

It is well known that operating temperature has a great influence on the response of metal oxide semiconductor based gas sensors, due to it affects the electron mobility and the electrical conductivity of the material. There usually exists a temperature region in which the sensor reveals the highest sensitivity [12]. Fig 3 shows the response of sensors exposed to 25 ppm NO gas at different working temperatures. It is clear from the figure that the gas response increase with operating temperature reaches to the maximum at 105 °C. After this temperature the response begin to decrease. Therefore, the maximum response was found at 105 °C.

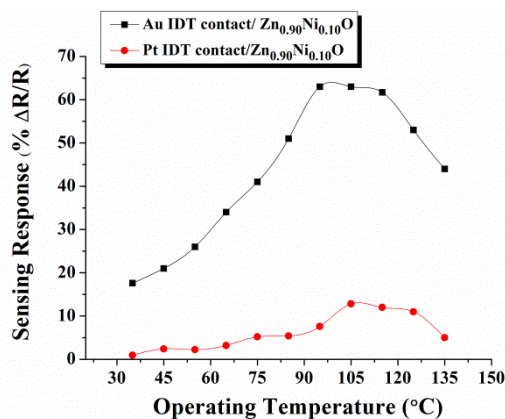


Fig 3. The response of sensors as a function of operating temperature

The dynamic gas sensing measurements of sensors are given in Fig 4. Evidently, the responses increase with increasing the NO concentrations for all sensors. The responses of 25 ppm NO gas were calculated 63 % and 12 % for Au IDT contact Zn_{0.90}Ni_{0.10}O and Pt IDT contact Zn_{0.90}Ni_{0.10}O, respectively.

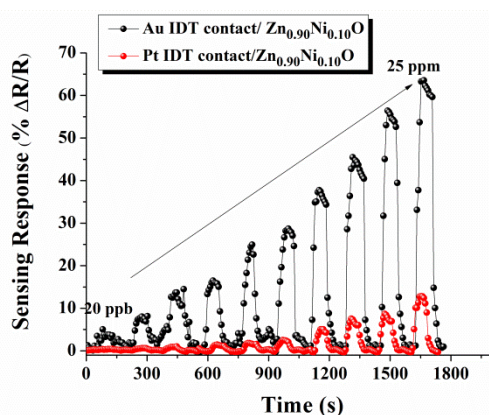


Fig 4. The response of sensors as a function of gas concentrations

It can be noticed that the Au IDT contact Zn_{0.90}Ni_{0.10}O film exhibits acceptable response to 20 ppb NO gas. The response of 20 ppb NO gas was calculated 4 % for Au IDT contact Zn_{0.90}Ni_{0.10}O, whereas it was 0.43 % for Pt IDT contact Zn_{0.90}Ni_{0.10}O, as shown in Fig 5. Au IDT contact Zn_{0.90}Ni_{0.10}O has higher response than Pt IDT contact Zn_{0.90}Ni_{0.10}O.

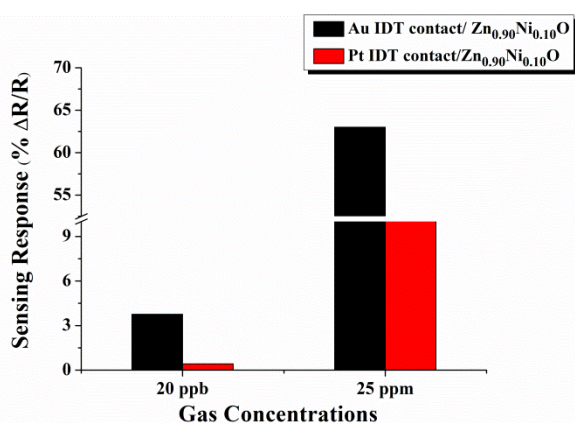


Fig 5. The response of sensors to 20 ppb and 25 ppm NO gas concentrations

In principle, the metal oxide based sensors operate by virtue of adsorption/desorption of gas molecules on the oxide surface, which leads to an abrupt change of the sensor electrical resistance [13]. When the sensing material is exposed to air, O₂ molecules in air are adsorbed on the surface and capture electrons from the oxide support to form highly reactive ionic species such as O⁻, O₂⁻ and O₂²⁻, due to strong electron affinity of O₂. Consequently, an electron depletion layer, where the concentration of electrons as majority carriers is very low, is created beneath the oxide surface [14]. The electron depletion layer works as a potential barrier between neighbouring grains, and thus the sensor resistance is relatively large in air. When oxidizing gases such as NO are introduced into the test chamber, target gases are captured electrons from the surface, resulting in the thicker electron depletion layer and the decrease of the conductivity [15].

In this mechanism, the noble metals such as Au and Pt may provide more active sites for the adsorption of molecular oxygen and detected gases and facilitate the dissociation of these molecules owing to high catalytic or conductive nature [16]. In air, the ionic oxygen species adsorbed on metal nanoparticles will diffuse into the surface region near the metal-support interface. In the sensing process, the spillover of detected gases is activated by these metals as well and oxidized by the ionic oxygen species concentrated near the noble metal [17]. By this spillover effect of metals, the number and speed of electrons released into the oxide support increases. In our study, Au metal exhibits higher responses compared to Pt metal.

4. Conclusion

In summary, the morphological and gas sensing properties of Zn_{0.90}Ni_{0.10}O films with different IDT contact material prepared by SILAR method were investigated. NO gas sensing properties of Zn_{0.90}Ni_{0.10}O investigated as a function of operating temperature and contact material. The maximum response for 25 ppm NO gas was obtained 65% for Au contact. Au IDT contact Zn_{0.90}Ni_{0.10}O film has higher NO gas sensing properties compared to Pt contact. Our results indicate that the sensors have potential applications in fabricating practical gas sensor devices.

Acknowledgements

We would like to acknowledge the financial support given by TUBITAK with Project No: 115M658 and Gazi University Scientific Research Foundation, Project No: 05/2016-21.

References

- [1] Ponhan W., Phadungthitidhada S., Choopun S., Fabrication of ethanol sensors based on ZnO thin film field-effect transistor prepared by thermal evaporation deposition, *Materials Today: Proceedings* 4, 2017, 6342–6348
- [2] Predanocya M., Hotovy I., Caplovicová M., Structural, optical and electrical properties of sputtered NiO thin films for gas detection, *Applied Surface Science* 395, 2017, 208–213
- [3] Yang H., Tao Q., Zhang X., Tang A., Ouyang J., Solid-state synthesis and electrochemical property of SnO₂/NiO nanomaterials, *J. Alloy Compd.* 459, 2008 98–102
- [4] Kumar R., Baratto C., Faglia G., Sberveglieri G., Bontempi E., Borgese L., Tailoring the textured surface of porous nanostructured NiO thin films for the detection of pollutant gases, *Thin Solid Films* 583, 2015, 233–238.
- [5] Lee S.P., Electrodes for Semiconductor Gas Sensors, *Sensors*, 2017, 17, 683
- [6] Korotcenkov, G. Practical aspects in design of one-electrode semiconductor gas sensors: Status report. *Sens. Actuators B Chem.*, 2007, 121, 664–678.
- [7] Pascoe, K.J. *Properties of Materials for Electrical Engineers*; John Wiley & Sons: London, UK, 1973.
- [8] Liu, X.; Cheng, S.; Liu, H.; Hu, S.; Zhang, D.; Ning, H. Review A Survey on Gas Sensing Technology. *Sensors*, 2012, 12, 9635–9665.

- [9] Potje-Kamloth, K. Semiconductor junction gas sensors. *Chem. Rev.*, 2008, 108, 367–399.
- [10] Yıldırım M. A., Akaltun Y., Ates A., Characteristics of SnO₂ thin films prepared by SILAR, *Solid State Sciences* 14, 2012, 1282-1288
- [11] Çorlu T., Karaduman I., Yildirim M. A., Ates A., Acar S., Effect Of Doping Materials On The Low-Level NO Gas Sensing Properties Of ZnO Thin Films, *Journal Of Electronic Materials*, 2017, 46;7
- [12] Sharma A., Tomar M., Gupta V., SnO₂ thin film sensor with enhanced response for NO₂ gas at lower temperatures, *Sens. Actuators B* 156, 2001, 743-752
- [13] Korotcenkov, G.; Boris, I.; Brinzari, V.; Lychkovsky, Y.; Karkotsky, G.; Golovanov, V.; Cornet, A.; Rossinyol, E.; Rodriguez, J.; Cirera, A. Gas sensing characteristics of one-electrode gas sensors on the base of doped In₂O₃ ceramics. *Sens. Actuators B Chem.* 2004, 103, 13–22.
- [14] Liu C., Kuang Q., Xie Z., Zheng L., The effect of noble metal (Au, Pd and Pt) nanoparticles on the gas sensing performance of SnO₂-based sensors: a case study on the {221} high-index faceted SnO₂ octahedra, *Cryst Eng Comm*, 2015, 17, 6308
- [15] Badalyan S.M., Rumyantseva M.N., Nikolaev S.A., Marikutsa A.V., Smirnov V.V., Alikhanian A.S., Gaskov A. M., Effect of Au and NiO Catalysts on the NO₂ Sensing Properties of Nanocrystalline SnO₂, *Inorganic Materials*, 2010, 46, 3, 232–236.
- [16] Zanella, R., Giorgio, S., Henry, C.R., and Louis, C., Alternative Methods for Preparation of Gold Nanoparticles Supported on TiO₂, *J. Phys. Chem. B*, 2002, 106, 7634–7642.
- [17] Bielanski, A. and Haber, J., Oxygen in Catalysis on Transition Metal Oxides, *Catal. Rev.–Sci. Eng.* 1979, 9, 1–41.

INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF 42CrMo₄ ALLOY CASTING APPLIED

Ufuk TAŞCI^{1*}, Hakan GÖKMEŞE² ve Bülent BOSTAN³

^{1*} Gazi Üniversitesi Teknik Bilimler Yüksek Okulu, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, Ostim- Ankara

^{2*} Konya Necmettin Erbakan Üniversitesi, Seydişehir Ahmet Cengiz Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Seydişehir-Konya

³ Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Beşevler-Ankara

Özet

42CrMo₄ alaşımı makine ve imalat endüstrisinde çoğunlukla kullanılmaktadır. Bu tarzdaki bir malzemenin belirtilen uygulama alanları söz konusu olduğunda maksimum mukavemet ve sertlik değeri önem kazanmaktadır. Böylelikle bu malzemede ısıtma işleminin etkisi oldukça önemlidir. Dolayısıyla yapılan bu çalışma kapsamında, 42CrMo₄ alaşımının kum kalıba döküm işlemi sonrası deney numuneleri üretilmiştir. Üretimi gerçekleştirilen deney numunelerine, sertleştirme ve menevişleme ısıtma işlemi uygulanmıştır. Isıtma işlemi öncesi ve sonrası 42CrMo₄ alaşımının metalografik çalışmaları takiben mikroyapısal karakterizasyonu bakımından optik mikroskop kullanılarak çalışmalar yürütülmüştür. Özellikle 42CrMo₄ alaşımının ısıtma işlemi sonrası mekanik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla sırasıyla sertlik (Rockwell) ve çekme test ölçümleri ile malzeme mekanik özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır.

Anahtar kelimeler: Döküm, 42CrMo₄, Isıtma işlemi, Karakterizasyon, Mekanik özellikler

Abstract

42CrMo₄ alloy is mostly used in the machine and manufacturing industry. The maximum strength and hardness value becomes important when the application areas of a material of this type are mentioned. Thus, the effect of heat treatment on this material is very important. Therefore, in the scope of this study, test specimens were produced after sand casting of 42CrMo₄ alloy. Heat treatment of hardening and tempering is applied to the test specimens produced. Metallographic studies of 42CrMo₄ alloy before and after heat treatment were carried out using optical microscope for microstructural characterization. In particular, the effects of hardness (Rockwell) and tensile test measurements on the mechanical properties of 42CrMo₄ alloy were investigated in order to determine the mechanical properties of the alloy after heat treatment.

Keywords: Casting, 42CrMo₄, Heat treatment, Characterization, Mechanical properties

1. Giriş

Endüstride kullanım alanları ve amaçlarına göre çelikler farklı özelliklerde üretilmektedirler. Mekanik özellikleri, kimyasal bileşimdeki alaşım elementlerine, içyapılarına, tane büyüklüklerine ve uygulanan ısıtma işlemlere bağlı olarak önemli oranlarda değişir. Bu sebeple çeliklere normalizasyon, sementasyon, östemperleme, martemperleme, tavlama gibi daha birçok işlem uygulanarak bu malzemelerin özellikleri geliştirilmektedir [1,2].

Ç4140 (42CrMo₄) çeliği; düşük alaşımlı yapı çelikleri, dövme kalite çelikler, orta karbonlu çelik ve alaşımlı çelik olarak da isimlendirilir. En önemli özelliği, içerdiği Cr ve Mo alaşım elementleri nedeniyle, su verme sonrasında sert martenzitik bir yapı oluşturabilmesi, mukavemet, süneklik ve tokluk gibi mekanik özelliklerin bir arada sağlanmasına imkan vermesidir. Tüm bu nedenlerle 42CrMo₄ çeliği her zaman kullanım alanı yaygın olan bir çeliktir. Başlıca kullanım alanları arasında otomobil ve uçak yapımı, krank mili, aks mili ve kovanı, yivli mil ve benzeri sünekliği yüksek parçalar, ayrıca dişli çark ve bandaj vb. parçalar gelmektedir [3, 4, 5].

Islah çelikleri, kimyasal bileşimleri ve karbon miktarı bakımından, sertleştirilmeye elverişlidir. Islah işlemi sonunda belirli bir çekme dayanımında yüksek tokluk gösterirler. Islah işlemi, sonuçta çelik parçaya yüksek tokluk özelliğinin kazandırılacağı, önce bir sertleştirme ve arkasından menevişleme işlemlerinin bütün olarak tarif edilir. Islah çelikleri, ısıtma işlemi sonunda kazandıkları üstün mekanik özelliklerden dolayı, çeşitli makine ve motor parçaları, dövme parçalar, çeşitli civata, somun ve saplamalar, krank milleri, akslar, kumanda ve tahrik parçaları, piston kol1an, çeşitli miller, dişliler gibi parçaların imalatında olmak üzere geniş bir alanda kullanılırlar. Bu sebepten, ısıtma çelikleri inşaat ve alaşımsız çeliklerden sonra, en yüksek oranda üretilen ve kullanılan çelik türüdür [5,6,7].

Isıtma işlemi; malzemeye katı halde uygulanan ve malzemenin mekanik özelliklerini değiştirmek için yapılan kontrollü ısıtma ve soğutma işlemlerini tanımlayan bir terimdir. Isıtma işlemi, üç ana safhadan oluşur. Bunlar ısıtma, ısıtılan sıcaklıkta bekletme ve soğutma safhalarıdır. Bütün ısıtma işlem yöntemlerinde bu üç ana safha geçerlidir. Fakat uygulanan ısıtma işlem türüne göre, ısıtma sıcaklığı, bekletme süresi, ısıtma ve tutma hızı gibi parametreler değiştirilir. Isıtma, bekletme ve soğutma safhalarına ısıtma çevrim denir. Uygulanan ısıtma işlem türüne göre işlem ya bir çevrim yapılarak bitirilir ya da birbirini izleyen birkaç ısıtma çevrim yapılarak ısıtma işlemi tamamlanır. Yapılan bu işlemlerle

amaç malzemenin mikroyapısını ve/veya mekanik özelliklerinin değiştirilmesidir. Birçok uygulamada ısıtma işlemi ile genellikle daha iyi çekme mukavemeti, daha yüksek darbe tokluğu veya yüksek aşınma direnci gibi daha iyi mekanik özelliklerin elde edilmesi amaçlanır. Bununla birlikte pratikte bir malzemeye uygulanan ısıtma işlemi o malzemenin birden fazla mekanik özelliğinin eş zamanlı olarak değişmesine sebep olur [7,8].

Yapılan bu çalışmada ise, özellikle imalat sektöründe çoğunlukla yer bulan 42CrMo₄ çelik malzemesinin, ısıtma işlemi sonrası, malzeme mikroyapı ve mekanik özellikleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır.

2. Deneysel Çalışmalar

Yapılan çalışmada kum kalıba döküm işlemleri sonrası, 42CrMo₄ çelik döküm deney numuneleri üretilmiştir (Şekil 1). Döküm işlemleri sonrası, kum kalıptan çıkarılan deney numuneleri, kesilip yüzey parlatma işlemine tabi tutulduktan sonra hazır hale getirilmiştir.



Şekil 1. 42CrMo₄ çeliğinin kum kalıba döküm işlemi

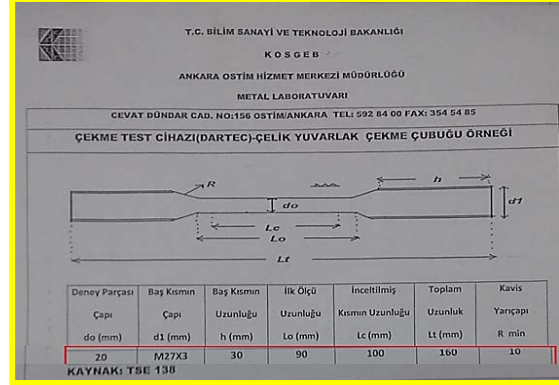
Döküm işlemi sonrası, deneylerde kullanılmak üzere 42CrMo₄ çeliğine ait, çekme, sertlik ve mikro yapı deney numuneleri hazırlanmıştır. Kum kalıp bozma işlemi sonrası elde edilen 42CrMo₄ çelik döküm malzemesi, ARUN Tegnology Spektrometre cihazında kimyasal bileşiminin belirlenmesi amacıyla spektral analiz uygulanmıştır. Spektral analiz sonrası, 42CrMo₄ çeliğinin elde edilen kimyasal bileşimi Çizelge 1' de gösterilmiştir.

Çizelge 1. 42CrMo₄ çelik malzemesinin kimyasal kompozisyonu

%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Mo	%Al	%Pb
0.408	0.308	0.850	0.007	0.022	1.000	0.208	0.027	0.209

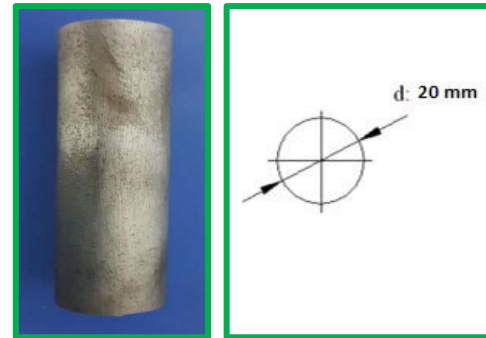
İslah ısıtma işlemi için hazırlanan numuneler, sinterleme fırınının sıcaklığı 860°C'e geldiğinde, bu sıcaklıkta 20 dakika süreyle bekletilmiştir. Akabinde numunelere yağda soğutma işlemi ise 30 dakika süreyle yapılmıştır. Daha sonra sertleştirme işlemine tabii tutulan numunelere, 560 °C sıcaklıkta menevişleme işlemi yapılmıştır. Menevişleme işlemi uygulanan numuneler sonra tekrardan yağda soğutulmuştur.

Çekme deneyi numunesi için gerekli şartlar TS EN ISO 898-1 standartlarında belirlenmiştir (Şekil 2). Isıtma işlemi öncesi ve sonrasında çekme deneyleri KOSGEB laboratuvarlarında yapılmıştır. Çekme deneyi için DARTEC MTS marka 600 kN'luk üniversal test cihazı kullanılmış olup deney TS EN ISO 898-1 standardına göre yapılmıştır.



Şekil 2. Çekme deneyi numunesi için gerekli şartlar

Isıtma işlemi öncesi ve sonrasında sertlik deneyleri KOSGEB laboratuvarlarında da yapılmıştır. Sertlik deneylerinde ROCKWELL sertlik ölçüm yöntemi kullanılmıştır. Deney, DURAVISION40 EMCOTEST cihazında TS EN ISO 6508-1 standardına göre yapılmıştır. Döküm işlemleri sonrası sertlik deneyinde kullanılan deney numunesi, Şekil 3' de gösterilmiştir.

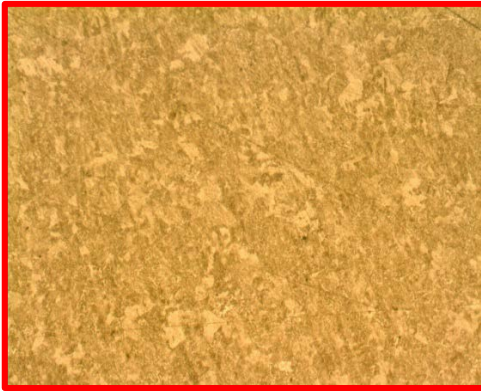
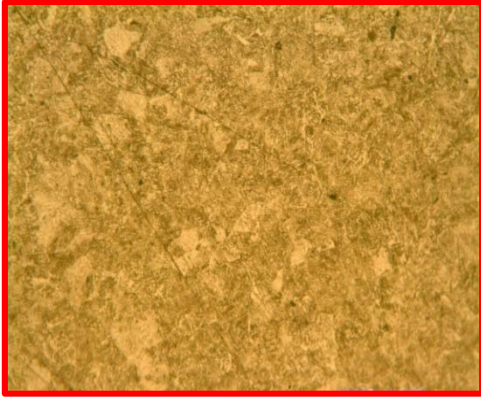


Şekil 3. Sertlik ve mikro yapı deney numunesi gösterimi

3. Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

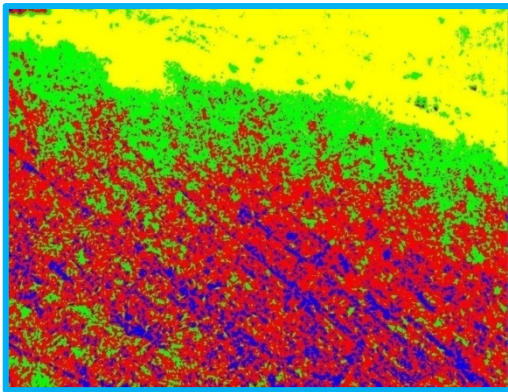
3.1. Mikroyapı

İslah görmemiş (ısıtma işlemi öncesi) 42CrMo₄ çeliğinin klasik metalografi çalışmaları sonrası elde edilen mikro yapı görüntüleri, Şekil 4' de verilmiştir. Şekil 4' deki mikro yapı görüntüleri incelendiğinde, ferrit + perlit yapısının genel görünümü tespit edilmiştir.



Şekil 4. Isıl işlem görmemiş 42CrMo₄ çeliğinin optik mikroskop görüntüsü (X200)

42CrMo₄ çelik malzemesinin ısıl işlem uygulanmadan yapılan faz analizi sonrası elde edilen dağılımının görseli Şekil 5' de gösterilmiştir. Şekil 5' te verilen faz analizine bağlı olarak elde edilen faz analizi yüzdeleri ise Çizelge 2' de verilmiştir.

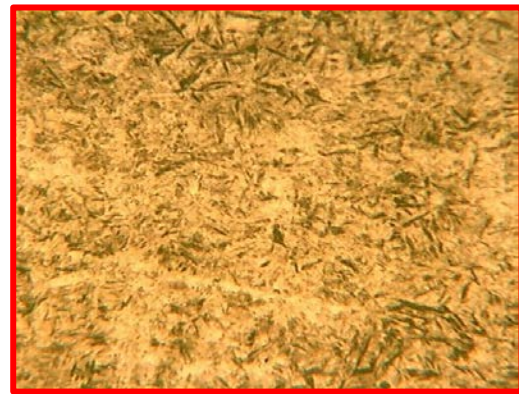


Şekil 5. Isıl İşlem Öncesi Mikro yapı Faz Analizi

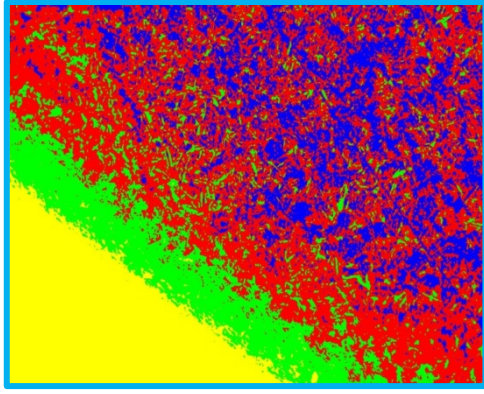
Çizelge 2. Isıl işlem görmemiş numunenin yapısında bulunan faz oranları

1	Açıklama	Başlangıç	Bitiş	% Alan
2	BAKALİT	0	63	21,27
3	PERLİT	64	127	24,86
4	FERRİT	128	191	43,61
5	MARTENZİT	192	255	10,25
6			Toplam	100

42CrMo₄ çeliğine uygulanan ısıl işlem sonrası elde edilen mikro yapı görüntüleri Şekil 6' da verilmiştir. Şekil 6' daki mikroyapı görüntüleri incelendiğinde, özellikle soğumanın etkisiyle ortaya çıkan martenzitik bölgelerin varlığı dikkat çekmektedir. Yapılan ısıl işlem sonrası ortaya çıkan martenzitik yapısının mikroskop altındaki görünümü genellikle iğnemi veya düzensiz bir iç yapı görünümünü ortaya çıkarmaktadır. Özellikle çeliklerin çoğunda hızlı soğumanın etkisi sonucunda ortaya çıkan martenzitik yapı, belirsiz ve soluktur kolayca ayırt edilemez. Uygulanan ısıl işlemine bağlı olarak, faz yüzdesinin elde edilen mikroyapısal görünümü ise Şekil 7' de gösterilmiştir



Şekil 6. Isıl işlem görmüş 42CrMo₄ çeliğinin optik mikroskop görüntüsü (X200)



Şekil 7. Isıl işlem sonrası mikroyapı faz analizi

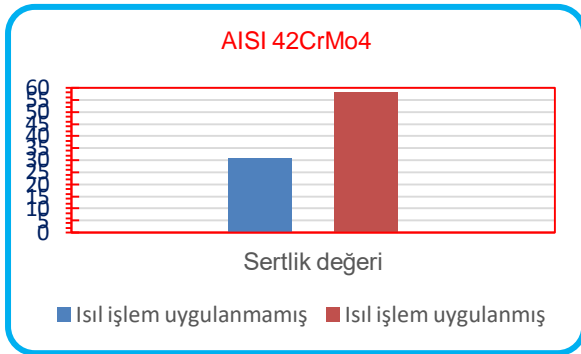
Malzemeye uygulanan ısıl işlemin etkisine bağlı olarak ortaya çıkan faz yüzdesi ve dağılım sonucu, Çizelge 3' te verilmiştir.

Çizelge 3. Isıl işlem görmüş numunenin yapısında bulunan faz oranları

1	Açıklama	Başlangıç	Bitiş	% Alan
2	BAKALİT	0	63	16,69
3	PERLİT	64	127	18,27
4	FERRİT	128	191	45,15
5	MARTENZİT	192	255	19,9
6			Toplam	100

3.2. Sertlik

42CrMo₄ çelik malzemesi mikroyapısal incelemeleri sonrasında, malzemenin farklı bölgelerinden uygulanan beş adet ölçümün ortalaması alınarak malzemenin elde edilen sertlik ölçüm sonuçları Şekil 8' de verilmiştir. Yapılan incelemelerde 42CrMo₄ çeliğine uygulanan ısıl işlem öncesi ve sonrasında elde edilen sertlik değerleri karşılaştırıldığında, ısıl işlem sonrası sertlik değerinin yaklaşık olarak 2 kat kadar arttığı tespit edilmiştir.



Şekil 8. 42CrMo₄ çelik malzemesi sertlik değişimi (HRC)

3.3. Çekme Deneyi

Hazırlanan deney numunelerinin ısıl işlem öncesi ve sonrasında elde edilen çekme testi sonuçları Çizelge 4' de gösterilmiştir.

Çizelge 4. 42CrMo₄ çelik malzemesinin ısıl işlem öncesi (a) ve sonrası (b) çekme deney sonuçları

En Büyük Yük	315.341
Çekme Gerilimi	1003.763 N/mm ²
Akma Dayanımı	855.707 N/mm ²
Kopma Uzaması	19.825 %
Kesit Daralması	55.00 %

(a)

En Büyük Yük	343.387
Çekme Gerilimi	1093.037 N/mm ²
Akma Dayanımı	943.611 N/mm ²
Kopma Uzaması	19.755 %
Kesit Daralması	51.00%

(b)

42CrMo₄ çeliğine uygulanan sertleştirme ve menevişleme ısıl işlemi ile Çizelge 4' te gösterildiği gibi, ısıl işlem öncesine göre çekme testi verileri doğrultusunda malzeme mukavemeti açısından akma dayanımında bir artış olduğu gözlenmiştir. Bu artış ile beraber malzeme daha geç akmaya başlamış ve ısıl işleminin olumlu bir etkisi bu malzeme açısından ortaya konmuştur. Uygulanan ısıl işlem ile beraber malzemenin çekmeye karşı gösterdiği direnç de akma dayanımı ile paralel olarak önemli ölçüde bir artış kaydedilmiştir.

4. Sonuçlar

42CrMo₄ çeliğine uygulanan ısıl işlem sonucunda martenzitik yapı dağılımı yüzdesinde artış gözlenmiştir. 42CrMo₄ çeliğine uygulanan ısıl işlem öncesi ve sonrasında yapılan çekme deneyi sonuçlarında akma dayanımı ve çekme geriliminde artış gözlenmiştir. Akma dayanımı 855,707 N/mm² den 943,611 N/mm² ye yükselmiştir. Çekme gerilimi ise 1003,763 N/mm² den 1093,037 N/mm² değerine yükselmiştir. Uygulanan ısıl işlem ile malzemenin çekmeye karşı gösterdiği direnç artmıştır. Kopma uzaması ise %19,875 den %19,755 değerine gerilemiştir. Kesit daralması da aynı şekilde %55 den %51 değerine inmiştir. 42CrMo₄ çeliğine yapılan sertlik deneyinde ısıl işlem öncesi değer 31 HRC iken ısıl işlem sonrasında değer 58 HRC ye yükselmiştir. Uygulanan ısıl işlem ile sertliğin ciddi derecede arttığı gözlenmiştir.

5. Kaynaklar

- [1]Pekgöz, B., Sarıdemir, S., Uygur, İ., & Aslan, Y. (2013). Sementasyon işleminin farklı çeliklerin mikroyapı ve sertlik değerlerine etkileri. *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 10(1), 19-24.
- [2]Ozcatlbas, Y., Ercan, F., 2003 "The effects of heat treatment on the machinability of mild steels", *Journal of Materials Processing Technology*, 136, 227–238.

- [3] Karayel, B., & Nalbant, M. (2014). Ç4140 Malzemesinin Tornalamasında İlerleme, Kesme Hızı Ve Kesici Takımın Yüzey Pürüzlülüğü, Takım Ömrü Ve Aşınmaya Etkileri. *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 11(3), 11-26.
- [4] Choo, S. H., Lee, S., & Golkovski, M. G. (2000). Effects of accelerated electron beam irradiation on surface hardening and fatigue properties in an AISI 4140 steel used for automotive crankshaft. *Materials Science and Engineering: A*, 293(1), 56-70.
- [5] Hernández, L., Oliveira, F., Berríos, J. A., Villalobos, C., Pertuz, A., & Cabrera, E. P. (2000). Fatigue properties of a 4340 steel coated with a Colmonoy 88 deposit applied by high-velocity oxygen fuel. *Surface and Coatings Technology*, 133, 68-77.
- [6] Adalı, Y., & Kurnaz, C. (2003). 5140 Çeliginin Küreselleştirilme Isıl İşlemi Ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. *Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 7(1), 251-258.
- [7] Handbook, A. S. M. (1979). *Metals handbook. ASM International Handbook Committee*, 1.
- [8] Taşdelen, M. E., & Yeşilyurt, H. (2015). Aısı 4140 Çeliğinin Çeşitli Çift Fazlı Mikroyapılarında Mekanik Özellikleri İle Sürtünme Davranışı İlişkisinin İncelenmesi. *Nevşehir Bilim Ve Teknoloji Dergisi*, 4(1), 88-96.

EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF AA2014 / SiC COMPOSITE MATERIALS PREPARED BY POWDER METALLURGY METHOD

Hakan GÖKMEŞE^{1a}, Ufuk TAŞCI^{2b}, Bülent BOSTAN^{3c}

^a Konya Necmettin Erbakan Üniversitesi, Seydişehir Ahmet Cengiz Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Seydişehir-Konya

^b Gazi Üniversitesi Teknik Bilimler Yüksek Okulu, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, Ostim- Ankara

^c Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Beşevler-Ankara

Özet

Alüminyum metal matrisli kompozit malzemeler ağırlıkça hafif ve yüksek performanslı malzeme merkezli malzeme sistemleri içinde yer almaktadır. Son yıllarda alüminyum metal matrisli kompozit malzemeler uzay, savunma, otomotiv ve ısı gibi teknolojik yapı ve fonksiyonel uygulamalarda kullanılmaktadır. Bu bağlamda yapılan çalışmada ise, toz metalürjisi yöntemi kullanılarak AA 2014 metal matris yapısında SiC parçacık takviyesi ile üretilen numunelerin mikroyapı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Bu bakımdan ağırlıkça %5, %10 ve %15 SiC takviyesi ile hazırlanan toz karışımları, 700 MPa basınç altında preslenerek, 560 °C sıcaklıkta 1 saat sinterleme işlemi uygulanmıştır. Üretilen kompozit numunelerin sinterleme işlemine bağlı olarak yoğunluk değişimleri, matris/takviye mikroyapısal karakterizasyonu, takviye oranına bağlı sertlik değişimleri incelenmiştir.

Anahtar kelimeler: Toz Metalurjisi, Kompozit, AA 2014 alloy, SiC, Karakterizasyon

Abstract

Aluminum metal matrix composite materials are found in light weight and high performance aluminum based material systems. In recent years, aluminum metal matrix composite materials have been used in technological structures such as space, defense, automotive and heat and functional applications. In this context, the microstructure and mechanical properties of the samples produced by SiC particle reinforcement in the metal matrix of AA 2014 were investigated using the powder metallurgy method. In this regard, powder mixtures prepared with 5%, 10% and 15% SiC reinforcement by weight were pressed under 700 MPa and sintered at 560 ° C for 1 hour. Hardness changes due to reinforcement ratio and density changes matrix / reinforcement microstructural characterization depending on the sintering process of the produced composite samples were investigated.

Keywords: Powder metallurgy, Composite, AA 2014 alloy, SiC, Characterization

1. Giriş

Toz metalürjisi; farklı boyut, şekil ve paketlenme özelliğine sahip metal tozlarının sağlam, hassas ve yüksek performanslı parçalara dönüştürüldüğü işlemler

bütünüdür [1]. Bu teknoloji ile metal matrisli kompozit malzemelerin üretimi, matris alaşımı ve takviye elemanı tozlarının bir karıştırıcı yardımıyla karıştırılmasını, karıştırılan tozların preslenmesini ve sinterlenmesini içerir. Bu yöntem tamamen katı halde gerçekleştiğinden, gerekli sıcaklık diğer yöntemlerden daha düşüktür. Bu yöntemde, kuvvetli ara yüzey reaksiyonlarının oluşmaması ve matris-takviye elemanı arasında istenmeyen reaksiyonların minimize edilmesi yöntemin avantajıdır [2]. Metal matrisli kompozit malzemelerin Toz metalürjisi ile üretim yöntemlerinin yanı sıra infiltrasyon, döküm tekniği gibi diğer yöntemlerde kullanılmaktadır [3].

Geliştirilmiş fiziksel ve mekanik özellikleri, malzeme ve enerji kazancı bakımından hafif olmaları nedeni ile metal matrisli kompozitler (MMK) yeni malzemeler olarak dikkati çekmektedir. Özellikle bu malzemelerin sergilediği yüksek elastik modülü, yüksek çekme ve basma mukavemeti, yüksek sıcaklık özellikleri yanı sıra metallerin süneklik ve tokluğunu, seramiklerin yüksek mukavemet ve yüksek elastik modül özelliklerini birleştirmelerinden dolayı son derece önemli mühendislik malzemeleri haline gelmişlerdir [4, 5]. Metal matrisli kompozit malzemelerin toz metalürjisi yöntemiyle üretiminde matris malzemesi olarak genellikle hafif metaller tercih edilmektedir. MMK malzemelerde matris malzemesi olarak, alüminyum ve alaşımları ilk sırayı almaktadırlar [6]. Matris malzemesi olarak büyük ölçüde 2xxx, 6xxx ve 7xxx alüminyum alaşımları kullanılır. Bu alaşımların tercih edilmesinin nedeni düşük yoğunluk, düşük ergime sıcaklığına sahip olmaları ve birçok seramik takviye elemanını kolay ıslatabilmeleridir [7-9]. Metal matrisli kompozit malzemelerde en çok kullanılan takviye elemanları ise Al₂O₃, SiC, bor, TiC ve karbondur [7, 10-12].

Gerçekleştirilen bu çalışmada ise, AA 2014 hafif alaşım metal matris yapısında SiC parçacık takviyesi ile hazırlanan kompozit malzemelerin, toz metalürjisi yöntemiyle üretilmesi ve üretilen malzemelerin matris/takviye dağılımı, mikro yapı ve sertlik değişimlerinin incelenmesi hedeflenmiştir.

2. Deneysel Çalışmalar

Metal matrisli seramik parçacık takviyeli kompozit malzemelerinin üretilmesinde, AA 2014 toz malzemesi matris malzemesi olarak çalışmalarda kullanılmıştır. Çalışmalarda kullanılan matris malzemesinin kimyasal bileşimi ise Çizelge 1' de verilmiştir. Metal matrisli kompozit malzemelerinin üretiminde takviye malzemesi

olarak %99,9 saflıktaki SiC seramik parçacıklar kullanılmıştır. SiC seramik toz parçacıkların özellikleri de Çizelge 2' de gösterilmiştir.

Çizelge 1. AA2014 alüminyum alaşımı matris malzemesinin kimyasal kompozisyonu

İçerik	Al	Cu	Si	Mn	Mg	Fe	Zn	Cr	Ti
Ağırlıkça %	93.5	4.06	0.6	0.57	0.56	0.47	0.10	0.03	0.01

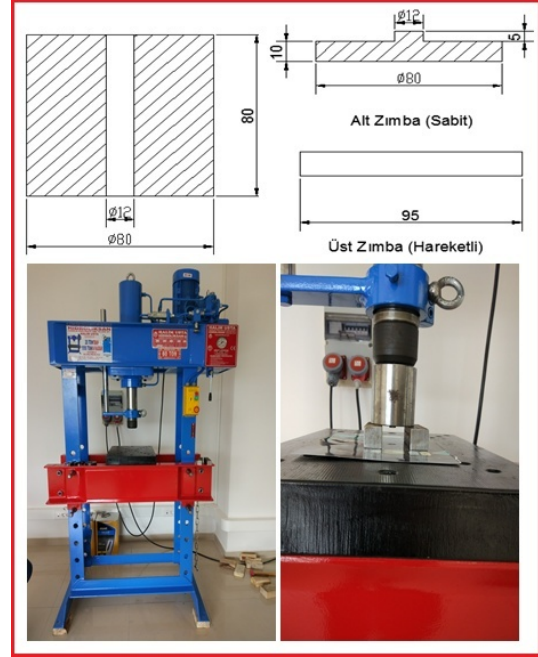
Çizelge 2. SiC tozunun özellikleri

Takviye Malzemesi	Yoğunluk (g/cm ³)	Isıl Genleşme Katsayısı (10 ⁻⁶ /°C)	Ergime Sıcaklığı (°C)	Mukavemet (MPa)	Elastik Modülü (GPa)
SiC	3.2	4	2730	1000	360

AA 2014 alüminyum alaşımı matrisli SiC seramik parçacık takviyeli kompozit malzemelerin üretiminde, toz metalürjisi yöntemi kullanılmıştır. Toz metalürjisi yöntemi kullanılarak ilk aşamada matris ve takviye elamanlarının karıştırılması yapılmıştır (Çizelge 3). Bu bakımdan ağırlıkça % 5, 10 ve 15 oranlarında SiC toz parçacıkları AA 2014 alüminyum matris yapısı ile karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi sonrası matris takviye toz karışımları oda sıcaklığında 700 MPa basınç altında tek yönlü olarak preslenerek, silindirik deney numuneleri şekline dönüştürülmüştür (Şekil 1). Şekil 1 incelendiğinde, numunelerin preslenmesinde kullanılan kalıp ve ölçüleri ile birlikte hidrolik pres görülmektedir. Presleme işlemi sonrası toz metal parçaların, sinterleme işlemleri argon koruyucu atmosferi altında 560°C sıcaklıkta 1 saat boyunca gerçekleştirilmiştir (Şekil 2). Sinterleme işlemi öncesi ve sonrası üretilen deney numunelerinin yoğunluk ölçümleri, hacim hesabı üzerinden gerçekleştirilmiştir ve numunelerin yoğunluk ölçümleri hesaplanmıştır.

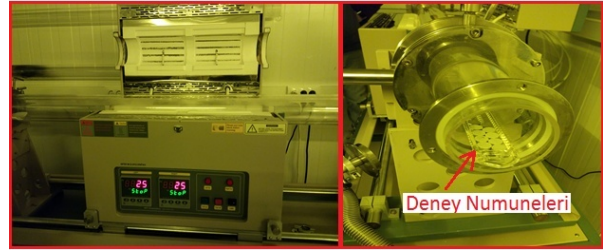
Çizelge 3. Deney numunesi karışım oranları

Numune	% AA 2014	% SiC	AA 2014 (gram)	SiC (gram)
%5 SiC	95	5	1.9	0.1
%10 SiC	90	10	1.8	0.2
%15 SiC	85	15	1.7	0.3



Şekil 1. Numunelerin preslenmesi işlemi

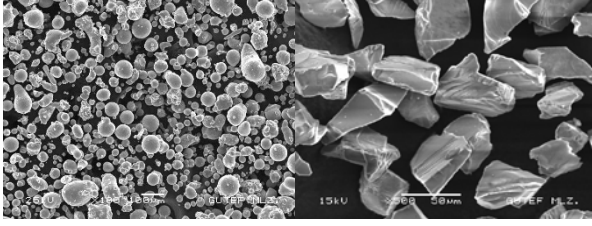
Deney numunelerin metalografik çalışmaları takiben SEM ve optik mikroskop kullanılarak mikro yapıları incelenmiştir. Sertlik ölçümleri için ise, Vickers mikro sertlik ölçümü kullanılarak, HV 0.2 (200 gram) yük altında ölçümler tamamlanmıştır.



Şekil 2. Numunelerin sinterlenmesi işlemi

3. Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

Yapılan bu çalışmada AA 2014 metal matris yapısında SiC parçacık takviyesi ile hazırlanan deney numunelerinde etkili olan parametrelerden bir tanesinin matris ve takviye malzemesinin boyut ve şekil morfolojisi olduğu belirtilebilir. Bu bakımdan çalışmalarda kullanılan matris ve takviye malzemesinin SEM görüntüleri Şekil 3' de gösterilmiştir. Şekil 3 SEM görüntüleri incelendiğinde, gaz atomizasyon yöntemi ile üretilmiş olan AA 2014 alüminyum matris malzemesinin çoğunlukla küresel toz şeklinde yer aldığı görülmektedir. SiC takviye malzemesinin ise çoğunlukla aynı boyut ve düzensiz toz şeklini sergilediği görülmektedir.



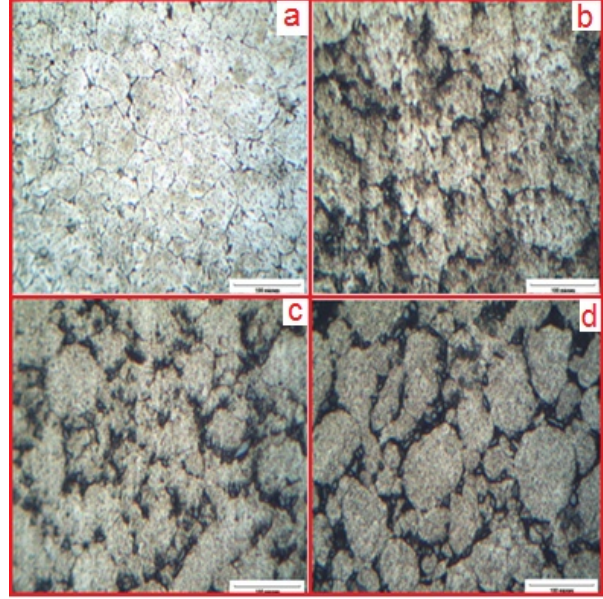
Şekil 3. Matris ve takviye tozlarının mikroyapı görüntüleri; (a) AA 2014, (SiC) [13]

Deney numunelerinin hazırlanan toz karışımları sonrası, presleme ve sinterleme işlemlerini takiben elde edilen ham yoğunluk ve sinterleme sonrası yoğunluk ölçüm sonuçları Çizelge 4’ te gösterilmiştir. Belirlenen presleme basıncı ile numunelerin ham yoğunlukları incelendiğinde, alüminyumun 2.70 g/cm³ olan özgür ağırlığına ulaşılmaya çalışılmıştır. Sinterleme sonrası yoğunluk değerleri incelendiğinde ise az bir miktarda olsa numune yoğunluklarında azalma olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 4. Numunelerin yoğunluk değişimleri

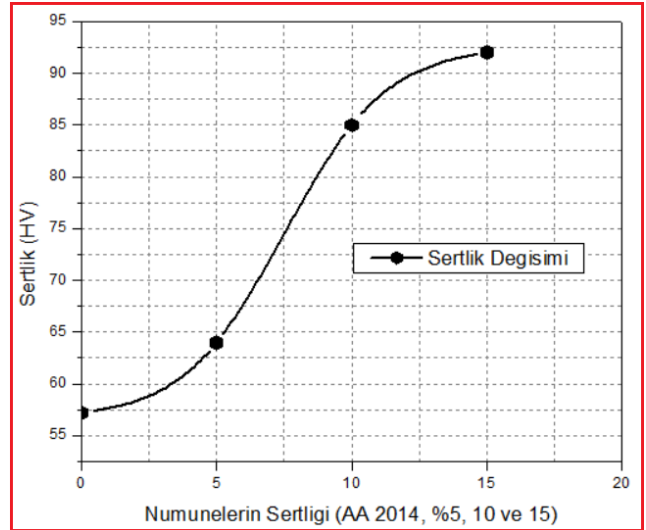
Numuneler	Sinterleme öncesi (g/cm ³)	Sinterleme sonrası (g/cm ³)
AA2014	d= 2.48	d= 2.41
%5 B ₄ C	d= 2.55	d= 2.50
%10 B ₄ C	d= 2.50	d= 2.43
%15 B ₄ C	d= 2.52	d= 2.47

AA 2014 metal matris yapısında farklı oranlarda SiC parçacıklarının takviyesi ile üretilen kompozit malzemelerin, gözenek-tane boyutu ilişkisi, matris/takviye uyumluluğu açısından mikro yapı görüntüleri Şekil 4’ te verilmiştir. Metal matrisli kompozit malzemelerin mikro yapı görüntüleri incelendiğinde, presleme sonrası ortaya çıkan gözenekliliğin sinterleme işlemi ile tane sınırlarına doğru yönlendiği ve gözenek-tane yapısı açısından minimum seyrettiği yönünde bahsedilebilir. Sinterleme ile ortaya çıkan gözenek morfolojisinin yoğunluk tane sınırları ile birleşme noktasında küresel bir başlık şeklinde veya küresele yakın olduğu görülebilmekte ve bu durumda sinterleme teorisi açısından oldukça önem arz etmektedir. (Şekil 4a). SiC takviye fazının artışıyla birlikte (Şekil 4b,c,d) mikroyapıda oluşturduğu dağılımı, özellikle %15 SiC oranında açıkça görülmektedir (Şekil 4d). SiC seramik fazının yoğunlukla tane sınırlarında ve homojen bir içyapı da yer aldığı da söylenebilir. Dolayısıyla böyle bir durumun ortaya çıkması, özellikle malzeme sertliği açısından olumlu bir davranış olarak bahsedilebilir. Ayrıca SiC parçacıklarının tane sınırlarının bazı bölgelerinde kümelenme eğiliminde olduğu da görülebilmektedir.



Şekil 4. Numunelerin mikro yapı görüntüleri; (a) AA 2014, (b) %5, (c) %10, (d) %15

Artan seramik faz miktarının malzeme matris yapısındaki dağılımı özellikle malzeme sertliği açısından değerlendirildiğinde, artan takviye fazı miktarına (%5, 10 ve 15) bağlı olarak sertlik değerinde artış olduğu tespit edilmiştir (Şekil 5). Parçacık hacim oranındaki artışa bağlı olarak en yüksek sertlik değeri 94HV olarak %15 SiC takviyesi ile üretilen kompozit malzemesinde elde edilmiştir. Bu durumda saf halde 57.2 HV sertlik değerine sahip olan AA 2014 alüminyum matris malzemesinin sertliğinin yaklaşık 1.5 kat daha artırılabilirdiğini göstermektedir.



Şekil 5. Numunelerin sertlik değerleri

4. Sonuçlar

AA 2014 hafif alaşım alüminyum metal matris yapısında SiC seramik parçacıklarının takviyesi ile hazırlanan toz malzemelerin presleme ve sinterleme işlemlerini takiben elde edilen sonuçlar; Sinterleme sonrası yoğunluk değerlerinin, nispeten az da olsa azaldığı tespit edilmiştir. Artan takviye hacim oranında SiC parçacıkların tane sınırlarında kümelenme oluşturduğu tespit edilmiştir. Üretilen AA2014/SiC kompozit malzemelerinde en yüksek sertlik değeri %15 SiC karbür içeren numunelerde elde edilmiştir. Sertliğin AA 2014 alüminyum alaşımına kıyasla yaklaşık 1.5 kat arttığı tespit edilmiştir.

5. Kaynaklar

- [1] Akın G. "Toz Metalurjisi Yöntemiyle Alüminyum Matrisli Bor Karbür Takviyeli Kompozitlerin Üretilmesi Ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi (2006)
- [2] Kumdalı F. "Alüminyum Matrisli B4C Takviyeli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemi İle Üretimi", Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi (2008)
- [3] Hailong Wanga, Rui Zhanga, Xing Hua, Chang-An Wang, Yong Huang, "Characterization of a powder metallurgy SiC/Cu-Al composite", Journal of Materials Processing Technology 197 (2008) 43-48.
- [4] Gökmen U. "Sıcak Ekstrüze Edilmiş Al 2024 Matrisli B4C/Al₂O₃ Takviyeli Hibrit Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu", Politeknik Dergisi, 2016; 19 (4) : 445-453
- [5] E.M. Ruiz-Navas, M.L. Delgado, B. Trindade, "Improvement of the bonding interface of a sintered Al 2014-(Ti₅Si₃)_p composite by the copper coating of the reinforcement", Composites: Part A 40 (2009) 1283-1290.
- [6] G.J. Kipouros, W.F. Caley, and D.P. Bishop, "On the Advantages of Using Powder Metallurgy in New Light Metal Alloy Design", Metallurgical And Materials Transactions A, Volume 37a, December 2006—3429, 2006.
- [7] Bostan, B., "Examination Of Al₄C₃ Formation After Mechanically Alloying And Extrusion", J. Fac. Eng. Arch. Gazi Univ., Vol 23, No 2, 343-348, 2008.
- [8] M.A. Jabbari Taleghani, E.M. Ruiz Navas, M. Salehi J.M. Torralba, "Hot deformation behaviour and flow stress prediction of 7075 aluminium alloy powder compacts during compression at elevated temperatures", Materials Science and Engineering A, 534 (2012) 624- 631.
- [9] Y. C. Chen et al., "6061 Aluminum Powder Making and its Thermal and Mechanical Properties", Applied Mechanics and Materials, Vols. 152-154, pp. 1215-1220, 2012.
- [10] Gökmeşe, H., Bostan, B., Barış, M., "Fabrication and characterization of nanoceramic particle Al₂O₃/B₄C composite by mechanochemical approach", Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic, and Nano-Metal Chemistry, Vol 47, No 3, 416-422, 2017.
- [11] R. Taherzadeh Mousavian, R. Azari Khosroshahi, S. Yazdani, D. Brabazon, A.F. Boostani,

"Fabrication of aluminum matrix composites reinforced with nano- to micrometer-sized SiC particles", Materials and Design, 89, 58-70, 2016.

[12] SUI Yanwei, CHEN Xiao, WANG Rui, QI Jiqui, WEI Fuxiang, HE Yezeng, MENG Qingkun, SUN Zhi, "Wear Behavior of In-situ TiC Particles Reinforced Aluminum Matrix Composite", Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed., Volume 32, Issue 3, pp 552-556, 2017.

[13] Günay, M. "Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretilmiş Al-Si/SiC Kompozitlerin Mekanik ve İşlenebilirlik Özelliklerinin Araştırılması", Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi (2009).

ELECTRODE PERFORMANCE OF COB FILMS AS ANODE MATERIALS FOR LI-ION BATTERIES

Nilüfer KÜÇÜKDEVECİ^a, Mustafa ANIK^b

^a Department of Metallurgy and Material Engineering, Faculty of Engineering and Architecture, Nevşehir Hacı Bektaş University, Nevşehir, Türkiye, E-posta: niluferkucukdeveci@nevsehir.edu.tr

^b Department of Metallurgy and Material Engineering, Faculty of Engineering, Eskişehir Osmangazi University, Eskişehir, Türkiye, E-posta: manik@ogu.edu.tr

Abstract

In this work, CoB films were produced by electroless plating method in order to investigate their potential usage as negative electrodes in Li-ion batteries. EQCM experiments carried out in parallel to the cyclic voltammetry (CV) experiments were used to evaluate the extend of Li ion entrance into the coated film. Since Sn coating exhibits high performance as an anode electrode in Li - ion batteries, the synthesized CoB films were compared with Sn coating in order to evaluate the electrode performances. For EQCM experiments, Pt crystals (total area was 0.2 cm²) were used to coat CoB and Sn films. The weight of CoB and Sn films were measured approximately 60µg and 54 µg, respectively. CV experiments were carried out by sweeping the potential from open circuit potential to 0 V_{Li/Li⁺}, then from 0 V_{Li/Li⁺} to open circuit potential.

Keywords: EQCM, CV, Electroless plating, CoB

CATALYTIC CONVERTERS

Bilal DEMİREL ^a, Fatih AKKURT ^b, Mahmut Sait DOĞAN ^a, Yasin ŞAFAK ^a, Müzeyyen TAN ^a

^aErciyes University, Faculty of Engineering, Materials Science and Engineering Department, Kayseri, TÜRKİYE
E-mail: bilaldemirel@erciyes.edu.tr

^bNational Boron Research Institute, Research and Development Coordinatorship, Ankara, TÜRKİYE
E-mail: fatih@boren.gov.tr

Abstract

Nowadays, engine manufacturers have made effort to keep the exhaust emissions under acceptable levels by using catalytic convertor, exhaust gas recirculation system etc. To eliminate the harmful gases for the environment and human health such as carbon monoxide, hydro carbons and nitrogen oxides i.e. exhausted from motor vehicles, catalytic convertors are improved. In this study, it was aimed to design a catalyst resistant to high temperature and not easily eroded. For this aim, firstly material selection was carried out and then weight coefficient of the selected parameters were determined with respect to order of importance and according to which the most appropriate material was determined by the AHP method.

Keywords: Catalytic converter, Environmental problem, Material design

EFFECT OF ELECTROSPINNING PROCESS PARAMETERS ON THE MORPHOLOGY, THE WATER WETTING PROPERTY AND DYE ADSORPTION PROPERTY OF POLY(METHYL METHACRYLATE) NANOFIBER MATS

Özcan Köysüren^a and Hafize Nagehan Köysüren^b

^a Ankara Üniversitesi, Enerji Müh. Bl., Ankara, Türkiye, E-posta: koysuren@ankara.edu.tr

^b Ahi Evran Üniversitesi, Çevre Müh. Bl., Kırşehir, Türkiye, E-posta: nagehan.koysuren@ahievran.edu.tr

Abstract

The aim of this study was to investigate the influence of electrospinning parameters on the morphology, the water wetting property and dye adsorption property of poly(methylmethacrylate) nanofiber mats. Electrospinning parameters, specifically polymer solution concentration, solvent type, applied voltage, distance between the electrode and particulate reinforcement, play significant roles in the electrospinning process and the resultant fiber morphology. Increasing the polymer solution concentration increased both the average fiber diameter and the water contact angle. The average fiber diameter of PMMA mat prepared from acetone solution was thinner than the average fiber diameter of PMMA mat prepared from dimethylformamide solution. Within increasing the electric potential difference between the collector and the syringe tip, the average fiber diameter and the water contact angle increased also. Besides increasing the distance between the electrodes resulted in a decrease in the average fiber diameter and the water contact angle. The highest water contact angle and the highest dye adsorption capacity were obtained with silica nanoparticles reinforced nanofiber mat.

Keywords: Polymer nanofiber, polymer morphology, electrospinning process parameters

INVESTIGATION OF SILICON DOPED TiO₂ COATED OF GLAZED CERAMIC TILE SURFACE PROPERTIES

SİLİSYUM KATKILI TiO₂ KAPLANMIŞ SIRLI SERAMİK KAROLARIN YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Melek GÜNER^a, Zahide BAYER ÖZTÜRK^a

^a Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Nevşehir, Türkiye
mkgunermelek@gmail.com, z.ozturk@nevsehir.edu.tr

Özet

Sol-jel yöntemi geleneksel yöntemlerden farklı olarak homojen ve yüksek saflıktaki seramik yüzeylerin hazırlanmasına olanak tanır. Titanyum dioksit (TiO₂) hem kaplama tekniklerinin veya proses parametrelerinin değiştirilmesi ile özelliklerinin geniş bir aralıkta değiştirilebilmesi hem de katkı maddesi ilavesi veya karıştırılmasıyla özelliklerinin geliştirilebilmesi sayesinde kaplamalarda tercih edilen bir malzemedir. Yapılan çalışmada sol-jel yöntemiyle hazırlanan Silisyum katkılı TiO₂ sol, sırlı seramik karoların üzerine püskürtme yöntemiyle uygulanmıştır. Kaplanmış seramik karolar, 1150°C sıcaklıkta endüstriyel roller fırında 44 dakika sinterlenme sonucunda hazırlanmıştır. Isıl işlemde sonra hazırlanan seramik karolar, X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) teknikleri ile karakterize edilmiştir. Sırlı seramik karolara uygulanan standart testler (lekelenme testi, aşınma testi, renk ve parlaklık ölçümleri vb.) yapılarak yüzeylerin fonksiyonellikleri belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Katkılı titanyum dioksit, Seramik karo, Sol-jel.

Abstract

The sol-gel method allows the preparation of homogeneous and high purity ceramic surfaces, unlike conventional methods. Titanium dioxide (TiO₂); it is a preferred material because the properties of the coating techniques or process parameters and the properties can be changed over a wide range and properties can be improved by adding or mixing the additive. Prepared by sol-gel method in the study made of silicon doped TiO₂ sol was generated by spray coating method onto the glazed ceramic tiles. Coated ceramic tiles were prepared as a result of sintering for 44 minutes in an industrial roller furnace at 1150 °C. The so-prepared ceramic tiles after heat treatment was characterized using X-ray diffraction and scanning electron microscopy. The functionality of the glazed ceramic tiles were investigated by means of standard tests (staining test, abrasion test, the color and gloss measurements etc.).

Keywords: Doped titanium dioxide, Ceramic tile, Sol-gel.

PROCESSING AND SURFACE CHARACTERIZATION OF POLY(VINYL ALCOHOL) NANOFIBER MATS

Hafize Nagehan Köysüren^a and Özcan Köysüren^b

^aAhi Evran Üniversitesi, Çevre Müh. Bl., Kırşehir, Türkiye, E-posta: nagehan.koysuren@ahievran.edu.tr

^bAnkara Üniversitesi, Enerji Müh. Bl., Ankara, Türkiye, E-posta: koysuren@ankara.edu.tr

Abstract

It was aimed to describe the influence of electrospinning parameters on the morphology of poly(vinyl alcohol) (PVA) nanofiber mats. For this purpose, solution concentration, feed rate, applied voltage and distance between the electrodes were studied. Especially, the polymer solution concentration had a significant effect on the final size and the shape of the electrospun particle. SEM images illustrate that increasing PVA solution concentration from 5 wt. % to 10 wt. increased the average fiber diameter and reduced the amount of beads on the electrospun fibers. When the feedrate was increased from 0.05 ml/s to 0.1 ml/s, there was a decrease in the fiber diameter and the fibers produced had a more uniform diameter. Increasing the electric potential difference between the collector and the syringe tip from 20 kV to 40 kV reduced the diameter of the fibers and caused the polymer molecules to be more ordered. Besides increasing the distance between the electrodes from 6 cm to 12 cm resulted in a decrease in the average fiber diameter. This study shows that understanding of electrospinning parameters can lead to the possibility of controlling the morphology of nanofiber mats.

Keywords: Polymer Nanofiber, electrospinning process parameters, surface morphology.

THERMAL AND SPECTROSCOPIC CHARACTERIZATION OF NATURAL AND CATION EXCHANGED CLINOPTILOLITE

Aytaç Günel¹ and Burcu Erdoğan Alver²

¹Graduate School of Sciences, Anadolu University, Eskişehir, Turkey, E-mail: aytacgunal@anadolu.edu.tr

²Department of Physics, Science Faculty, Anadolu University, 26470, Eskişehir, Turkey, E-mail: burcuerdogan@anadolu.edu.tr

Abstract

Clinoptilolite is a member of the heulandite group, and is the most abundant of the natural zeolites. Using Na^+ as the only charge-compensating cation, the formula for the ideal clinoptilolite is $\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}\cdot 24\text{H}_2\text{O}$. The unit cell is monoclinic and is usually characterized on the basis of 72 O atoms and 24 water molecules, with Na^+ , K^+ , Ca^{2+} and Mg^{2+} as the most common charge-balancing atoms. Clinoptilolite has a 2-dimensional channel structure that is formed by 8-oxygen rings and 10-oxygen rings [1]. Clinoptilolite ($\text{Si}/\text{Al}>4$) belongs to the heulandite group of natural zeolites. Clinoptilolite is a monoclinic with the following unit cell parameters: $a=17.62 \text{ \AA}$, $b=17.91 \text{ \AA}$, $c=7.39 \text{ \AA}$, $\beta = 116^\circ 18'$ [2]. In this study, samples obtained from Gördes region from Turkey were crushed, ground and sieved to pass through a $< 63\mu\text{m}$ sieve. Natural clinoptilolite and modified forms (Mg-CLI, Ca-CLI, Na-CLI, Ag-CLI and K-CLI) was investigated. All the clinoptilolite samples were characterized by Thermogravimetric Analysis (TG), Differential Thermal Analysis (DTA), Fourier-transform infrared (FT-IR) spectroscopy. In the temperature range between 0 and 200°C , the major and rapid mass loss (2,53-5.50) is observed by the steep slope of the TG curve as it is associated with the loss of physically adsorbed water, the water residing in the zeolite cavities and bound to the extra-framework cations. It was found that the total % mass losses of clinoptilolite samples decreased as $\text{Mg-CLI} > \text{Ca-CLI} > \text{Na-CLI} > \text{Ag-CLI} > \text{K-CLI}$.

Keywords: Zeolite, Clinoptilolite, FT-IR, TG-DTA.

[1] M. W. Ackley, R.T. Yang, Adsorption Characteristics of High-Exchange Clinoptilolites, Ind. Eng. Chem. Res. 30, 2523-2530, 1991.

[2] G. Gottardi, E. Galli, Natural Zeolites, Springer, Berlin, 1985.

AB INITIO STUDY OF STRUCTURE AND ELASTIC PROPERTIES OF YAl AND YAl₂

Tahsin Özer^a, Muhammet Karataşlı^b and Süleyman Çabuk^c

^a Osmaniye Korkut Ata University Bahçe Vocational High School, Osmaniye, Turkey, E-mail: tahsinozer@osmaniye.edu.tr

^b Çukurova University Faculty of Arts and Sciences, Adana, Turkey, E-mail: muhammet.karatasli@gmail.com

^c Çukurova University Faculty of Arts and Sciences Department of Physics, Adana, Turkey, E-mail: sabuk@cu.edu.tr

Abstract

By performing ab initio calculations based on the density functional theory, we have investigated the structure and elastic properties for YAl and YAl₂ compounds as implemented in the Quantum ESPRESSO code. The equilibrium lattice parameters and atomic positions of both of the compounds are obtained by performing structural optimization. The elastic constants are computed using the ElaStic code. The polycrystalline elastic parameters such as Poisson's ratio, shear and Young's modulus are obtained from independent elastic constants using the Voigt-Reuss-Hill approximations. All values of calculations are compared with available data in the literature.

Keywords: YAl, YAl₂, Elastic constant, Structural parameters

MECHANICAL CHARACTERIZATION OF POLYVINYLIDENE FLUORIDE (PVDF) ELECTROSPUN NANOCOMPOSITE FIBERS

Hatice Aylin KARAHAN TOPRAKÇI^a, Derya MUTLU^a and Ozan TOPRAKÇI^a

^a Yalova University Polymer Engineering Department, Yalova, Turkey, City, Country
E-mail: aylin.toprakci@yalova.edu.tr

Abstract

Electrospinning is an effective way of producing nanofibers from polymer solution by using an electrical force. In addition to nanofibers, nanocomposite fibers can be obtained by electrospinning through the addition of nanofillers into the polymer solution. TiO₂ is an inorganic material known by its unique properties. In his study, nanocomposite electrospun Polyvinylidene fluoride (PVDF) fibers were obtained by incorporation of different levels of TiO₂. Morphological and mechanical characterization of PVDF nanocomposite fibers were investigated by uniaxial testing system and scanning electron microscopy respectively. Filler concentration was found to show various effects on fiber morphology and mechanical properties.

Project is founded by Yalova University. BAP (Scientific Research Project) Project No: 2015/BAP/101, Funtional Nanofiber Production.

Keywords: Electrospinning, nanofibers, Polyvinylidene fluoride (PVDF), nanocomposite, mechanical characterization

A NONENZYMATIC HYDROGEN PEROXIDE SENSOR BASED ON (3-AMINOPROPYL) TRIETHOXYSILANE FUNCTIONALIZED REDUCED GRAPHENE OXIDE

Muhammet Guler* Vedat Turkoglu

*YuzuncuYil University, Faculty of Science, Department of Chemistry, 65080, Van, Turkey,
E-mail: mguler@yyu.edu.tr

Abstract

In the present study, a novel nonenzymatic hydrogen peroxide sensor based on (3-aminopropyl) triethoxysilane (APTES) functionalized reduced graphene oxide (rGO) modified glassy carbon (GC) electrode was fabricated. Nafion (Nf) was used as a protective membrane. For the characterization of the composites, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray powder diffractometer (XRD), and transmission electron microscopy (TEM) were used. The electrochemical properties of the modified electrodes were investigated using electrochemical impedance spectroscopy, cyclic voltammetry, and amperometry. The resulting Nf/rGO-APTES/GC composites showed good electrocatalytic activity toward H_2O_2 . The Nf/rGO-APTES/GC electrode exhibited a linear range of H_2O_2 concentration from 0.05 to 19.25 mM with a detection limit (LOD) of 0.017 mM and sensitivity of $124.87 \mu A mM^{-1} cm^{-2}$. Also, the sensor had notable selectivity, repeatability, reproducibility, and storage stability.

Keywords: APTES functionalized reduced graphene oxide, H_2O_2 , Nafion.

ALTERNATIVE ENERGY RESOURCES AND ENVIRONMENT

Şennur Merve YAKUT

Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir, Turkey , E- posta: sennurmerve@nevsehir.edu.tr

Abstract

As a result of industrialization that has been going on for many years and accompanying energy consumption, the energy requirement needed is increasing every year. Since the use of fossil fuels is both a negative impact on the environment and a resource that can be consumed, the need for alternative energy sources is increasing. These alternative energy sources are especially; Solar energy, geothermal energy, wind energy and nuclear energy (popular in recent years). Sustainable environmental issues are also pushing countries to use alternative energy. Especially in the last years, the applications of alternative energy in our country are very promising.. In this study, a review study about the alternative energy sources used today, the effects on the environment and applications has been done.

Keywords: Alternative energy sources, clean energy systems, environment

FORMATION OF TRIANGULAR NANOPORES ON GALLIUM ARSENIDE BY ELECTROCHEMICAL ETCHING AND CARRIER RECOMBINATION LIFETIME MEASUREMENT VIA FLIM

H. Yüngeviş, E. Özunal, S. Açıkgöz

Department of Metallurgical and Materials Engineering, Karamanoğlu Mehmetbey University,
70100 Karaman, Turkey

Abstract

N-type Si doped (100) oriented Gallium Arsenide (GaAs) wafers were etched in an electrochemical double cell containing HCl:C₂H₅OH electrolyte solution with the goal of creating a porous layer. It was observed that triangular nanopores were formed on the substrate. To increase pore density and obtain homogenous pore formation on the entire surface of the substrate, the variations of different etching parameters like current density, etching time and illumination source were considered. The effect of illumination source was studied by halogen lamp, white LED, 470 nm and 405 nm pulsed diode laser. The porous morphologies obtained from the etching of n-type GaAs were characterized through scanning electron microscope (SEM), energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) and fluorescence lifetime imaging microscope (FLIM). FLIM can be a powerful tool for measuring carrier recombination lifetime and controlling the surface quality of semiconductor surface. In this work, the changes in the carrier lifetimes are probed with time-resolved photoluminescence measurements based on time-correlated single photon counting (TCSPC) and two dimensional carrier lifetime map of semiconductor surface are obtained using FLIM.

Keywords: GaAs, electrochemical etching, nanopores, carrier recombination lifetime.

Acknowledgments: This work is supported through research grants from The Scientific and Technological Research Council of Turkey (TUBITAK) with a project number of 114F451.

MODIFICATION AND INCREASING PORE SIZE OF MONTMORILLONITE BY PHYSICAL AND CHEMICAL PROCESSES

Ülkü Demirci¹ and Feza Geyikçi²

¹ Ondokuz Mayıs University, Engineering Faculty, Chemical Engineering Department, Graduate student, Samsun, Turkey, ulkuabbasoglu@gmail.com

² Ondokuz Mayıs University, Engineering Faculty, Chemical Engineering Department, Associate professor, Samsun, Turkey, fezag@omu.edu.tr

Abstract

Increasing pore sizes and active surface areas by modifying cationic surfactants, improving the adsorption properties of clay minerals has recently become very important due to high efficiency, ease of use. Thanks to these properties, many clay minerals are used in the industry. For example kaolins are used in paper filling and coatings, bricks, ceramics, cement, plastics, paints and solvents, montmorillonite (bentonite) minerals are used in detergent, ceramic, paper, cosmetic and paint industries.

Montmorillonite (MMT) mineral is due to their high adsorption and plasticity capabilities, their electrical charge, improved fluid absorption, colloidal structure, their small surface area, and their ability to swell very well in water widely used in industry.

MMT swells with water addition similar to other clays. However, some montmorillonites expand much more than other clays due to the molecular voids in their interlayers. The amount of expansion depends largely on the type of exchangeable cation present in the sample. As a dominant interchangeable cation, the presence of sodium can lead to the swelling of the clay to several times its original volume. The clay group of MMT has a water uptake capacity of 1 to 15 times. The exchangeable cations are in the water between the layers. The sodium ion causes the mineral to swell very much by entering the water between the layers, while the calcium ion causes the water to enter in less amount and the mineral to swell less. For this reason most of the properties of sodium montmorillonite (Na-MMT) and low-swelling calcium montmorillonite (Ca-MMT) minerals that are highly swollen with water are different.

Ca-MMT has been used in the treatment of many diseases since years of 1800. Thanks to its high absorption ability it has the characteristic of purifying the toxic substances in the body. Pain, open wound, colitis, ulcers, acne, anemia is known to be used in the treatment of many diseases such as.

The aim of this work is to improve the pore structure of the organomontmorillonites prepared by modification of the natural Ca-MMT with different cationic surfactants and their different ratios, and to increase the adsorption capacity.

Keywords: Clay, bentonite, montmorillonite, modification.

THERMOMECHANICAL PROCESSING AND ITS EFFECTS ON MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF β -TYPE Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr ALLOY

Mazin Salah Abed^a, Hakan Yilmazer^b, Mitsuo Niinomi^{c,d}, Güven Yapıcı^e

^a Master Student, Department of Metallurgical and Materials Engineering, Yildiz Technical University, Istanbul, Turkey, E-mail: mazinslh@gmail.com

^b Department of Metallurgical and Materials Engineering, Yildiz Technical University, Istanbul, Turkey, E-mail: hakanyil@yildiz.edu.tr

^c Tohoku University, Institute for Materials Research, Sendai, Japan E-mail: niinomi@imr.tohoku.ac.jp

^d Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Materials Science and Technology, Meijo University, Nagoya, Japan E-mail: mazinslh@gmail.com

^e Department of Mechanical Engineering, Ozyegin University, Istanbul, Turkey, E-mail: guven.yapici@ozyegin.edu.tr

Abstract

Multifunctional β -type Ti alloys have been developed in order to use in biomedical orthopedic and trauma treatment applications. A beta type titanium alloy Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr, which hereafter will be called TNTZ, with low elastic modulus has been developed for biomedical applications, and utilization is being taken into account. In this study, thermomechanical heat treatments and their effects on the microstructure and mechanical properties of severely deformed TNTZ, have been systematically investigated. Solution treatment at 1063K for 5,10,30 and 60 minutes following by water quenching and air cooling has been applied on the severely cold rolled TNTZ with an over 90% reduction ratio. While, microstructural features have been analyzed using optical microscopy, XRD and SEM, mechanical tests such as using hardness measurements, tensile and fatigue tests have been carried out to analyze mechanical behavior.

Keywords: biomaterials, titanium alloys, thermomechanical processing, heat treatments, mechanical properties

BONE CHINA SIRLARINDA REÇETE BİLEŞENLERİNİN PARTİKÜL TANE BOYUTLARININ METAL İZİ OLUŞUMUNA ETKİSİ

Fazilet GÜNGÖR¹ ve Berda ALTUN¹

¹ Kütahya Porselen Sanayi A.Ş., Kütahya-Türkiye, faziletgungor@kutahyaporselen.com.tr
berdaaltun@kutahyaporselen.com.tr

Özet

Bu çalışmada, bone china sırlarının metal izlerine karşı direnç davranışı, reçete bileşenlerinin tane boyutları etkisi üzerinden incelenmiştir. Reçetenin büyük bir kısmını oluşturan kuvars ve K-Feldispat için dörder farklı tane boyut ve dağılımı sağlanmıştır. Tane boyut ve dağılımı master sizer cihazı ile ölçülmüştür. Sırların viskoziteleri Brookfield viskozimetresi kullanılarak ölçülmüştür. Bileşen tane boyut ve dağılımının sırların ergime davranışına olan etkisi ısı mikroskobu ile saptanmıştır. Sırların metal izlerine karşı olan direnci, sırların yüzeyinin 1.5 kg sabit yük altındaki bıçak tarafından sabit hızda sürtünme etkisinde kalması ile tespit edilmiştir. Sırların termal genleşme davranışları üzerine etkisi dilatometre ölçümü ile belirlenmiştir. Çalışma sonunda, kuvars ve K-Feldispat için metal izi direncini arttıracak optimum tane boyut ve dağılımı saptanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Bone China, Sırlar, Metal Marking, Tane Boyutu, Tane Dağılımı

Abstract

In this study, behavior of bone china glazes to metal marking was investigated through the effect of particle sizes of recipe components. Four different sizes and distributions of Quartz and K-feldspar, which make up the bulk of the recipe, are provided. Particle size and distribution are measured by Master Sizer. The viscosities of the glazes were measured by using a Brookfield viscometer. The effect of component particle size and distribution on the melting behavior was measured by heat microscopy. The resistance to the metal marking of the glazes were measured by the grit surface remaining friction-free at a constant speed by the knife under a constant load of 1.5 kg. The effect of particle size and distribution on the expansion behavior of the glaze was determined by dilatometer measurement. At the end of the study, optimum grain size and distribution were determined to increase the metal marking resistance for quartz and K-feldspar.

Keywords: Bone China, Glaze, Metal Marking, Particle Size, Particle Size Distribution

A DETAILED STUDY ON THICKNESS CALCULATION OF (Cu, Al, In)-DOPED SnO₂ THIN FILMS USING A SIMPLE ANALYSIS METHOD

Sibel Gürakar¹ and Tülay Serin²

^a Department of Physics Engineering, Ankara University, Ankara, Turkey, E-mail: sgurakar@eng.ankara.edu.tr, serin@eng.ankara.edu.tr

Abstract

The undoped, Cu, Al and In (2 at. %) doped SnO₂ thin films were grown by spray method on microscope glass substrates. The effect of Cu, Al and In doping on the optical properties of SnO₂ films were studied. The optical transmittances of thin films were measured with UV-Vis-NIR spectrometer in the 300–2500 nm wavelength range. A simple analysis according to Swanepoel's method was applied to transmittance spectrum of each film. Calculations were repeated in order to make interpolations and to determine the thickness more accurately. The real and imaginary parts of the complex index of refraction of thin films were also obtained. The effect of doping atoms on these physical parameters of SnO₂ films were studied.

Keywords: SnO₂, doping, thin films, optical properties

FARKLI BORLAMA KARIŞIMLARININ SAE 1020 ÇELİĞİNDE OLUŞAN BORÜR TABAKASINA ETKİSİ

EFFECT OF DIFFERENT BORONIZING COMPOSITIONS ON THE FORMATION OF BORIDE LAYER ON SAE 1020 STEEL

İlyas TÜRKMEN^a and Emre YALAMAÇ^a

^a Manisa Celal Bayar University, Metallurgical and Materials Engineering Department, Manisa, Turkey,
E-mail: ilyas.turkmen@cbu.edu.tr E-mail: emre.yalamac@cbu.edu.tr

Özet

SAE 1020 çeliği kutu borlama yöntemiyle farklı borlama karışımlarıyla borlanmıştır. Borlama işlemi 900°C sıcaklık ve 4 saat süreyle yapılmıştır. Borlama karışımları aktivatör, bor kaynağı ve seyreltici olmak üzere 3 farklı toz bileşenden oluşmaktadır. Bu çalışmada 3 farklı borlama karışımı kullanılmıştır. Tüm karışımlarda aktivatör olarak KBF_4 ve seyreltici olarak SiC bulunmaktadır. Karışımlar, bor kaynağı olarak boraks pentahidrat, boraks dekahidrat, bor oksit içermektedir. Bu çalışmada, farklı borlama bileşimlerinin borlama sonucu oluşan borür tabakası özelliklerine etkileri araştırılmıştır. Optik mikroskop ile borür tabakaları kalınlık ve morfolojik açıdan incelenmiştir. Makro ve mikro sertlik testleri ile tabakaların sertlik değerleri ölçülmüş ve karşılaştırılmıştır. Ayrıca borlama sonrası numune yüzeylerinin temizliği ve numunelerin çelik kutudan çıkarılabilme kolaylığı gibi kriterler de göz önünde bulundurularak en uygun borlama karışımı/karışımları belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Borlama, Boraks pentahidrat, Boraks dekahidrat, Bor oksit, SAE 1020

Abstract

SAE 1020 steel was boronized with different boronizing compositions (mixtures) by powder-pack boronizing method. The boronizing process was carried out at 900°C for 4 hours. Boronizing compositions consist of three different powder compounds (activator, boron source and diluent). In this study, three different boronizing compositions were used. All mixtures contain KBF_4 as the activator and SiC as the diluent. Boronizing compositions include borax pentahydrate ($Na_2B_4O_7 \cdot 5H_2O$), borax decahydrate ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) and boron oxide (B_2O_3) as boron source. In this study, the effects of different boronizing compositions on the properties of the boride layers were investigated. The boride layers were examined in terms of layer thickness and morphological structure by an optical microscope. Hardness values of the boride layers were measured and compared by macro and micro hardness tests. In addition, the most suitable boronizing composition was determined considering the criteria such as cleanliness of the sample surfaces after boronizing and ease of removal of the samples from the steel case.

Keywords: Boronizing (Boriding), Borax pentahydrate, Borax decahydrate, Boron oxide, SAE 1020

EuBa₂Ca₂Cu₃O_{9-x} CERAMIC ADDITIVE ON MICRO-STRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF POLYVINIL ALCOHOL (PVA)

Zeynep Güven Özdemir^a, Banu Süngü Mısırlıoğlu^b, Baki Aksakal^c,
Berk Tırnakçı^d, Yavuz Salt^e, and Cenk Denktas^f

^a Yildiz Technical University, Department of Physics, Istanbul, Turkey, E-mail: zguven@yildiz.edu.tr

^b Yildiz Technical University, Department of Physics, Istanbul, Turkey, E-mail: sungubani@gmail.com

^c Yildiz Technical University, Department of Physics, Istanbul, Turkey, E-mail: aksakal@yildiz.edu.tr

^d Yildiz Technical University, Department of Chemical Engineering, Istanbul, Turkey,
E-mail: berktirnakci@gmail.com

^e Yildiz Technical University, Department of Chemical Engineering, Istanbul, Turkey, E-mail: salt@yildiz.edu.tr

^f Yildiz Technical University, Department of Physics, Istanbul, Turkey, E-mail: cdenktas@yildiz.edu.tr

Abstract

An important attribute of polymers is the ability to modify their inherent physical properties by the addition of fillers while retaining their characteristics. The integration of inorganic fillers in polymer matrix is useful for superior mechanical strength and functional properties of polymer-ceramic composites. From this point of view, PVA/EuBa₂Ca₂Cu₃O_{9-x} (PVA/Eu-1223) polymer/ceramic composites have been prepared by solvent casting method with different weight percentages of ceramic content varies from 1.0 to 5.0% wt. The ceramic nature of the EuBa₂Ca₂Cu₃O_{9-x} material has been investigated by SEM and XRD analysis results. The effect of ceramic particles on PVA has been characterized by Attenuated Total Reflectance-Fourier Transform Infrared (ATR-FTIR) Spectroscopy and Thermogravimetric Analysis (TGA) analysis. TGA analyses showed that thermal stability of pure PVA slightly increases with Eu-1223 additive. The tensile properties such as Young's modulus, tensile strength and strain at break of pure PVA and PVA/Eu-1223 composites have also been investigated. According to stress-strain test results, it has been determined that increasing ceramic content improves Young's modulus of PVA films significantly. Besides, elastic limit values, especially yield stress increased noticeably with increasing ceramic content.

Keywords: PVA, Eu based ceramic, Composite, Young modulus

PRELIMINARY STUDY ON MINERALOGY AND FLUID INCLUSION PROPERTIES OF THE KAMAN (KIRSEHIR, TURKEY) IRON DEPOSIT

Ayşe Orhan

Nevşehir HBV University Department of Geological Engineering, Nevşehir, Turkey, ayse.orhan@nevsehir.edu.tr

Abstract

The Kaman (Kırşehir) iron deposit is developed in a skarn zone at the contact between the Upper Cretaceous Çelebi Granitoid and calcic Paleozoic Bolçadağ Marble. Both endo- and exoskarn zones are developed along the skarn belt. Endo- and exoskarn zones have been identified as pyroxene-scapolite, pyroxene-plagioclase and pyroxene, pyroxene-garnet and epidote-actinolite mineral facies, respectively. Iron mineralization is formed as veins-lenses and disseminated in the all mineral facies. In prograde stage, magnetite mineralization is developed coexisting with pyroxene, garnet and plagioclase. In retrograde stage, magnetite, hematite and trace pyrite are formed with actinolite, epidote, chlorite, calcite, quartz and zeolite alterations. In last stage represented by post skarn, magnetite and/or hematite mineralization are cut by barren quartz, calcite or gypsum veins and limonite are developed.

Microthermometric measurements for the Kaman Fe-skarn deposit were conducted on magnetite bearing prograde and retrograde skarn stages. Five type fluid inclusions are identified on basis of the observable phase at room temperature with their paragenesis and vapor and liquid ratio. Type 1 and 2 inclusions have a liquid + vapor phase inclusions ($V \sim 10\%$ and $V \sim 10-30\%$). Type 1 inclusions are commonly formed in barren quartz and calcite whereas Type 2 inclusions are observed in pyroxene, garnet, actinolite, epidote, calcite and quartz. Type 3 inclusions are daughter mineral-bearing primary three-phase inclusions (liquid + vapor + solid). These inclusions consist of halite or solid daughter minerals and hosted in garnet, pyroxene and epidote. Type 4 inclusions are two-phase liquid + vapor inclusions, where the vapor phase is larger ($V > L$; $V \sim 40-60\%$) than the others. These inclusions are commonly formed actinolite and epidote. Type 5 inclusions are V_{CO_2} bearing primary two-phase inclusions. These inclusions are observed in only garnet.

Homogenization temperature (T_h) in garnet, pyroxene, actinolite, epidote, calcite and quartz were measured as $>600^\circ\text{C}$ to 293°C , >600 to 356°C , 501°C to 197°C , 405°C to 176°C , 255°C to 167°C and 239°C to 172°C , respectively. Salinity of these minerals are between >70 and 5.94 wt.% NaCl equiv., >70 and 9.95 wt.% NaCl equiv., 13.7 and 3.2 wt.% NaCl equiv., 45.4 and 3.7 wt.% NaCl equiv., 12.9 and 3.7 wt.% NaCl equiv. and 11.7 and 1.4 wt.% NaCl equiv. Well positive correlations between T_h and salinity values indicates that the Kaman Fe-skarn deposit was formed in a magmatic and mixed meteoric water.

Keywords: Fluid inclusion, mineralogy, Kaman iron deposit, Kırşehir, Turkey.

Acknowledgement: This study is supported by the Scientific Research Projects Unit of Nevşehir HBV University (NEÜBAP-15/2F7).

PREPARATION OF TiO₂ NANOTUBE/ZnO NANOROD VIA ELECTROCHEMICAL METHOD AND ITS APPLICATION IN HYDROGEN PRODUCTION

Evrin BARAN^a and Gökmen SİĞİRCİK^b

^aDepartment of Chemistry, Faculty of Science and Literature/Kilis 7 Aralık University, Kilis, Turkey; evrimbaran@kilis.edu.tr

^bDepartment of Chemistry, Science and Letters Faculty/Cukurova University, Adana, Turkey; gsigircik@cu.edu.tr

Abstract

Semiconductor materials, especially titanium oxide and zinc oxide have attracted great attention from researchers due to their significant properties [1]. Physical, electrical and catalytic properties of these materials have been strongly affected by their crystal structure and morphology. Both of them could be prepared by different synthesis techniques with different morphologies. It is known that nanostructures could offer long optical paths for efficient light absorption and high quality one-dimensional conducting channels for rapid electron-hole separation and charge transport [2]. Besides, nanostructures provide high surface areas which have importance for fast interfacial charge transfer and electrochemical reactions. All of these properties make them strong candidate for hydrogen evolution reaction (HER) mechanism.

In the present study, TiO₂-NT was fabricated by two-step anodization technique. Then, ZnO nanorod was coated on TiO₂-NT via electrochemical route under the constant potential value of -1.06 V at 30 min. The morphology, composition and structure of TiO₂-NT/ZnO nanorod electrode were examined by field emission scanning electron microscopy (FE-SEM), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) and X-ray diffraction (XRD), respectively. Also, the measurements of the water contact angle were carried out to determine wetting properties of the surfaces. The average length and diameter of TiO₂-NT were found to be 5.2 μm and 74 nm. The ZnO nanorods have the high crystallinity of wurtzite hexagonal structure. Electrochemical impedance spectroscopy measurement was recorded in 1 M KOH to study the electrocatalytic properties of electrode towards the hydrogen evolution reaction. From the Mott-Schottky analysis, TiO₂-NT/ZnO nanorod was determined to be n-type conductivity and charge carrier density was calculated as 1.66.10²⁰ cm⁻³.

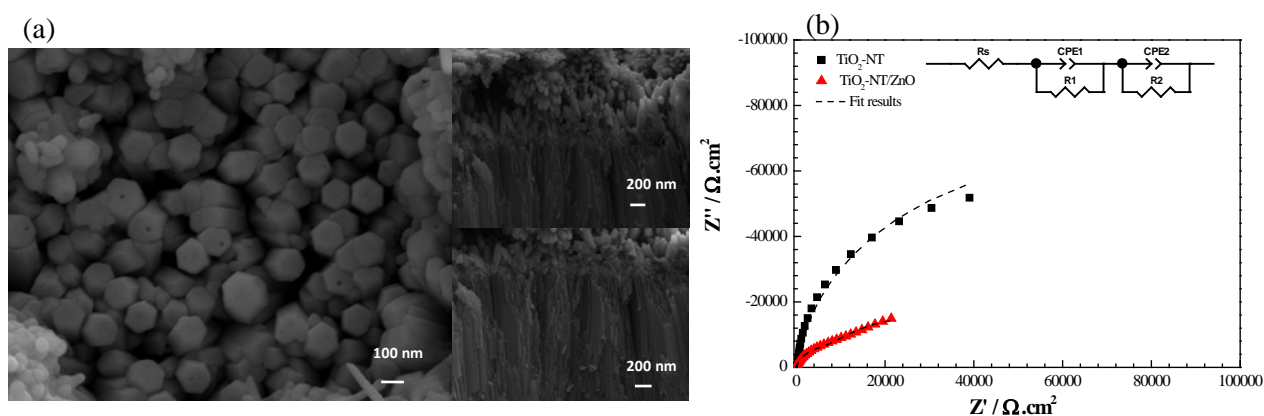


Figure 1. FE-SEM (top and cross section views) images (a) and Nyquist plot of TiO₂-NT/ZnO nanorod (b).

Keywords: TiO₂-NT, ZnO nanorod, electrochemical deposition, Mott-Schottky, hydrogen.

Acknowledgements

The authors are thankful to the Cukurova University research fund and Kilis 7 Aralık University.

References

- [1] Liu Z, Pestic B, Raja KS, Rangaraju RR, Misra M., Int J Hydrogen Energy 34 (2009), 3250-3257.
- [2] J. Shi, Y. Hara, C. Sun, M. A. Anderson and X. Wang, Nano Lett. 11 (2011), 3413-3419.

IMPROVEMENT OF DESIGN AND PROPERTIES OF INSULATION BRICK

Bilal DEMİREL^a, Fatih AKKURT^b, Abdullah Şafak AKBAŞ^a
Sergen YILMAZ^a, Yusuf Can ARDAHANLILAR^a, Emre YURTSEVEN^a

^aErciyes University, Faculty of Engineering, Materials Science and Engineering Department, Kayseri, TÜRKİYE
E-mail: bilaldemirel@erciyes.edu.tr

^bNational Boron Research Institute, Research and Development Coordinatorship, Ankara, TÜRKİYE
E-mail: fatih@boren.gov.tr

Abstract

In this study, thermal insulation properties, ease of use and total deformation values of the insulation brick produced in combination with EPS were tried to be improved by changing the design of it and the ideal production ranges for these results were ascertained. For this purpose, 23 different designs were made and the most ideal results were aimed for developing these properties.

Keywords: Insulation Brick, Design, ECHIP Program

A COMPOSITE MATERIAL BASED ON NANOPARTICLES OF ZINC OXIDE FOR THE SELECTIVE AND SENSITIVE ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF AGMATINE

Hilal İNCEBAY^a

^a Nevsehir Hacı Bektaş Veli University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Chemistry, Nevsehir, Turkey.
hilalincebay@gmail.com

Abstract

Biosensors improved in order to be more effective treatments many diseases that can not be improved recognize and practice until today and in this point nanobiotechnological studies have given another direction. In recent years, carbon nanotubes often used alone, with nanoparticles or a polymer matrix in the biosensor design. In addition today, agmatine which is a cationic polyamine and the active ingredient schizophrenia diseases which not a complete cure known to be associated with the secretion of large amounts in the brain. While making with many biosensor design may be able to treat many diseases, the agmatine sensor works which cause schizophrenia agmatine remained a step behind. Taking this into consideration, in this study A selective of agmatine (Agm) was carried out using a voltammetric sensor prepared by modifying a glassy carbon (GC) electrode modified with composite of nanoparticles of zinc oxide (ZnONPs) and functionalized multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs). Fourier transform infrared spectroscopy and scanning electron microscopic techniques were utilized for characterizing the composite and the electrode layer and compared with a bare GC electrode and a GC electrode modified with carbon nanotubes. Square wave voltammetry (SWV) was performed for the determination of Agm at the proposed electrode (ZnONPs–MWCNTs/GC). Improved voltammetric behavior, long-time stability and good reproducibility were obtained for Agm at ZnONPs–MWCNTs/GC electrode. Accurate and precise quantification of Agm makes the ZnONPs–MWCNTs/GCE system of great interest for diagnose schizophrenia.

Keywords: Agmatine, biosensors, electrochemical detection

AN ALTERNATIVE COPPER ALLOY FOR WIRE MESH WELDING

Tuba Özeren^a and Feriha Birol^b

^a Sağlam Metal A.Ş., Kocaeli, Turkey, tuba.ozeren@saglammetal.com

^b Sağlam Metal A.Ş., Kocaeli, Turkey, feriha.biol@saglammetal.com

Abstract

Cu-Be alloys are widely used in wire mesh welding electrodes due to their high hardness and good wear resistance. However, due to the high cost of the Cu-Be alloy, searching for a more cost effective alternative copper alloy is always on going. In this study, the results of electrode material that is produced by new generation CuNiSi + Cr hard copper alloy, which is developed by heat treatment at Sağlam Metal A.Ş., are presented in comparison with CuCoNiBe alloy. The performances of two alloys were compared in a wire mesh welding company under direct production conditions. In addition, the softening temperature curves and wear properties of the set two alloys were obtained and investigated directly with production performance tests.

Keywords: Electrodes, Welding, Welding consumables

PRODUCTION OF IN-SITU FORMED hBN-SiC COMPOSITES AND THEIR CHARACTERISATION BY USING TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY TECHNIQUES

Servet Turan^a, Zuhal Yılmaz^b, Umut Savacı^a, Nuran Ay^a

^a Anadolu University, Department of Materials Science and Engineering, Iki Eylül Campus, Eskisehir, Turkey, sturan@anadolu.edu.tr

^b SMO, Bilecik Şeyh Edebali University, Bilecik, Turkey, zuhal.guven@bilecik.edu.tr

Abstract

Silicon carbide (SiC) is an excellent material especially for high temperature applications. However, it is a very difficult material to machine. To increase the machinability of SiC, generally layered structure materials such as hexagonal boron nitride and graphite have been added to ceramics. However, the micron size additions of such particles decrease the strength of SiC. Therefore, it is important to produce homogeneously distributed smaller h-BN grains in SiC matrices to improve the machinability without decreasing the strength of the matrix. To produce the in-situ composites, α -SiC, boric acid (H_3BO_3) and urea ($CO(NH_2)_2$) were used as raw materials. The ratio of boric acid (H_3BO_3) / urea ($CO(NH_2)_2$) was 1/3. These raw materials were mixed to obtain 10, 20, 30 and 40 vol % BN. Raw materials were homogeneously stirred in a planetary mill with ethanol. After drying, the mixtures were calcined at 850°C in a nitrogen atmosphere for 16 hours. Then, the composite powders were sintered by using SPS at 2000°C under 50 MPa. Phase and microstructure characterization were performed by x-ray diffraction and electron microscopes (SEM and TEM) techniques. The results showed that the boron nitride has the partial crystallized turbostratic structure after the heat treatment at 1500°C in a nitrogen atmosphere. However, all SPS sintered samples have well-crystallized hexagonal boron nitride. The findings indicated that the calcination periods have an effect on the amount of hBN formation. In this study, the relationship between the h-BN content on the microstructure and mechanical properties of the composites will be discussed.

Keywords: SiC, hBN, characterization,

TEMPERATURE DEPENDENT DIELECTRIC PROPERTIES OF $\text{Eu}_x\text{Bi}_{1-x}\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{6.5}$ (X=0, 0.3, 0.5) CERAMIC COMPOSITES

Mehmet KILIÇ, Zeynep Güven ÖZDEMİR, Yaşar KARABUL, and Orhan İÇELLİ

Department of Physics, Faculty of Science and Letters, Yıldız Technical University, 34220 Istanbul, Turkey.
E-mail: kilic-m@hotmail.com

Abstract

In this work, $\text{Eu}_x\text{Bi}_{1-x}\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{6.5}$ ($x=0, 0.3, 0.5$) ceramic composite material has been synthesized by conventional solid state reaction method. The influence of a heavy rare Earth element Europium doping on $\text{BiSr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{6.5}$ (or shortly Bi-1212) has been investigated in terms of both structural and dielectric properties. The surface morphology and FTIR spectra of the samples have been investigated. Dielectric spectra of the samples have been determined by impedance measurements performed by NOVO Control Broadband Dielectric/Impedance analyzers with Quatro Cryosystem between 1Hz–40MHz frequency within the temperature interval of 296-433K. The frequency and temperature dependence of the real and imaginary parts of the complex dielectric function revealed that Europium doping has an effective role on the improvement of better insulating ceramic material with low dielectric loss for technological applications.

Keywords: Ceramic composite, insulating ceramic, dielectric spectroscopy, low dielectric loss.

SODIUM SILICATE/WOLFRAM GLASSY COMPOSITES: INVESTIGATION OF SHIELDING AND DIELECTRIC PARAMETERS

Yaşar KARABUL^a, Mehmet KILIÇ^a, Zeynep Güven ÖZDEMİR^a, Mustafa Çağlar^b,
and Orhan İÇELLİ^a

^aDepartment of Physics, Faculty of Science and Letters, Yıldız Technical University, 34220 Istanbul, Turkey.

^bDepartment of Medical Physics, Institute of Health Sciences, Istanbul Medipol University, 34810 Istanbul, Turkey
E-mail: karabulyasar@gmail.com

Abstract

Shielding is necessary to protect penetrative neutrons and gamma-rays. Glassy materials can be one of the best possible alternatives to concrete and can be used as radiation shielding materials. In the present study, Sodium metasilicate/wolfram glassy structures have been produced and investigated with respect to photon interactions as means of mass attenuation coefficient (μ/ρ) at different photon energies. They were irradiated by Ba-133 radioactive point source for transmission of the gamma rays at 81 and 356 keV photon energies. The mass attenuation coefficients of the composites were measured at the mentioned energies. Theoretical values of μ/ρ were also calculated by using Monte Carlo N-Particle (MCNP) simulation code for comparison, and a well agreement was obtained in the μ/ρ between MCNP and the experimental results. To obtain radiation shielding properties of these glasses, the experimental gamma-ray attenuation coefficients were determined by using NaI(Tl) scintillation detector. Also the dielectric properties of the glasses were investigated using dielectric spectroscopy. A detailed analysis of this investigation will be presented.

Keywords: Glassy structure, shielding, MCNP simulation, dielectric spectroscopy

DOĞAL HAMMADDE KULLANIMIYLA ÇİNİ BÜNYELER İÇİN BAKIR ESASLI RENKLİ SIR ÜRETİMİ

Eda Taşçı^a, Keriman Pekkan^b, Veli Uz^a

^aDumlupınar Üniversitesi Malzeme bilimi ve Mühendisliği, Kütahya, Türkiye: eda.tasci@dpu.edu.tr

^bDumlupınar Üniversitesi Seramik ve Cam Bölümü, Kütahya, Türkiye: keriman.pekkan@dpu.edu.tr

Özet

Çini, sır altı tekniği ve geleneksel Türk motifleri kullanılarak dekorlanmış, kendine özgü parlak, transparan, canlı ve çekici renklere sahip, aşınmaya karşı dayanıklı, pişirme sıcaklığı diğer seramik ürünlere göre düşük, gözenekli bir yapı gösteren seramik bir üründür. Çini sanatı, Anadolu toprakları üzerinde yaşamış Friglerle başlayan Yunan, Roma, Bizans, Selçuklu ve Osmanlı'dan günümüze kadar gelen ata yadigârı bir el sanatımızdır.

Sır, seramik çamurunu ince bir tabaka şeklinde kaplamaktadır. Bu tabaka pişirim sonrasında cam veya camsı bir tabakaya dönüşmektedir. Kimyasal olarak, alkali ve toprak alkalilerin oluşturdukları silikat karışımlarının uygun sıcaklıklarda eritilmesi ve soğutulması ile elde edilen çatlaksız, amorf, homojen ve ince camsı bir tabakadır.

Bu çalışmada, ülkemiz çini sektöründe önemli bir yeri olan Kütahya çini bünyesi üzerinde kullanılan bir firtili sır içerisine Malatya bölgesinden temin edilen Cu esaslı Turkuaz doğal minerali ilave edilerek doğal turkuazın çini sırlarındaki etkisi incelenmiştir. Bu amaçla hazırlanan reçeteler hızlı ve yavaş pişirim koşullarında denenerek çini bünyeleri üzerinde turkuaz rengin eldesi amaçlanmıştır.

Farklı yatlardan çıkan minerallerin, yatlara göre içerik oluşumları da farklı oranlarda olacağı nedeniyle öncelikle Malatya yöresinden temin edilen turkuaz taşının ayrıntılı karakterizasyonu yapılarak özellikleri belirlenmiştir. Hammadde karakterizasyonunda hammaddenin kimyasal analizi (XRF) metodu ile, sıcaklığa bağlı özelliklerindeki değişim (DTA) analizi ile, renk parametrelerindeki değişim (LAB) analizi ile, mineral yapısındaki değişim (XRD) analizi ile ve moleküler yapısındaki değişim (FTIR) analizi ile belirlenmiştir.

Hammaddenin analizlerinin tamamlanması sonrasında öğütülerek kullanıma hazır hale getirilen turkuaz taşı Altın Seramik A.Ş.'den temin edilen endüstriyel çini karolar üzerine çini friti başlangıç hammaddesi olmak üzere reçeteler hazırlanmış ve endüstriyel pişirim koşullarında pişirim ile çalışma sonuçlandırılmıştır. Geliştirilen reçetelere daha sonra Lab analizi ile renk ölçümleri yapılarak en iyi sonuçlar belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Turkuaz taşı, Çini sırrı, Frit.

STUDY OF THE COLOUR VARIATION OF DIFFERENT GLAZE TYPES BY USING MIXTURE OF PIGMENTS BASED ON A TRIAXIAL DIAGRAM

Keriman Pekkan^a, Eda Taşçı^b, Kadir Öztaş^b

^aDumlupınar University, Faculty of Fine Arts, Department of Ceramic and Glass, Kütahya / TÜRKİYE: ^akeriman.pekkan@dpu.edu.tr

^bDumlupınar University, Faculty of Engineering, Department of Materials Science and Engineering Kütahya / TÜRKİYE: ^beda.tasci@dpu.edu.tr

Abstract

In this study, production and characterization of iron oxide based pigments for ceramic glazes were developed by using Al_2O_3 - Fe_2O_3 -Natural iron based raw material. Colour variations in the the triaxial diagram and the effect of frit type on pigments $L^*a^*b^*$ values were investigated. Raw materials were characterized by XRF, XRD and spectrophotometer. When natural raw materials with one mineralizer was used and calcined at the selected peak temperature, two different type of frits was used for the triaxial diagram. After firing under laboratory conditions, glaze colours were characterized by a spectrophotometer and x-ray diffractometer (XRD). Finally, selected glazes including newly developed pigments were applied onto 3-D ceramic forms.

Keywords: Pigment, triaxial diagram, glaze.

PHYSICAL AND CHEMICAL CHARACTERISATION OF MONTMORILLONITE

Gediz UGUZ^a and Feza GEYIKCI^b

^aOndokuz Mayıs University, Chemical Engineering Department, Samsun, Turkey, E-mail: gediz.uguz@omu.edu.tr

^bOndokuz Mayıs University, Chemical Engineering Department, Samsun, Turkey, E-mail: fezag@omu.edu.tr

Abstract

Montmorillonite is one of the oldest engineering materials known to humankind. It consists of stacked silica alumina lamellae. Isomorphous substitution imparts an overall negative surface charge, balanced by cations associated with an affinity for water. In this study XRD analysis of the montmorillonite was carried out with a PHILIPS PW 1710 diffractometer using Cu K α radiation, in the 2θ angle range from 2.5° to 70° , with a 0.02 step. Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) analysis was also performed with Perkin Elmer Spectrum spectrometer. The Brunner-Emmet-Taylor (BET) specific surface area of montmorillonite was derived from N₂ adsorption isotherms measured at liquid nitrogen temperature using a Quantchrome Autosorb IQ 2 instrument. TG, DSC and DTG analyses were carried out on a SDT Q 600 thermal analyzer combined TAS 100 (range $25-500^\circ\text{C}$) under oxygen flow with a heating rate of $10^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. For SEM analysis, JSM-7001FTTLS LV model scanning electron microscope with 12000x magnification was used. Obtained results were examined and discussed.

Keywords: Montmorillonite, SEM, TGA, AFM, DSC, XRD

ELECTROCHEMICAL CHARACTERIZATION OF $\text{LiFe}_x\text{Mn}_{1-x}\text{PO}_4/\text{C}$ COMPOSITE NANOFIBERS FOR LITHIUM-ION BATTERIES

Ozan Toprakci^a and H. Aylin Karahan Toprakci^b

^aYalova University, Yalova, Turkey, ozan.toprakci@yalova.edu.tr

^bYalova University, Yalova, Turkey, aylin.toprakci@yalova.edu.tr

Abstract

Electrospinning is an effective way to produce nanofibers by low-cost. In this study, carbon coated $\text{LiFe}_x\text{Mn}_{1-x}\text{PO}_4$ nanofibers were synthesized by facile two-step route. In the first step, electrospinning of precursor gel into fiber form was carried out. In the second step, precursor nanofibers were converted to electrochemically active composite nanofibers by thermal treatment. Synthesized $\text{LiFe}_x\text{Mn}_{1-x}\text{PO}_4/\text{C}$ composite nanofibers were directly used as positive electrode in lithium-ion battery without any further processing. The electrochemical performance was improved by introducing Mn into LiFePO_4/C composite nanofiber. Among the prepared samples, $\text{LiFe}_{0.8}\text{Mn}_{0.2}\text{PO}_4/\text{C}$ composite nanofiber electrode showed the best electrochemical performance in terms of energy density.

Keywords: electrospinning, lithium-ion batteries, cathode, $\text{LiFe}_x\text{Mn}_{1-x}\text{PO}_4/\text{C}$ composites

CuCoNiBe ALAŞIMINA UYGULANAN YAŞLANDIRMA ISIL İŞLEMİNİN MEKANİK VE AŞINMA ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Yavuz Sun^a, Duran Yücel, Ceren Efe^b, Hayretin Ahlatçı, Yunus Türen, Mehmet Ünal

^a Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye, E-mail: ysun@karabuk.edu.tr

^b Bülent Ecevit Üniversitesi, Zonguldak, Türkiye, E-mail: ceren.efe@beun.edu.tr

Özet

Bakırın, berilyum, kobalt ve nikel ile yaptığı alaşım, yaşlandırma ısıl işlemleri ile elde edilen yüksek sertlik ve dayanıma sahip, ısıl iletkenliği ve elektrik iletkenliği iyi olan bir alaşım. Isıl işlem şartları değiştirilerek sertlik ve iletkenliğin farklı kombinasyonları elde edilebilir. Elde edilen bu alaşım, hem bakırın fiziksel özelliklerinden doğan avantajlarını, hem de orta derecede mekanik özelliklerini barındıran çok amaçlı bir alaşım. Bu alaşım paslanmaz çelik, monel ve nikel alaşımlarının punta kaynak elektrotlarında, plastik enjeksiyon kalıplarında, plastik şişirme kalıplarında, soğutma çekirdeklerinde ve bu kalıpların diğer parçalarında, plastik ambalajında dikiş başları olarak, çelik hasır makinelerinin elektrotlarında ve bakır, pirinç, bronz gibi alaşımların dökümünde kokil kalıp olarak kullanılmaktadır. Bu çalışmada, alaşımın dökümü yapılarak, farklı yaşlandırma ısıl işlem koşullarında en uygun ısıl işlem parametreleri belirlenmiştir. Optimum sertlik ve iletkenlik özelliklerine sahip numunelerin mikro yapı, mekanik özellik ve aşınma özellikleri incelenmiştir. Yapılan ön çalışmalar sonucunda Cu-Co-Ni-Be alaşımının optimum yaşlandırma ısıl işlem parametresi, 960 °C'de 1 saat süre ile çözeltiye alma ve hızlı su verme işlemlerinin ardından, 480 °C'de 6 saat süre ile yaşlandırılması ve havada soğutulması olarak belirlenmiştir. Döküm yöntemiyle üretilen alaşımın optimum yaşlandırma koşullarında sertlik ve mukavemet değerlerinin arttığı, %uzama değerlerinin ise düştüğü gözlemlenmiştir. Uygulanan yaşlandırma işlemi aşınma dayanımı üzerinde önemli bir artışa yol açmıştır.

Anahtar Kelimeler; Bakır alaşımları, Cu-Co-Be-Ni alaşımı, yaşlandırma, aşınma özellikleri

AN EXPERIMENTAL STUDY ON INHIBITION EFFECT OF ASPIRIN ON COPPER IN 0.5M HYDROCHLORIC ACID SOLUTION

S. G. Sagdinc^a, F. Kayadibi^b, and S. Zor^c

^a Kocaeli University, Kocaeli, Turkey, E-mail: seda.sagdinc@gmail.com

^b Kocaeli University, Kocaeli, Turkey, E-mail: filizkayadibi@gmail.com

^c Kocaeli University, Kocaeli, Turkey, E-mail: merve@kocaeli.edu.tr

Abstract

The inhibition of copper corrosion in 0.5M hydrochloric acid (HCl) solution by Aspirin (ASA) drug as an eco-friendly inhibitor was investigated in room temperature by electrochemical techniques. It was found that ASA has a promising inhibitory action against corrosion of copper surface in the medium investigated. The potentiodynamic polarization curves of ASA are obtained from electrochemical measurements. According to potentiodynamic results, ASA cathodically inhibits the corrosion process of the copper and its ability as a corrosion inhibitor is enhanced as its concentration is increased. The Tafel extrapolation method is used to calculate some corrosion parameters, such as corrosion potential (E_{corr}), corrosion current (I_{corr}), cathodic Tafel slope (β_c) and anodic Tafel slope (β_a). Additionally, Langmuir adsorption isotherm is used to explain the adsorption behavior between ASA and copper surface. The adsorption equilibrium constant (K_{ads}) and the standard free energy of adsorption (ΔG_{ads}^0) are calculated from Langmuir adsorption isotherm. It can be concluded that the adsorption of ASA on the copper surface contains mostly physisorption.

Keywords: Aspirin, Corrosion Inhibition, Electrochemical Corrosion, Langmuir adsorption isotherm

Acknowledgements

The authors would like to thank the Kocaeli University Research Fund for its financial support (Grant No. 2012/069).

RECYCLING OF WASTE ENGINE OIL WITH CATALYST

Barbaros Atmaca¹ and Feza Geyikçi²

¹Ondokuz Mayıs University, Engineering Faculty, Chemical Engineering Department,
Graduate student, Samsun, Turkey,
atmaca.barbaros@hotmail.com

²Ondokuz Mayıs University, Engineering Faculty, Chemical Engineering Department,
Associate professor, Samsun, Turkey,
fezag@omu.edu.tr

Abstract

With the rapid increase in world population and developing technology, environmental problems are increasing. Especially industrial activities are seriously affecting environmental conditions. In order to control these activities in terms of environment or ecological system, an approach emerged under the name of clean production. This approach is intended to be applied in the production, storage, quality and all units of industrial enterprises. Thanks to raw materials, water and energy are used more efficiently. In addition, the amount of waste and pollution is seriously decreasing. The application of this approach is beneficial both economically and in terms of environmental conditions.

Waste machinery and engine oils used in industrial activities due to this approach are economically serious losses and at the same time harmful to the environment. Approximately 432.000 tons of oils are sold annually. These oils are very harmful to the environment after they have been used for a long time, since they have been spilled on the soil or water and also burned. Therefore, according to the criteria specified in the Waste Oil Control Regulation, waste oils must be sent to appropriate recycling facilities.

According to the Waste Oil Control Regulation, only waste oils from Category I-II can be recycled or used as additional fuel. Oil in the category III can not be processed in any way. Waste oils are used in these recycling facilities; Acid-clay process, hydrogenation process, distillation process and propane extraction process.

The aim of this work is to recycle the waste engine oil with the catalyst. Firstly chemical composition of waste oil will be determined from ICP OES. The chemical composition determined waste oil will be heated up to 80 °C in the heater with magnetic stirrer. Then the heated waste oil will be supplied at 300-350 °C in the presence of catalyst in the heater. In the scope of the thesis, the waste engine and machine oils will be tested with different catalysts, the effect of temperature and mixing speed on the yield of the product will be examined and all the results will be compared.

Keywords: waste, oil, clean production, recycle

DETERMINATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF SINGLE LAYERED GRAPHENE SHEETS USING ATOMIC-SCALE FINITE ELEMENT METHOD

Ozcan Sener^a, Ahmet Emin Senturk^a, Alp Er S. Konukman^a and Ahmet Sinan Oktem^{a,*}

^a Department of Mechanical Engineering, Gebze Technical University, 41400 Gebze, Kocaeli, Turkey

* Corresponding Author E-mail: sinan.oktem@gtu.edu.tr

Abstract

In this work, the classical molecular structural mechanics based on the finite element method is applied to study the mechanical properties of single-layered graphene sheets with different geometries and boundary conditions. The atomistic finite element model which consists of the beam elements has the capability of simulating covalent interactions of the carbon atoms. The elastic properties of the beam elements are acquired from the molecular and classical continuum mechanics calculations. Graphene sheets are assumed to be 0.34 nm thick, and the length of the beam element is about 0.142 nm. The boundary conditions are applied for both zigzag and armchair chiralities. For all situations, mechanical properties are calculated for small elastic deformations of graphene sheets and results are also compared with the counterparts in the literature. The results show that when the size of graphene sheets is changed, mechanical properties of graphene sheets are changed for both zigzag and armchair chiralities. It is also important to note that Young's modulus and Poisson's ratios values of graphene sheets are also affected by the chirality.

Keywords: Single-layered graphene sheet, Finite element method, Mechanical properties, Beam element

PREPARATION OF GRAPHENE NANOPATELET/UIO-66 NANOCOMPOSITE FOR REMOVAL OF 2,4-D

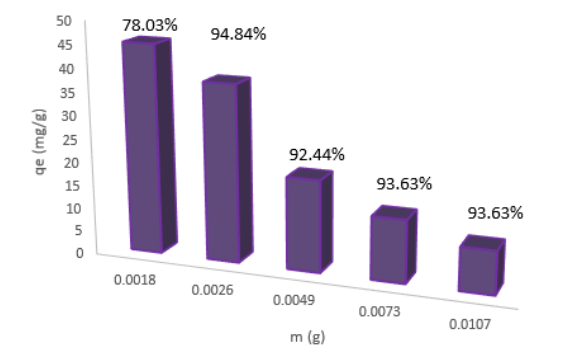
Elaf Abdelillah Ali Elhussein^a, Selin Şahin^a and Şahika Sena Bayazit^b

^a Istanbul University, Chemical Engineering Department, İstanbul, Turkey, E-mail: elafabdelillah@outlook.com, selins@istanbul.edu.tr

^b Beykent University, Chemical Engineering Department, İstanbul, Turkey, E-mail: sahkisena@gmail.com

Abstract

Pesticides are chemical substances used to prevent, control or reduce harmful organisms such as insects, plant pathogens, weeds, softball players, birds, mammals, fish, worms, and microbes. Even though there are some benefits of using pesticides, it might also cause some problems due to potential toxicity to humans, animals and environment [1]. 2,4-Dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D) is one of the most commonly utilized pesticide due to its inexpensive and high selectivity properties [2]. However, the World Health Organization (WHO) recommends a maximum permitted concentration in drinking water as 100 ppb for 2,4-D [3]. As a result, many researches for 2,4-D removal on various adsorbents have been carried out. In this study, zirconium based metal organic frameworks (UiO-66) and graphene nanoplatelet composites were prepared. The hydrothermal method was chosen for the composite preparation. The SEM, XRD, FTIR analysis were applied to composites. And 2,4-D adsorption experiments were carried out. The equilibrium, kinetic and thermodynamic modellings were calculated. The effects of amount of adsorbent and initial 2,4-D concentrations were investigated. As seen in figure, nearly 95% of 2,4-D was removed from water.



References

- [1] V.K. Gupta, I. Ali, Suhas, V.K. Saini, Adsorption of 2,4-D and carbofuran pesticides using fertilizer and steel industry wastes, *J. Colloid Interface Sci.* 299 (2006) 556–563. doi:10.1016/j.jcis.2006.02.017.
- [2] B.H. Hameed, J.M. Salman, A.L. Ahmad, Adsorption isotherm and kinetic modeling of 2,4-D pesticide on activated carbon derived from date stones, *J. Hazard. Mater.* 163 (2009) 121–126. doi:10.1016/j.jhazmat.2008.06.069.
- [3] J.M. Salman, B.H. Hameed, Adsorption of 2,4-dichlorophenoxyacetic acid and carbofuran pesticides onto granular activated carbon, *Desalination*. 256 (2010) 129–135. doi:10.1016/j.desal.2010.02.002.

Keywords: Graphene nanoplatelet, UiO-66, adsorption, zirconium, 2,4-D

ON THE STRUCTURAL PROPERTIES OF MARTENSITIC AND AUSTENITIC STAINLESS STEELS PREPARED BY POWDER METALLURGY

Ayşe Nur ACAR^a, Abdul Kadir EKŞİ^a, Ahmet EKİCİBİL^b

^a University of Cukurova, Faculty of Architecture and Engineering, Department of Mechanical Engineering, Adana, Turkey, E-mail: anacar@cu.edu.tr; akeksi@cu.edu.tr

^b University of Cukurova, Faculty of Sciences and Letters, Department of Physics, Adana, Turkey
E-mail: ahmetcan@cu.edu.tr

Abstract

Powder metallurgy which is one of the manufacturing methods of stainless steels is attracted for obtaining net /near-net shape, cost and energy efficiently process and higher material utilization and high and excellent mechanical and surface properties. Stainless steels produced by powder metallurgy method have wide application areas such as automotive, medical industries^[1,2,3]. In this study; the microstructure and phase transformations of 410 martensitic and 316L austenitic stainless steels have been investigated. 410 martensitic stainless steel and 316L austenitic stainless steel pressed on the 600MPa pressure and sintered 1200°C temperature at 2 hours under nitrogen atmosphere. The structural properties of press-sintered 410 martensitic stainless steel and 316L austenitic stainless steel - have been performed using XRD, SEM and EDS.

Keywords: Powder metallurgy, Stainless steel, Austenitic Stainless Steel, Martensitic Stainless Steel, Microstructure.

Acknowledgement:

The authors are greatly thankful to Cukurova University research funding

References:

- ^[1] Martín F., García C., Blanco Y., Rodriguez-Mendez M.L. Materials Science and Engineering A, Volume 642, 360-365, 2015
- ^[2] Dudek A., Wronska A., Adamczyk L., J Solid State Electrochem 18:2973–2981, 2014
- ^[3] Martín F., García C., Blanco Y., De Tiedra M.P., Aparicio M.L., Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 40A, 292-301, 2009.

REMOVAL OF CIPROFLOXACIN ANTIBIOTIC USING ZIRCONIUM BASED METAL ORGANIC FRAMEWORKS

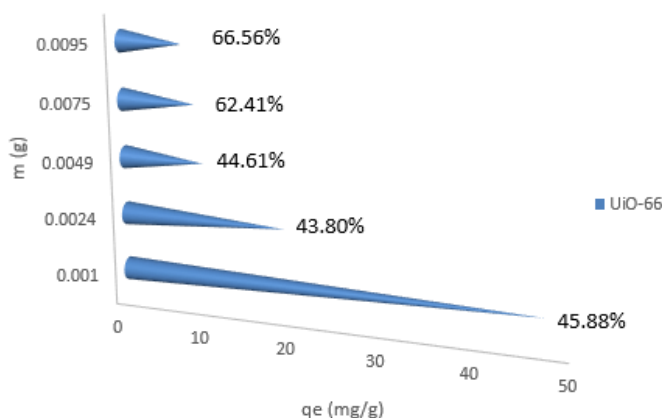
Elaf Abdelillah Ali Elhussein^a, Selin Şahin^a and Şahika Sena Bayazit^b

^aIstanbul University, Chemical Engineering Department, İstanbul, Turkey, E-mail: elafabdelillah@outlook.com, selins@istanbul.edu.tr

^bBeykent University, Chemical Engineering Department, İstanbul, Turkey, E-mail: sahkasena@gmail.com

Abstract

Ciprofloxacin (CIP) is a quinolone antibiotic with a broad spectrum of action, implying that it can be used for both humans and animals. CIP is present to a greater extent in waste water as compared to other antibiotics (Xu et al., 2014). It has been reported that the levels of CIP in hospital effluent water are in the range 0.7–124.5 g/L (Kümmerer, 2003; Saygı et al., 2012). The most commonly used methods for the removal of CIP from waste water are adsorption and photocatalytic reduction. In this study, the adsorption method was used. Several researchers have used different adsorbents for this purpose. UiO-66 was selected for the adsorption experiments. UiO-66 is a metal organic framework (MOF). The last decade, the researchers, studied on materials and adsorption, have been very interested in MOFs, because of the high quality of surface properties and porosity. UiO-66 consists of Zr-benzene dicarboxylate. The SEM, XRD, FTIR analysis were applied to UiO-66. And CIP adsorption experiments were carried out. The equilibrium, kinetic and thermodynamic modellings were calculated. The effects of amount of adsorbent and initial CIP concentrations were investigated. As seen in figure, nearly 67% of CIP was removed from water.



References

- Xu, Xiujiào, Li, Yu, Fang, Zhaoxi, Xu, Shaohui, H, J., 2014. Adsorption and transport of ciprofloxacin in quartzs and a different pH and ionic strength. *Open J. Soil Sci.* 4, 407–416
- Kümmerer, K., 2009. Antibiotics in the aquatic environment—review—part I. *Chemosphere* 75, 417–434.
- Saygı, S., Battal, D., Şahin, N.Ö., 2012. Çevre ve insan sağlığı yönünden ilaç atıklarının önemi. *Marmara Pharm. J.* 16, 82–90.

Keywords: UiO-66, adsorption, ciprofloxacin, wastewater treatment

NANOSTRUCTURED ZnO PREPARED BY SPIN COATING TECHNIQUE: OPTICAL AND STRUCTURAL PROPERTIES

Gökmen SIĞIRCIK and Tunç TÜKEN

Chemistry Department, Science and Letters Faculty, Cukurova University, Adana, Turkey
gsigircik@cu.edu.tr, ttuken@cu.edu.tr

Abstract

ZnO has grabbed much attention because of its high stability and good optoelectronic properties. It could be produced in many different morphologies/crystallographic properties, thus fabricating ZnO films with precisely controlled nanostructure has great importance. This effort is spent for engineering the band gap, charge mobility, optical properties, electron/hole recombination rate and thus the photocatalytic performance [1]. The control of size and crystalline quality of ZnO has critical importance for performance in device applications. Furthermore, the composition of synthesis bath, type of substrate, heat treatment condition, deposition time as well seed layer could affect significantly crystalline of the nanostructures [2]. In this study, the influence of synthesis parameters for preparation of ZnO thin films was investigated. Moreover, the optoelectronic and morphological properties have been interpreted in relation to deposition parameters.

In present study, ZnO nanostructures have been deposited via spin coating technique on indium tin oxide glass (ITO) substrate. The zinc acetate dehydrate was used. Besides, 2-methoxyethanol and ethanolamine were used as solvent and stabilizer, respectively. Firstly, zinc acetate dehydrate was dissolved in a mixture of 2-methoxyethanol and ethanolamine. The solutions were stirred for 2 h by using a magnetic stirrer to obtain homogeneous solution. ITO substrates were cleaned in detergent and ethanol for 5 min each using an ultrasonic cleaner, after cleaned with deionized water and dried. The coating solution was dropped onto the substrate and surface was coated by using a spin coater. After the deposition, the film was preheated in a furnace to evaporate the solvent and remove organic residuals. The same procedure was repeated many times. Finally, the obtained ZnO films were annealed. The morphological, crystallographic and optoelectronic properties of films have been investigated by field emission scanning electron microscopy (FE-SEM), X-ray diffraction (XRD) and UV-Vis spectrophotometer methods.

Keywords: Spin coating, ZnO, ITO

Acknowledgements

This research was supported by the Çukurova University Scientific Research Project Coordination Unit (Project Number: FBA-2016-7691).

References

- [1] M. Skompska, K. Zarebska, *Electrochimica Acta* 127 (2014) 467-488.
- [2] Y.C. Yoon, K.S. Park, S.D. Kim, *Thin Solid Films* 597 (2015) 125-130.

NAPROXEN ADSORPTION ON GRAPHENE NANOPATELET/UIO-66

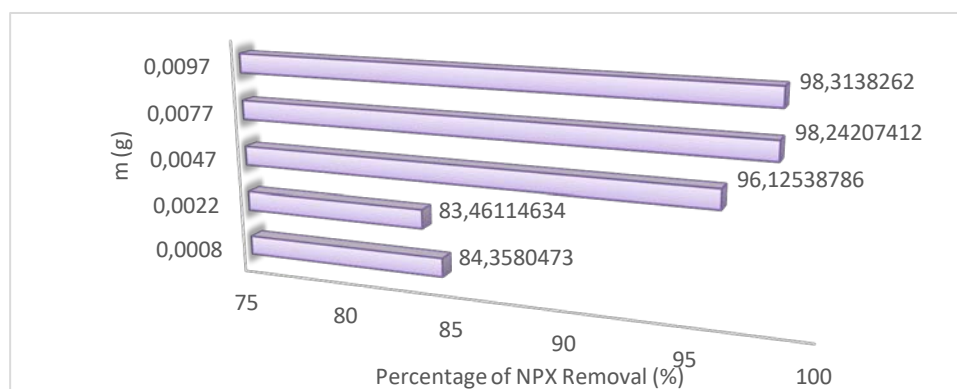
Selin Şahin^a, Elaf Abdelillah Ali Elhussein^a and Şahika Sena Bayazit^b

^aIstanbul University, Chemical Engineering Department, İstanbul, Turkey, E-mail: selins@istanbul.edu.tr, elafabdelillah@outlook.com

^bBeykent University, Chemical Engineering Department, İstanbul, Turkey, E-mail: sahikasena@gmail.com

Abstract

Naproxen (NPX) is one of the most used drugs in the world. Naproxen can be detected in waste water, surface, and ground water. Naproxen is released to the water in different ways such as urine and improper disposal (Im et al. 2013). There are different kinds of separation methods for removal of pharmaceutical residuals from water. Adsorption, nanofiltration, and advanced oxidation processes are the few of the most used methods (Bui et al. 2013). The most preferred method is adsorption because this process can be applied easily and the surface properties of adsorbents can be modified according to the adsorbate. This increases adsorption efficiencies. In this study, graphene nanoplatelet-UiO-66 composites were used for adsorption. The proportion of graphene nanoplatelet/Zr is 1/10. The hydrothermal method was applied for the composite synthesis. The NPX adsorption percentage is very high as shown in figure 98.31% of NPX was removed from water.



References

- Im J-K et al (2013) Ultrasonic degradation of acetaminophen and naproxen in the presence of single-walled carbon nanotubes. *J Hazard Mater* 254–255:284–292
- Kuřmmerer K (2001) Drugs in the environment: emission of drugs, diagnostic aids and disinfectants in to waste water by hospitals in relation to the resources—a review. *Chemosphere* 45:957–969
- Bui TX, Pham VH, Le ST, Choi H (2013) Adsorption of pharmaceuticals onto trimethylsilylated mesoporous SBA-15. *J Hazard Mater* 254–255:345–353

Keywords: UiO-66, graphene nanoplatelet, adsorption, NPX

FARKLI MAGNEZYUM İÇERİKLİ ALÜMİNYUM ALAŞIMLARININ KOROZYON ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Yavuz Sun^a, Semih KÜÇÜKKÖR, Hayretin Ahlatçı, Yunus Türen, Koray TURBALIOĞLU

^a Karabük Üniversitesi, Karabük, Türkiye, E-mail: ysun@karabuk.edu.tr

Özet

Alüminyum; uçak, gemi ve inşaat sektörlerinde, kolay şekillendirilebilme, düşük yoğunluk, yüksek dayanım, geri dönüşüm kolaylığı ve yüksek korozyon direnci açısından iyi bir seçenek olmakla beraber, geleneksel üretim yöntemleri olan sürekli döküm ve sıcak haddeleme yöntemleri ile üretilen alüminyum, çeliğe nazaran 4-5 kat daha fazla üretim maliyeti gerektirmektedir. Ancak çift merdaneli sürekli döküm ve soğuk haddeleme yöntemiyle üretim, konvansiyonel sürekli döküm ve sıcak haddeleme metoduna göre, levhaların maliyetinde önemli ölçüde düşüş sağlamaktadır. Bu sebeple otomotiv, uçak ve gemi uygulamalarında düşük maliyetli alüminyum plakaların üretimi için çift merdaneli alüminyum sürekli levha döküm yöntemiyle yeni ürünlerin geliştirilmesi gerekmektedir. Bu çalışmada, optimum üretim parametrelerinde üretilmiş farklı Mg içerikli 5XXX serisi alüminyum alaşımlarının korozyon özelliklerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Yapılan çalışmalar sonucunda, belirli bir % Mg içeriğine kadar incelenen alaşımların korozyon direnci artarken, daha fazla % Mg içeriğinde korozyon direncinin düştüğü gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler; 5XXX serisi Al alaşımları, Mg ilavesi, sürekli döküm, korozyon özellikleri.

MECHANICAL PROPERTIES OF AS-CAST AND HOT-ROLLED AM60-XTi MAGNESIUM ALLOYS

Yunus Turen^{1a}, Huseyin Zengin^{2a}, Yavuz Sun^{3a}, Hayrettin Ahlatci^{4a}, Mehmet Ünal^{5b}

^aKarabuk University, Department of Metallurgy and Materials Engineering, Karabuk, Turkey

^bKarabuk University, Department of Manufacturing Engineering, Turkey

¹yturen@karabuk.edu.tr, ²huseyinzengin@karabuk.edu.tr, ³ysun@karabuk.edu.tr,

⁴ahlatci@karabuk.edu.tr, ⁵munal@karabuk.edu.tr

Abstract

In this study, the effect of titanium (Ti) addition on mechanical properties of AM60 magnesium alloys was investigated. Ti additions were made by 0.2, 0.5 and 1 wt%. Alloys were produced by conventional gravity casting in a steel mould. A homogenization treatment at 350 °C for 24 h was performed after the casting processes. Homogenized samples were 1 pass hot-rolled by 40% thickness reduction at 350 °C. The results showed that the average grain size of as-cast and hot-rolled AM60 alloys decreased with Ti addition. SEM analysis revealed that Ti addition resulted in an alteration of the microstructure of as-cast AM60 magnesium alloy by decreasing the amount of β -Mg₁₇Al₁₂ eutectic phase. Tensile strength of as-cast and hot-rolled AM60 alloys increased with increasing amount of Ti up to 0.5 wt% above which it decreased. This improvement was attributed to the refinement of microstructure and modification of intermetallic phases.

Keywords: AM60 magnesium alloys, Ti modification, hot-rolling, microstructure, mechanical properties.

FABRICATION OF SOL-GEL DERIVED HfO₂ THIN FILMS

S. Kol* and A. Y. Oral

Department of Materials Science and Engineering, Gebze Technical University, Gebze, Kocaeli 41400, Turkey

*e-mail: sedakol@gtu.edu.tr

e-mail: aoral@gtu.edu.tr

Abstract

High- κ materials have become more significant over the past 40 years in microelectronic technology. According to the Moore's law, it is predicted that the dimensions of the transistor and the cost of the circuits reduce biennially. However, when the thickness of silicon dioxide (SiO₂) gate dielectric layer in transistors is reduced, significant problem occurs such as high gate leakage current due to quantum tunneling effect. HfO₂ is the most suitable dielectric material to replace SiO₂ due to high dielectric constant ($\kappa \sim 22$), large band gap ($E_g \sim 5.7$ eV) and high crystallization temperature (400°C). In this study, monolayer and multilayer HfO₂ sol-gel thin films have been deposited on glass substrates by dip coating with a pulling out speed of 100 mm/min. The films were sintered at 400°C for 60 minutes. The surface, microstructure and thermal properties of sol-gel derived HfO₂ films are investigated by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), thermogravimetry (TG), differential thermal analysis (DTA) and energy dispersive spectroscopy (EDS).

Keywords: Gate dielectrics, sol-gel, HfO₂

THIOSEMICARBAZONE CHITOSAN DERIVATIVE AND ITS METAL COMPLEXES: PREPARATION, CHARACTERIZATION AND ANTIMICROBIAL ACTIVITY

Fatma KARİPCİN and Nurhan BİLEN

Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Nevşehir, Turkey, E-mail:
fkaripcin@nevsehir.edu.tr

Abstract

Chitin, the second most abundant natural polymer after cellulose, can be extracted from fungi, insect, lobster, shrimp and krill. Chitosan (Cs) is a natural biopolymer derived by the deacetylation of chitin. Cs is a biocompatible, biodegradable, nontoxic, but it has limitations regarding its utility. The polymer presents low solubility in water in neutral and basic conditions, low surface porosity. Lots of researchers tried to improve some properties of chitosan like solubility and antimicrobial activity via chemical modification [1,2]. Reaction of free amino groups on chitosan chain with carbonyl group from aldehyde or ketone, produce Schiff base derivatives such as oxime, thiosemicarbazone etc. Thiosemicarbazones were well documented for their antibacterial, antifungal, antiviral, antitumor, and antimalarial activities. The present work was to combine thiosemicarbazones with chitosan, to prepare more potent antimicrobial chitosan derivatives.

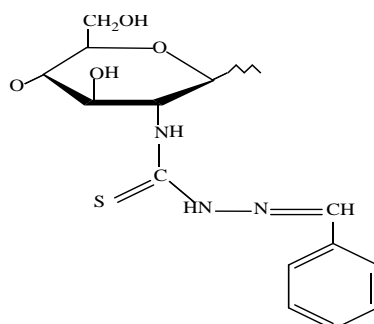


Figure 1. Thiosemicarbazone chitosan derivative ligand

A thiosemicarbazone chitosan derivative (Figure 1) was prepared by condensation reaction of thiosemicarbazide chitosan with phenylaldehyde [3]. The ligand used to synthesize the new metal complexes of Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II). The structural properties of the compounds have been investigated by elemental analysis, magnetic susceptibility, molar conductance measurement and FT-IR. Thermal and surface properties of the complexes have been also discussed from the investigation of their TG-DTA curves and SEM images, respectively. Antimicrobial activities of the compounds were evaluated against six species of bacteria and yeast. The results indicated that the activities of the investigated derivatives are much higher than those of the parent chitosan.

This research was supported by Nevşehir Hacı Bektaş Veli University NEÜLÜP 15F13 project.

Keywords: Chitosan, Thiosemicarbazone, Metal Complexes, Antimicrobial, Polymeric Complexes

References

1. S Chen, G Wu, H Zeng, *Carbohydrate Polymers* **60** (2005) 33.
2. NA Mohamed, RR Mohamed, RS Seoudi, *International Journal of Biological Macromolecules* **63** (2014) 163.
3. Y Qin, R Xing, S Liu, K Li, X Meng, R Li, J Cui, B Li, P Li, *Carbohydrate Polymers* **87** (2012) 2664.

INVESTIGATION OF Au AND Pd COATED METAL / POROUS SILICON / SILICON STRUCTURES

S. Güler^a and Ç. Oruç^b

^a Department of Medical Services and Techniques, Vocational School, Nisantasi University, Istanbul, Turkey,
E-mail: sevinc7yildirim@gmail.com

^b Department of Physics, Yıldız Technical University, Istanbul, Turkey

Abstract

Porous silicon (PS) is a material obtained by a single crystal silicon electrochemical anodization method, characterized by a crystal structure, cavities surrounded by a silicon mesh of nanometer / micrometer size and a large surface area ($\sim 10^3 \text{ m}^2\text{cm}^{-3}$). Metal / PS / Si structures are produced by coating the porous silicon with Au and Pd metals. When the metal / PS / Si is examined from the electrical standpoint, it shows the Schottky type contact feature. Metal-PS-Si resembles a kind of condenser when it is placed in a liquid containing hydrogen. The change in the open circuit voltage varies with the amount of hydrogen in the environment. This structure, with different film thicknesses, creates spontaneous open circuit voltage (Voc) when immersed in liquids containing different concentrations of hydrogen.

The effect of the Au and Pd metals coated on different thicknesses on the porous silicon structure was also investigated and compared with the scanning electron microscope.

Keywords: Porous silicon, nano-based materials, metal-porous silicon Schottky contact

INVESTIGATION OF SHIELDING PROPERTIES: SODIUM SILICATE/KUFEKI GLASSY STRUCTURE

Ayşe Evrim BULGURCUOĞLU^a, Yaşar KARABUL^a, Mehmet KILIÇ^a, Mustafa ÇAĞLAR^b
Zeynep Güven ÖZDEMİR^a, and Orhan İÇELLİ^a

^aDepartment of Physics, Faculty of Science and Letters, Yıldız Technical University, 34220 Istanbul, Turkey.

^bDepartment of Medical Physics, Institute of Health Sciences, Istanbul Medipol University, 34810 İstanbul, Turkey
E-mail: aysevrim@gmail.com

Abstract

One of the most important methods to reduce the damage of the radiation is the shielding. Radiation protection is realized by placing the "shielding material" between the living organisms and the radiation source. Glassy materials can be considered as one of the most promising candidate for radiation shielding to concrete. In this context, we focused on developing the electromagnetic shielding parameters of sodium metasilicate, which is a glassy material, for using Kufeki stone filler. As is known, Kufeki stone, also called "Istanbul stone", can stand for as long as 2000-2500 years. The most important feature of Kufeki stone is that it comes out of the ground and is suitable for all kinds of processings. It is an organic sedimentary rock composed of limestone silis and fossil deposits.

In the present study, sodium metasilicate/kufeki glassy structures were produced and investigated with respect to photon interactions as means of mass attenuation coefficient (μ/ρ) at different photon energies. They were irradiated by Ba-133 radioactive point source for transmission of the gamma rays at 81 and 356 keV photon energies. The mass attenuation coefficients of the samples were measured at the related energies. Theoretical values of μ/ρ were also calculated by using Monte Carlo N-Particle (MCNP) simulation code for comparison, and a well agreement was obtained in the μ/ρ between MCNP and the experimental results. To obtain radiation shielding properties of these glasses, the experimental gamma-ray attenuation coefficients were determined by using NaI(Tl) scintillation detector.

Keywords: Kufeki stone, Glassy structure, radiation shielding, MCNP simulation

FLEXIBLE SEBS NANOCOMPOSITES AND THEIR MECHANICAL BEHAVIOUR UNDER STEPWISE STRAIN TESTING

Hatice Aylin KARAHAN TOPRAKÇI^a, Kevser ÖZDEMİR^a and Ozan TOPRAKÇI^a

^a Yalova University Polymer Engineering Department, Yalova, Turkey
E-mail: aylin.toprakci@yalova.edu.tr

Abstract

Thermoplastic elastomers (TPEs) are of significance for polymer science and industry especially in terms of their mechanical properties. Poly (styrene- ethylene-butylene-styrene) (SEBS) block copolymers are one of the well-known TPEs. Some properties including softness, flexibility, and resilience are the critical points for SEBS. The purpose of the present work is to fabricate flexible SEBS nanocomposites and investigate their mechanical properties under stepwise strain loading applications. In this study, reduced graphene oxide (rGO)/SEBS nanocomposites at different concentrations of rGO were fabricated by combination of solution casting and compression molding. Composites were investigated in terms of their morphological and mechanical behaviour. Stepwise strain tests were carried out under different conditions and filler concentration was found to show various effects on nanocomposite morphology and mechanical properties.

This project is funded by TUBITAK, Thermoplastic Elastomer Based Wearable Sensors, Project Number: 115E016 in SB0204 Biomedical Sensor Technologies

Keywords: Thermoplastic elastomers, SEBS, reduced graphene oxide (rGO), polymer nanocomposites, stepwise strain loading tests

NANO-GRAPHENE OXIDE AS AN ADSORBENT FOR ISOLATION OF DRUG FROM WASTEWATER

Zeynep İLBAY CİĞEROĞLU^a Aydın HAŞİMOĞLU^{b,c}, Oğuz Kaan Özdemir^d

^a Uşak University, Engineering Faculty, Department of Chemical Engineering, 64200, Uşak, Turkey. E-mail: zilbay@gmail.com

^b Institute of Nanotechnology, Gebze Technical University, 41400, Gebze, Kocaeli, Turkey.

^c Material Science and Engineering Department, Engineering Faculty, Gebze Technical University, 41400, Gebze, Kocaeli, Turkey. E-mail: aydnhasimoglu@gmail.com

^d Department of Metallurgical and Material Engineering, Yıldız Technical University, Istanbul, Turkey. , E-mail: oguz-kozdemir@gmail.com

Abstract

The aim of this study is to synthesize graphene oxide (GO) powder for the removal of dexamethasone from wastewater. For this purpose, modified Hummer's method was used to synthesize GO by natural oxidation of graphite. The synthesized nano-graphene oxide was used for the adsorption of dexamethasone from wastewater. Thus, various parameters such as pH of aqueous solution, temperature of adsorption, initial concentration of dexamethasone were examined. Since the most effective parameter in the preliminary tests of adsorption tests was determined as pH, the optimum pH between dexamethasone and adsorbent was determined and then the effect of temperature on adsorption test was investigated. Besides the effects of adsorption parameters on the adsorption of dexamethasone, Langmuir and Freundlich isotherm models have been applied to adsorption results. Furthermore, first and second order kinetic models were applied on adsorption kinetic data and the accuracy of the kinetic models were tested. Structural and morphological characteristics of the synthesized adsorbent have been evaluated by using Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy, X-ray diffraction spectroscopy (XRD) and Scanning Electron Microscopy (SEM) devices. The results of this study revealed that the adsorption capacity of the adsorbent from the wastewater was quite good and the results compared with those in the literature.

Keywords: Graphene-oxide, adsorption, dexamethasone.

SAMPLE PRODUCTION AND CHARACTERIZATION PROCESS WITH ECAP METHOD

EKAP YÖNTEMİ İLE NUMUNE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYON SÜRECİ

Ümit Demir^a, Ahmet Güral^b, Sinan Aksöz^c

^a Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi, Ankara, Türkiye, mitdemir@gmail.com

^b Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Ankara, Türkiye, agural@gazi.edu.tr

^c Gazi Üniversitesi, Teknik Bilimler M.Y.O., Ankara, Türkiye, sinanaksoz@hotmail.com

Özet

Eşit Kanal Açısız Presleme (EKAP) işlemi, tane inceltme yöntemi ile malzemelerde mukavemet kazandırılması için kullanılan aşırı plastik deformasyon (APD) yöntemlerinden bir tanesidir. Bu yöntemin temelinde tanelerin plastik deformasyona maruz kalması ile ultra inceli tane yapısının ve geniş açılı tane yapısının elde edilebilmesidir. EKAP ile malzemede kırılma olmaksızın aşırı büyük kesme kuvvetlerine ulaşılabilmektedir. Malzemenin kesit ve boyutlarında herhangi bir değişme olmadığı için büyük miktarda birim, şekil değişiminin elde edilmesinde defalarca presleme yapılabilir. Böylece malzemenin tane boyutu mikron altı seviyesine düşürülebilir.

Bu çalışma ile EKAP işlemindeki süreçleri ve üretim parametrelerinin tespitinde izlenebilecek yollar görsel ifadeler ile tanımlanmaya çalışılmıştır.

Anahtar kelimeler: EKAP, Tane İnceltme, APD

Abstract

Equal Channel Angular Pressing (ECAP) is one of the severe plastic deformation (SPD) methods used to increase strength to materials by grain refinement method. The basis of this method is that the granules are exposed to plastic deformation and ultra-fine grain structure and wide angle grain structure can be obtained. With ECAP process, extremely high shear forces can be achieved without breaking the material. Since there is no change in the section and dimensions of the material, it can be pressed many times in large quantities to obtain the unit, shape change. Thus, the grain size of the material can be reduced to submicron level.

In this study, it is tried to define the processes in ECAP process and the ways that can be observed in determining the production parameters with visual expressions.

Keywords: ECAP, Grain Refinement, SPD

A NEW ANTIBACTERIAL POLYMER FIBERS CONTAINING [BIS(2-AMINO-5-NITROPYRIDINE)DICHLOROCOBLT(II)] METAL COMPLEXES

Derya KILIC^a, Fatih Mehmet EMEN^b, Ruken Esra DEMIRDOGEN^c, Tuncay YEŞILKAYNAK^d, Zehra ALTIN^e,
Şinasi AŞKAR^f

^aDepartment of Material Technologies, Faculty of Engineering, Mehmet Akif Ersoy University, TR 15030, Burdur, Turkey, E-mail: klc.derya13@gmail.com

^bDepartment of Chemistry, Faculty of Arts and Science, Mehmet Akif Ersoy University, TR 1503 Burdur, Turkey, E-mail: femer106@gmail.com

^cDepartment of Chemistry, Faculty of Science, Çankırı Karatekin University, TR 18100, Çankırı, Turkey, E-mail: rukenesrademirdogen@yahoo.com

^dAfsin Vocational High School, Sütcü Imam University, TR 46500, Kahramanmaraş, Turkey, E-mail: tyasilkaynak@gmail.com

^eDepartment of Chemistry, Faculty of Engineering, Çankırı Karatekin University, TR 18100, Çankırı, Turkey, E-mail: tyasilkaynak@gmail.com

^fDepartment of Dietetic and Food, Faculty of Health Science, Çankırı Karatekin University, TR 18100, Çankırı, Turkey, E-mail: sinasia@gmail.com

Abstract

There is an increase in the prevalence of patients infected with methiciline resistant *S. aureus* and 95% of these patients do not respond to first class antibiotics such as peniciline or ampiciline [1]. Antimicrobial drugs are considered as the most effective mean with respect to both cost and drug effectiveness [2]. It is important to develop new antibacterial products to prevent MRSA based infections [3]. Thus, for an effective struggle mixed pyridine derivatives of metal halogen complexes, which show antibacterial activity, and textiles functionalized with these complexes have gained importance both with respect to cost effectiveness and drug activity.

The micro-fibers were obtained by incorporating the transition metal Co(II), complexe of 2-amino-5-nitropyridine into cellulose acetate polymer via electrospinning and also characterized by 1H-NMR, FE-SEM, FT-IR techniques.

This study was supported by TUBITAK The Scientific and Technological Research Council of Turkey (Project Number :116Z295).

Keywords: Complex, antibacterial, fiber

PREPERATION OF LUMINESCENT MESOPOROUS Sr₂MoO₅:EU@MCM-41 COMPOSITE

Ali İhsan Karaçolak^a, Fatih Mehmet EMEN^a, Ruken Esra DEMIRDOĞEN^b, Zeynep Yıldırım^a, Derya Kılıç^c, Göktürk Avşar^d

^aDepartment of Chemistry, Faculty of Arts and Science, Mehmet Akif Ersoy University, TR 1503 Burdur, Turkey,
E-mail: alikaracolak@hotmail.com

^bDepartment of Chemistry, Faculty of Science, Çankırı Karatekin University,
TR 18100, Çankırı, Turkey, E-mail: rukenesrademirdogen@yahoo.com

^cDepartment of Material Technologies, Faculty of Engineering, Mehmet Akif Ersoy University, TR 15030, Burdur,
Turkey, E-mail: klc.derya13@gmail.com

^dMersin University, Faculty of Arts and Science, Department of Chemistry, 33100, Mersin, Turkey
E-mail: gokturkavsar@yahoo.com

Abstract

MCM-41 is well known member of the M41S family of mesoporous silicate materials which has regular pore system consists of an hexagonal array of one-dimensional shaped pores. The pore diameter of MCM-41 is varied systematically from 2 to 10nm [1]. MCM-41 has also high specific surface of up to 1500m² g⁻¹, and a specific pore volume of up to 1.3 ml g⁻¹. Luminescent mesoporous materials can be used drug storage/release fields [2,3]. The preparation of non-toxic, stable systems with luminescence property have key role in realizing this application.

In this study, Sr₂Mo₅:Eu@MCM-41 composite was prepared by sol-gel process. The obtained composites were characterized via XRD, FT-IR and PL techniques.

This study was supported by TUBITAK The Scientific and Technological Research Council of Turkey (Project Number :116Z402).

Keywords: Compozite, luminescent, mesoporous

A STUDY ON THE FABRICATION OF TiNi/SiCp ALLOYS BY PM METHOD AND ITS CHARACTERIZATION

Kerim Emre ÖKSÜZ^a, Mehmet ŞİMŞİR^b, Hülya AKKAN^c

^a Department of Metallurgical & Materials Eng, Cumhuriyet University, Sivas, Turkey
E-mail: kerimemreoksuz@gmail.com

^a Department of Metallurgical & Materials Eng, Cumhuriyet University, Sivas, Turkey
E-mail: akkan.hulya@hotmail.com

^a Department of Metallurgical & Materials Eng, Cumhuriyet University, Sivas, Turkey
E-mail: msimsir@cumhuriyet.edu.tr

Abstract

Shape-memory-alloy TiNi materials show improved wear resistance due to their unique mechanical characteristics such as pseudo-elasticity, microstructural effects, and reversible martensitic transformation. In addition, the fact that TiNi alloys have high resistance to cavitation and corrosion makes them ideal candidate materials in advanced tribological applications. In the present study Ni and Ti elemental powders with purity of 99.5% were used as starting materials. Production of TiNi/SiCp alloy from elemental powders was conducted by powder metallurgy (PM). The mixtures were compacted under a uniaxial pressure of 350MPa for 2 min. The cylindrical samples sintered in an argon-protected atmosphere for 3 h at 1150°C. The effects of SiCp additions, micro hardness, and porosity and corrosion behavior on the characteristic of TiNi alloys have been investigated. For the evaluation of wear characteristic of TiNi shape memory alloy the wear tests were performed by pin-on-disc. The effects of SiC reinforcements on wear resistance were experimentally investigated in dry sliding. The microstructure characterization of TiNi alloys were examined using by X-ray diffractometer (XRD), and scanning electron microscopy (SEM) for microstructural studies and phase identification.

Keywords: Shape Memory Alloy, SiC, Powder Metallurgy, Corrosion, Wear Mechanism.

ELECTRONIC PROPERTIES OF Co_3O_4 NANOCUSTER FROM DENSITY-FUNCTIONAL CALCULATIONS

İskender MUZ^a and Mustafa KURBAN^b

^a Department of Science and Mathematics Education, Nevsehir Haci Bektas Veli University, 50300 Nevsehir, Turkey,

E-mail: iskender.muz@nevsehir.edu.tr

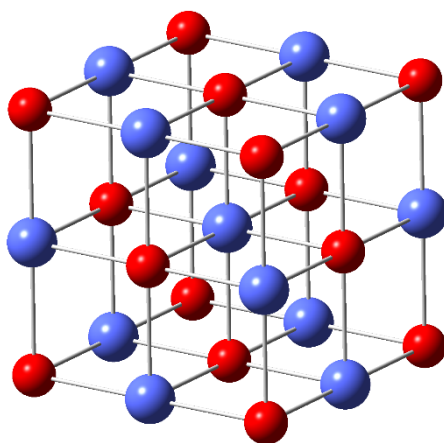
^b Department of Electronics and Automation, Ahi Evran University, 40100 Kırşehir, Turkey,

E-mail: mkurbanphys@gmail.com

Abstract

Co_3O_4 cluster was investigated using density functional theory calculations at BP86/TZVP level. In order to test the reliability of our calculations, DFT Gaussian basis sets were systematically tested for accuracy and efficiency using Cobalt Oxide clusters. For this purpose, we calculated the two-atom clusters (CoO) with many different hybrid and pure exchange-correlation functionals (B3LYP, BP86, BPW91, PBEPBE, and BLYP) and all kinds of basis sets (STO-3G, TZVP, 6-311G, 6-311+G (2d) and 6-311+G (d,p)). Results are summarized in Tables 1. It can be noted that the results are quite sensitive to the choices of both the exchange-correlation functional and the basis set. However, compared to these test results, BP86 with the TZVP basis set gives very good results for both the lowest total energy and the lowest vibrational frequency and therefore all cluster geometries were optimized without imposing any symmetrical constraints and the lowest total energy configuration was assumed as the global minimum case at BP86/TZVP level. The structures are taken as the local minima on potential energy surface having positive vibration frequencies. Moreover, Various spin multiplicities were investigated and it has been found that CoO dimer cluster have spin 5 and 4, respectively as the most stable (minimum total energy). All the calculations have been carried out by using the GAUSSIAN09 program package [1].

Keywords: Nanoclusters, Density Functional Theory, Electronic properties, HOMO and LUMO.



UÇUCU KÜL KATKILI CAM FİBER TAKVİYELİ METAKAOLENDEN GEOPOLİMER KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ

Okay Çalışkan^a, Turgay TEHÇİ^b and Fatih ÇALIŞKAN^{a,c}

^a Bülent Ecevit Üniversitesi, Zonguldak, Türkiye, ocaliskan@beun.edu.tr

^b Sakarya Üniversitesi, Sakarya, Türkiye, turgaytehci@sakarya.edu.tr

^c Sakarya Üniversitesi, Sakarya, Türkiye, fcaliskan@beun.edu.tr

Özet

Geopolimerler reaktif katı alümino-silikat numuneleri ile alkali silikat solüsyonunun yüksek alkali şartlarında reaksiyonu ile meydana gelirler. Jeopolimerin oluşma mekanizması, bir alkali ve bir (Si_2O_5 , Al_2O_2) n formülüne sahip ve Si-O-Al bağları sonuçlanacak alkali polisilikatlardan ile alümino-silikat oksitlerin kimyasal reaksiyon içermektedir. Geopolimerler, curuf, uçucu kül ve metakaolen gibi inorganik malzemelerin sodyum hidroksit ve potasyum hidroksit çözeltilerinin karşımı sonucu elde edilen düşük sıcaklık malzemeleri olarak tanımlanır. Uçucu kül, termik santrallerde pulvarize kömürün yanması sonucu oluşan baca gazları ile taşınarak siklon veya elektrofiltrelerde toplanan bir yan üründür. Uçucu kül kullanımı beton ve çimento üretiminde hem taze ve sertleşmiş betonun özelliklerine olumlu katkı sağlarken maliyeti de düşürmektedir. Yapı malzemeleri kompleks ve rastgele dağılmış agregalardan oluşan heterojen bir yapıdır. Betonun iç yüzeyindeki mikro çatlaklar, betonun bozulmasına neden olmaktadır. Betona katılan liflerle betonda oluşan mikro çatlakların büyümesi engellenmektedir. Lif, süneklik başta olmak üzere diğer mekanik özellikleri iyileştirir ve ani meydana gelen göçmelerin önüne geçer. Lifler ayrıca betondaki çatlakların başlangıcını, yayılmasını ve birleşmesini önlemektedir. Cam lif takviyeli beton, lif takviyeli betonların çeşidinden biri olup, cam lifi, agrega, çimento ve su karışımından meydana gelir. Mikro çatlakların gelişimini engelleyerek betonun çekme dayanımını ve tokluğunu arttırmak amacıyla kullanılır.

Bu çalışmada, uçucu kül katkılı cam fiber takviyeli metakaolenden geopolimer kompozit malzeme üretimi hedeflenmiştir. Öncelikle kaolen başlangıç malzemesi hammaddesi kalsinasyon işlemi ile metakaolene dönüştürülmüştür. Sonrasında içerisine önceden kırılmış halde olan (chopped fiber) fiberler (%10-20 ağırlıkça) ve ağırlıkça %20 oranında uçucu kül metakaolene ilave edilerek kuru şartlarda 2 saat boyunca değirmende karıştırılarak hazırlanmıştır. Sonrasında hazırlanan toz karışımı jeopolimerasyon reaksiyonları için alkali aktivatörler olarak sodyum metasilikat ve sodyum hidroksit ilaveleri gerçekleştirilmiştir. Kürleşme sıcaklığı olarak 70°C seçilmiş 24 saat bekletilmiştir. Ürünler x ışınları analiziyle incelenerek jeopolimerize işleminin başarıyla gerçekleştirildiği ortaya konmuştur. SEM ile mikroyapı incelemesi yapılmış olup cam fiberlerin yapı içerisinde uniform dağılımın başarılı olduğu, temas halde olan fiberlerin minimize edilmiş olması mekanik özellikler dahil olmak üzere olan menfi etkileri sebebiyle karıştırma aşamasının yüksek verimliliğini ortaya koymuştur.

Anahtar Kelimeler: Geopolimer, Cam fiber takviye, metakaolen, kompozit

SELECTIVE AND SENSITIVE FLUORESCENT TURN ON CHEMOSENSOR FOR DETECTION OF CO₃²⁻ ANIONS IN AQUEOUS SOLUTION

Sukriye Nihan Karuk Elmas^a, Furkan Özen^b, Kenan Koran^b, Ahmet Orhan Görgülü^b, Serkan Erdemir^c, İbrahim Yılmaz^a

^aKaramanoglu Mehmetbey University, Kamil Ozdag Science Faculty, Karaman, 70100, TURKEY.

^bFirat University, Science Faculty, Elazığ, 23119, TURKEY.

^cSelcuk University, Science Faculty, Konya, 42075, TURKEY

Email: snihankaruk@gmail.com

Abstract

Recently, the design and synthesis of novel chemosensors that can selectively determine anionic species through the naked eye and optical responses has great attention due to their various applications in the environmental and biological areas. Among anions, the detection of carbonate is of great importance because of its abundance in natural waters. Carbonate compounds are widely used in the manufacture of rayon, plastic, paper, printing ink, toothpaste and food. Although these wide usage in various applications, abnormal level of carbonate ion in human body can cause strong caustic effect such as abdominal pain, diarrhea. Therefore, a notable design for new fluorescent carbonate chemosensors is highly essential. A number of screening methods have been developed for carbonate ion detection including electrochemical method, Fourier transform infrared spectroscopy, gas chromatography, and ion selective electrodes. Compared to traditional techniques, chemosensors based on absorption or fluorescence changes are more practicable for determination analytes due to their many great advantages such as low detection limit, high selectivity and naked-eyed monitoring.

Herein, we designed and synthesized 7,8-dihydroxy-3-(4-methylphenyl) coumarin (**DHMC**) which showed naked eye and emission "turn on" response for carbonate ions. It shows selectivity and sensitivity towards carbonate ion. The recognition properties were investigated by UV-vis and fluorescence spectroscopy. The probe providing rapid response time with good detection limit may be useful as a valuable practical sensor for environmental analytes of carbonate ion.

Keywords: Carbonate, Fluorescence, Turn-on, Chemosensor

GRAPHENE DOPED HYDROXYAPATITE CERAMICS FOR BIOTECHNOLOGICAL APPLICATIONS

A.Dere

Nanoscience and Nanotechnology laboratory, Firat University, 23119, Elazig, TURKEY; a.dere@firat.edu.tr

Abstract

Graphene -doped hydroxyapatite ceramics synthesized by hydrothermal method. The structural analyses of graphene doped hydroxyapatites were analyzed by FTIR and EDS. SEM techniques. Electrical conductivity of the GP doped hydroxyapatites was measured as a function of temperature. It was found that the electrical conductivity of the GP doped hydroxyapatites is changed from insulating behavior to semiconducting behavior. The dielectric analysis of the GP doped hydroxyapatites indicates a non-Debye type dielectric relaxation mechanism. The obtained results indicate that the GP doped hydroxyapatites ceramics can be used in bone repair applications.

Keywords: Graphene, Hydroxyapatites, Bioceramics

THERMO-OXIDATION OF POLYPROPYLENE CONTAINING PRO-OXIDANT

F. Djerada - Larfi^a, K.K. Bentifour^b, F. Rezgui^a and S. Kaddour^c.

^a Bejaia University, Laboratory of Organic Molecular, Algeria, E-mail: rezgui-farouk@netcourrier.com

^b Sasace industry, Algeria, E-mail: kbentifour@yahoo.fr

^c University of science and technologie Houari Boumediene, Algiers, Algeria, E-mail: mimakaddours@yahoo.fr

Abstract

The oxo-degradation is a good alternative to reduce plastic waste generated from the accumulation of non-degradable polymers as polyolefin and protect the environment.

In this study polypropylene samples containing different percentage of pro-oxidant were prepared by extrusion at Sasace industry, Algeria and were submitted to thermo-oxidation at 70°C during 54 days.

The degradation kinetic of samples was followed by IRTF, MEB, evaluation of mass loss and the evolution of crystallinity.

The IRTF showed absorption bands characteristic of carbonyl function (above 1725 cm⁻¹) and hydroxyl (3500 cm⁻¹), due to the scission chain of the macromolecule of polypropylene. The intensity of these bands growth with time and the percentage of pro-oxidant introduced in polypropylene. This result is confirmed with the carbonyl indices.

The results obtained showed that the level of oxidation of sample of polypropylene containing pro-oxidant is proportional to the rate of pro-oxidant. This result is confirmed by MEB.

The fusion temperature was determined by DSC, its increase with time and the rate of pro-oxidant. The degradation take place in amorphous area, then the chain obtained rearrange to crystalline area.

During the thermo-oxidation the mass loss growth after induction period and it's proportional to the rate of pro-oxidant.

By the results obtained we conclude that the introduction of the pro-oxidant in polypropylene make it susceptible to oxidative degradation.

Keywords: polypropylene, thermo-oxidation, pro-oxidant, degradation

WHEEL RIM DESIGN

Bilal DEMİREL ^a, Fatih AKKURT ^b
Fazilet AYKIR ^a, Seda Gülin KARA ^a, H.Duygu YAŞAR ^a, Barbaros VATANSEVER ^a

^aErciyes University, Faculty of Engineering, Materials Science and Engineering Department, Kayseri, TÜRKİYE
E-mail: bilaldemirel@erciyes.edu.tr

^bNational Boron Research Institute, Research and Development Coordinatorship, Ankara, TÜRKİYE
E-mail: fatih@boren.gov.tr

Abstract

The aim of this study is to validate the wheel rim design and material analysis and to improve as well. The Wheel rim is one of the most important moving mechanisms of the vehicle. It is located in the area where the vehicles are connected to the axle system and which rotates to move the car to which the tire is mounted. Wheel rims are generally produced according to standards such as TSE, ASTM and SNI. First of all, material selection was made for the Wheel rim in the "CES" program. After the material selection, "Solidworks" program was used by 3D drawings and then some tests were done in the ANSYS program. After analysing the selected materials, the degree of conformity was determined in the "ECHIP" program.

Keywords: Wheel rim, Design, AHP method

EFFECT OF CATION EXCHANGE PROCESS ON SPECTROSCOPIC PROPERTIES OF CHABAZITE

Aytaç Günel¹ and Burcu Erdoğan Alver²

¹Graduate School of Sciences, Anadolu University, Eskişehir, Turkey,
E-mail: aytacgunal@anadolu.edu.tr

²Department of Physics, Science Faculty, Anadolu University, 26470, Eskişehir, Turkey,
E-mail: burcuerdogan@anadolu.edu.tr

Abstract

Chabazite is naturally occurring zeolite with ideal composition $(Ca_{0.5}, Na, K)_4[Al_4Si_8O_{24}] \cdot 12H_2O$ [1]. Structurally, chabazite consists of stacked, double six membered ring prisms, interconnected through four rings, in a cubic, close-packed array [2,3]. The aluminosilicate framework of chabazite consist of D6R units arranged in layers in the sequence ABCABC. The D6R units are linked by tilted 4-rings, and the resulting framework contains large, ellipsoidal cavities, each of which is entered by six apertures that are formed by the 8-rings [4]. In this study, samples obtained from Bala region from Turkey were crushed, ground and sieved to pass through a $< 63\mu m$ sieve. Chabazite samples were modified by batch method using 100 ml of 1.0 M nitrate solutions at $90^\circ C$ for 5h. The natural (CHA) and salt modified forms (Ag-CHA, Na-CHA, K-CHA, Mg-CHA and Ca-CHA) were characterized by using Fourier-transform infrared (FT-IR) spectroscopy and nitrogen (N_2) adsorption methods. It was determined that the BET specific surface area (m^2/g) value of natural chabazite sample was lower than those of modified samples and sequence of specific surface areas increased as $K-CHA < Ca-CHA < Ag-CHA < Mg-CHA < Na-CHA$.

Keywords: Zeolite, Chabazite, FT-IR, Adsorption, BET.

[1] Bish DL, Ming DW. Natural zeolites: occurrence, properties, applications, In: Bish DL, Ming DW, editors, Reviews in mineralogy and geochemistry. Washington: Mineralogical Society of America; 2001 p. 1-57.

[2] Breck, D.W. (1974) Zeolite Molecular Sieves; Structure, Chemistry and Use, John Wiley & Sons, New York.

[3] Ruthven, D. M. Principles of Adsorption and Adsorption Processes, John Wiley & Sons, Newyork, 1984a.

[4] Koningsveld, H.V., Compendium of zeolite framework types, Building schemes and type characteristics, Netherlands, 2007

MORPHOLOGICAL AND OPTICAL CHARACTERIZATION OF HEXAGONAL GALLIUM ARSENIDE ROD-LIKE MICROSTRUCTURES PREPARED BY ELECTROCHEMICAL ETCHING

H. Yüngeviş, E. Özunal, S. Açıkgöz

Department of Metallurgical and Materials Engineering, Karamanoğlu Mehmetbey University, 70100 Karaman,
Turkey
E-mail: hyungevis@gmail.com

Abstract

Hexagonal rod-like microstructures are prepared by electrochemical etching of n-type Gallium Arsenide (GaAs) substrates in hydrofluoric acid and ethanol solution. The effects of the current density, etching time, illumination source and acid concentration on the size and amount of the hexagonal microstructures are studied. Surface morphology and optical properties of the obtained structures are characterized with different techniques such as scanning electron microscopy (SEM), energy-dispersive X-ray (EDX) spectroscopy, X-ray diffraction (XRD), photoluminescence spectroscopy (PL) and fluorescence lifetime imaging microscopy (FLIM). The obtained EDX spectra exhibit characteristic peaks corresponding to Ga, As, O and F atoms. It is observed that the etched GaAs surfaces exhibit a broad photoluminescence band between 400 and 600 nm. Moreover, two dimensional fluorescence intensity and carrier recombination lifetime map of GaAs substrates are obtained using FLIM microscope. According to the FLIM images, the carrier recombination lifetime is strongly sensitive to the size of the hexagonal rod-like structures.

Keywords: GaAs, electrochemical etching, hexagonal rod-like microstructures, visible photoluminescence.

Acknowledgments: This work is supported through research grants from The Scientific and Technological Research Council of Turkey (TUBITAK) with a project number of 114F451.

DÜŞÜK ENERJİ İLE PORSELEN ÜRETİMİNDE ORTAKLAS TANE BOYUT VE DAĞILIMININ PROSES PARAMETRELERİNE VE NİHAİ ÜRÜN ÖZELLİKLERİNE OLAN ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Fazilet GÜNGÖR¹ ve Nuran AY²

¹ Kütahya Porselen Sanayi A.Ş., Kütahya-Türkiye, faziletgungor@kutahyaporselen.com.tr
² Anadolu Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Eskişehir- Türkiye, nay@anadolu.edu.tr

Özet

Daha az enerji ile porselen üretiminin sağlanması için, ortoklas tane boyutunun bünye pişirim sıcaklığı ve teknik özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Kullanılması planlanan hammaddelerin karakteristik özellikleri belirlenmiştir ve standart bir porselen bünye reçetesi hazırlanmıştır. Farklı tane boyut ve dağılımında hazırlanan bünyelerin pişirim öncesi yoğunluk ve mukavemet değerleri ölçülmüştür. Sinterleme davranışları optik dilatometre kullanılarak incelenmiştir. Pişirim sonrası oluşan fazlar ve bu fazların miktarı Rietvelt X-ışını difraksiyon (XRD) tekniği ile belirlenmiştir. Üretilen bünyelerin toplam küçülme, su emme, porozite, yoğunluk, renk, ısıl genleşme katsayısı, ışık geçirgenliği ölçümleri yapılmış ve mikroyapıları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir

Anahtar Kelimeler: Porselen, Ortoklas, K- Feldspat, Enerji verimliliği

INVESTIGATION ON THE PROCESS PARAMETERS AND THE EFFECTIVENESS OF THE PORCELAIN PARTICLE SIZE AND DISTRIBUTION IN LOW ENERGY AND PORCELAIN PROCESS PARAMETERS

Abstract

In order to provide porcelain production with less energy, the effect of the orthoclase particle size on the body firing temperature and technical properties has been investigated. Characteristic features of the raw materials planned to be used have been determined and a standard porcelain structure prescription has been prepared. Density and strength values were measured before firing of the specimens prepared in different grain size and distribution. Sintering behavior was investigated using optical dilatometer. The phases formed after firing and the amount of these phases were determined by Rietvelt X-ray diffraction (XRD) technique. Total shrinkage, water absorption, porosity, density, color, thermal expansion coefficient and light transmittance were measured and microstructures were examined by scanning electron microscopy (SEM).

Keywords: Porcelain, Orthoclase, K- Feldspar, Energy efficiency

DIELECTRIC SPECTRA OF COPPER FERRITE/COPPER OXIDE NANO COMPOSITES

Zeynep Güven Özdemir^a, Mehmet Kılıç^b, Banu Süngü Mısırlıoğlu^c,
Öznur Çakır^d, and Naime Didem Kahya^e

^a Yildiz Technical University, Department of Physics, Istanbul, Turkey, E-mail: zguven@yildiz.edu.tr

^b Yildiz Technical University, Department of Physics, Istanbul, Turkey, E-mail: kilic-mekilic@yildiz.edu.tr

^c Yildiz Technical University, Department of Physics, Istanbul, Turkey, E-mail: sungubani@gmail.com

^d Yildiz Technical University, Department of Physics, Istanbul, Turkey, E-mail: physicistoznur@gmail.com

^e Ankara University, Department of Chemistry, Ankara, Turkey, E-mail: Naime.Didem.Kahya@ankara.edu.tr

Abstract

In recent years, materials showing simultaneously dielectric and magnetic properties have received increasing attention due to their possible technological applications in electronic devices. As an electromagnetic material, spinel structured ferrites, which have the chemical formula of MFe_2O_4 (M: Mn, Fe, Co, Ni, Cu, etc.), have been utilized in various applications. The physical and chemical properties of the ferrites can be controlled by changing the divalent M^{2+} cation. Among different kind of ferrites, low cost and eco-friendly $CuFe_2O_4$ (copper ferrite) has unique electronic configuration ($3d^{10}4s^1$). In addition, copper ferrite has a superiority property relative to other metallic ferrites due to its Jahn–Teller (Cu^{2+}) ions. Spinel copper ferrites exhibit also phase transitions, electrical switching and have different semiconducting properties. Especially, their dielectric and magnetic properties and crystallographic structure strongly depend on both the initial preparation conditions and heat treatment process. Copper ferrite nano particles and their nanocomposites prepared by different metal and metal oxide nano particles have been used in the wide variety of technological applications such as gas sensing, electromagnetic shielding, magnetic refrigeration, catalytic applications, batteries, supercapacitors high density magneto-optic recording devices, bioprocessing, etc. In this work, $CuFe_2O_4/CuO$ nanocomposites have been synthesized with different CuO nano particles content varying from 10% to 25% wt. by co-precipitation method. The surface morphology and FTIR spectra of the samples have also been investigated. Impedance measurements have been performed by NOVO Control Impedance Analyzer within the frequency interval of 1Hz–40MHz at room temperature. The real and imaginary components of complex dielectric function and alternative current conductivity of pure copper ferrite and its composites have been analyzed in details.

Keywords: Ferrite, Nano Composite, Dielectric properties

LDPE/ PP COMPOSITES: DIELECTRIC AND MECHANICAL PROPERTIES UNDER LOW LEVEL RADIATION

Mehmet KILIÇ^a, Ümit ALKAN^b, Zeynep Güven ÖZDEMİR^a, Yaşar KARABUL^a,
Mustafa ÇAĞLAR^c and Orhan İÇELLİ^a

^a Department of Physics, Faculty of Science and Letters, Yıldız Technical University, 34220 Istanbul, Turkey.

^b Department of Computer Engineering, Faculty of Engineering and Architecture, Istanbul Gelişim University, 34215, Istanbul, Turkey.

^c Department of Medical Physics, Institute of Health Sciences, Istanbul Medipol University, 34810 İstanbul, Turkey
E-mail: kilic-m@hotmail.com

Abstract

The aim of the work is to study the mechanical and dielectric properties of low density polyethylene/polypropylene (LDPE/ PP) thick film composites under low level radiation dose. LDPE/ PP films with different mass ratio varying from 20% to 80 wt.% have been prepared by using hot press technique (15 MPa, 433 K, for about 10 min) and then irradiated by Linac (Varian TrueBeam stx 2.0) using nominal energies as 6 MV X-rays in the dose range varied between 25 and 100 Gray (Gy). Mechanical and dielectric properties of these samples are examined by means of stress-strain measurements and dielectric spectroscopy method in the frequency range of 100 Hz–15 MHz at the room temperature. A detailed analysis of this investigation will be presented.

Keywords: low density polyethylene, polypropylene, low dose radiation, stress-strain measurements, dielectric spectroscopy.

MECHANICAL AND DIELECTRIC CHARACTERIZATION OF POLYPROPYLENE/BASALT FILMS UNDER GAMMA-RAY IRRADIATION

Yaşar KARABUL^a, Ümit Alkan^b, Mehmet KILIÇ^a, Zeynep Güven ÖZDEMİR^a,
and Orhan İÇELLİ^a

^aDepartment of Physics, Faculty of Science and Letters, Yıldız Technical University, 34220 Istanbul, Turkey.

^bDepartment of Computer Engineering, Faculty of Engineering and Architecture, Istanbul Gelişim University, 34215, Istanbul, Turkey.

Abstract

There is expanding desire for reinforcing polymer matrix composites with basalt due to their heat resistance and thermal stability, outstanding oxidation and corrosion resistance, moderate cost, high strength and stiffness. The aim of the present study was to examine the mechanical and dielectric properties of Polypropylene (PP)/Basalt films. The composite films were prepared by hot pressing method and irradiated by Co-60 gamma-rays in the dose range varied between 0 and 25 kGy. The modified structures were characterized by using Fourier Transform Infrared Spectroscopy. The mechanical properties of the samples have been examined by stress-strain measurements at the room temperature. The dielectric parameters were investigated in the frequency range of 100 Hz-15 MHz at room temperature. A detailed analysis of this investigation will be presented.

Keywords: polypropylene, basalt, gamma irradiation, dielectric spectroscopy

EFFECTS OF VARIOUS SALTS ON ^{17}O NMR LINE-WIDTH AND SPIN-LATTICE (T_1) RELAXATION TIME OF WATER

Gokhan DIKMEN^a, Ozgur ALVER^b

^a Central Research Laboratory Application and Research Center (ARUM), Eskisehir Osmangazi University, Eskisehir, Turkey, *e-mail*:gdikmen@ogu.edu.tr

^b Department of Physics, Science Faculty, Anadolu University, Eskisehir, Turkey

Abstract

^{17}O NMR spectra of water with different salts have been measured. AuNO_3 , AgNO_3 , NiNO_3 , CoNO_3 were added in the distilled water and NMR spectra were collected. Moreover, T_1 relaxation time experiments were carried out for all samples. Temperature effect on ^{17}O NMR line-width of different water samples were analyzed as well. The ^{17}O NMR line-width of distilled water decreased after salts were added. The ^{17}O NMR line-width of waters with salts changed according to distilled water as the temperature increased from 10 °C to 90 °C.

Keywords: T_1 relaxation time, ^{17}O NMR experiments, NMR

ENHANCE OF THE RADIATION SHIELDING PERFORMANCE OF CONCRETE WITH KUFEKI STONE ADDITIVE

Ayşe Evrim BULGURCUOĞLU^a, Mustafa ÇAĞLAR^b, Yaşar KARABUL^a, Mehmet KILIÇ^a,
Zeynep Güven ÖZDEMİR^a, and Orhan İÇELLİ^a

^aDepartment of Physics, Faculty of Science and Letters, Yıldız Technical University, 34220 Istanbul, Turkey.

^bDepartment of Medical Physics, Institute of Health Sciences, Istanbul Medipol University, 34810 İstanbul, Turkey
E-mail: aysevrim@gmail.com

Abstract

Radiation shielding has become very important issue in recent years due to increasing number of technologic devices which radiate electromagnetic radiation. Especially, manufacturing materials used in buildings should have stand up to penetration of electromagnetic radiation. From this point of view, protecting concretes with various Kufeki stone, which is a kind limestone, contents were prepared and evaluated in terms of their gamma-ray absorption properties. In this study, the radiation shielding parameters such as mass attenuation coefficient, half value layer, etc. of the samples were carried out by using NaI(Tl) detector. Cs-137 and Co-60 radioactive sources were utilized. While Cs-137 has the photon energies of 0.662 MeV, Co-60 has 1.17 MeV, 1.33 MeV energy level. In order to compare the experimental values of these parameters with these theoretical values, they were also calculated via both WinXCom and Monte Carlo N-Particle (MCNP) simulation codes. In conclusion, a good agreement was obtained between WinXCom-MCNP and MCNP-Exp.

Keywords: Kufeki stone, concretes, radiation shielding, WinXCom, MCNP simulation

A DUAL-RESPONSE COUMARINE-BASED FLUORESCENT CHEMOSENSOR FOR THE DETECTION OF COPPER (II) IONS

Sukriye Nihan Karuk Elmas^a, Kevser AYDIN^a, Furkan Özen^b, Kenan Koran^b,
Ahmet Orhan Görgülü^b, İbrahim Yılmaz^a

^a Karamanoglu Mehmetbey University, Kamil Ozdag Science Faculty,
Karaman, 70100, TURKEY

^b Firat University, Science Faculty, Elazig, 23119, TURKEY
E-mail: snihankaruk@gmail.com

Abstract

Copper ion (Cu^{2+}) is the third most-abundant element in the human body, also affect important physiological processes in organisms . Copper is caused by important diseases, such as Menkes, Wilson, and Alzheimer's diseases. The U.S. Environmental Protection Agency (**EPA**) has limited the level of copper in drinking water and food to 1.3 ppm (~ 20 M). Therefore, the determination of trace copper ion in biological systems and the environment has attract great attention.

Herein, we synthesized a new "turn-off" fluorescent determination for copper(II) ion based on 7,8-dihydroxy-3-(3-(trifluoromethyl)phenyl)-2H-chromen-2-one with in ACN/ H_2O solution. The highest fluorescence quenching response of ligand demonstrated in the presence of copper (II) ions. The chemosensor displayed effective and selective detection of copper(II) at a low detection limit and also showed good selectivity toward copper (II) ion with respect to other common metal cations.

Keywords: Copper, Coumarine, Fluorescence, Turn-off



BAYEM
AJANS & PROMOSYON

nevola mühendislik
yüksek sıcaklık fırınları



TÜBİTAK



RAAGEN
Malzeme Test Makinaları

DMS
MAKINA İMALAT SAN. VE TİC. LTD. ŞTİ.



TEKSER

TETRA
TEKNOLOJİK SİSTEMLER
www.tetratek.com.tr



GÖREME
BELEDİYESİ

UÇIŞAR
BELEDİYESİ

Kavak Belediyesi

