İçten Yanmalı Motorlarda Aşınma ve Sürtünmenin Azaltılması için Segmanların Yeni Geliştirilmiş Grafen Kaplama Yöntemi ile İncelenmesi

Program Kodu: 2510

Proje No: 114M833

Proje Yürütücüsü:
Prof. Dr. Emrullah Hakan KALELİ

Araştırmacı:
Yrd. Doç. Dr. Levent YÜKSEK

Bursiyer:
Selman DEMİRTAŞ

Şubat 2017
İSTANBUL

Önsöz

İçten Yanmalı Motorlarda sürtünme kayıpları ısıl kayıpların toplamından düşüktür. Dr. Lang (Daimler Benz) tarafından yapılan enerji dağılımına göre yakıttan alınan mevcut olan enerjinin % 30'u egzos gazlarına, diğer % 30'u silindir soğutulmasına, geri kalan % 40'ı ise motor indike işi olarak verilmektedir.

İçten Yanmalı Motorlarda mekanik kayıplar yaklaşık olarak silindirdeki indike işin % 25'ini kapsamakta olup, toplam enerjinin % 10'unu teşkil etmektedir. Dr. Lang'a göre sürtünme kayıpları toplam mekanik kayıpların % 72.5'ini içermekte olup, geri kalan kısımlar yağ ve su pompaları, soğutma fanı, jeneratör, kompresör ve hidrolik pompalar vs.. gibi yardımcı organlar tarafından harcanmaktadır.

Sürtünme kayıpları şu şekilde ifade edilebilir :

- Biyel yatakları % 10,
- Ana yataklar (krank) % 12.5,
- Piston % 25,
- Segmanlar % 19,
- Supap mekanizması % 6 dır.

\+----------

% 72.5 < 100

Bu değerler ortalama değerler olup, silindir sayıları farklı olan çeşitli hız ve yüklerde çalışan motorlardan elde edilmiştir; dolayısı ile motor işletim şartlarına ve motor tipine göre değişebilmektedir. Ancak motorlarda meydana gelen sürtünme kayıpları için önemli bir skala oluşturmaktadır.

Sürtünme kayıplarında ise hareketli elemanlardan piston ve üzerindeki segmanlar ise sürtünme kayıplarının % 44'ünü yani önemli bir bölümünü içermektedir. İçten Yanmalı Motorlarda enerji tasarrufu açısından sürtünme kayıplarında % 10'luk bir azalma % 1 ila 3 arasında yakıt harcamında ekonomi sağladığı tahmin edilmektedir. Sürtünme kayıplarının azalması ise motor dizaynındaki değişiklik (ağırlığın azaltılması), aerodinamik yapı, uygun yağlama, tekerleğin yola olan dönme direncinin azaltılması gibi unsurlara dayanmaktadır Martin (1985).

Bu bilgilerin ışığı altında segman ve silindir tribolojisi motor yakıt ve yağ tüketim parametrelerine etki eden önemli parametrelerin içerisinde yer almaktadır. Günümüzde taşıtlarda kullanılan segmanlar genellikle küresel dökme demirden imal edilmekte ve imalat sonrasında ise yüzeyleri honlanmakta ve genelde kaplama işlemine tabi tutulmaktadırlar. Genel olarak, segmanların kaplama uygulamasında taşıtlarda krom, molibden, çinko fosfat, nitrür ve seramik vs. gibi çok çeşitli malzemeler yer almaktadır.

Proje çalışmaları, Yıldız Teknik Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Otomotiv Anabilim dalı Motorlar Laboratuvarında gerçekleştirilmiş olup, proje bütçesinden satın alınan Honda GX270 motoru ikinci yağ segmanına ait kaplamasız segman (kaplaması asit yoluyla kaldırılmış segman), çinko fosfat kaplı segman, gaz nitrür kaplı segman ve CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) direk sentez metoduyla Grafen kaplı segmanların tribolojik performans testleri yapılmıştır. Tribometre, Motor testleri ve yağ analizleri yapılarak Grafen kaplı segmanın sürtünme, aşınma mekanizmaları ve koruyucu tribofilm tabakaları yönünden kaplamasız segmanlara göre kıyaslamasının yapılarak alternatif bir kaplama tekniği olabilir mi sorusuna yanıt bulunmuştur.

Projenin çalışması 114M833 nolu proje ile 2510 TÜBİTAK (TÜRKİYE) - MHESR (TUNUS) ikili işbirliği Programı ile desteklenmiştir.

İçindekiler

Önsöz ii
İçindekiler iv
Tablo listesi vi
Şekil Listesi vii
Özet xiii
Abstract xiv
1. SONUÇ RAPORU ANA METNİ 1
1.1 Giriş 1
1.2 Literatür Özeti 3
2. GEREÇ VE YÖNTEM 11
3. BULGULAR VE TARTIŞMA / SONUÇLAR 20
3.1 Test Öncesi Tribometrede ve Motorda kullanılan Segmanlar 23
3.2 CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) Direk Sentez Metoduyla Projenin Sonuç Döneminde Başarılan Grafen Kaplı 2. Segman 27
3.2.1. Atmosferik Basınç CVD (APCVD-Atmospheric Pressure CVD-Eski Uygulama) 27
3.2.2. Düşük Basınç CVD (LPCVD-Low Pressure CVD-Yeni Başarılı Uygulama) 27
Temizleme İşlemi 27
Sentez İşlemi 28
3.3 Test Öncesi Tribometrede Ve Motorda Kullanılan Silindir 39
3.4 Test Sonrası Tribometre ve Motorda kullanılan Segmanlar 41
3.4.1 Tribometre Testleri 41
Kaplamasız (Kaplaması Asit yoluyla kaldırılmış) Segman ve Silindir Çifti – Tribometre Testi 41
Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik ticari motor yağına katılması) (1. Gelişme raporunda CVD Grafen Kaplama başarısızdır, *B planı* uygulanmıştır) – Tribometre Testi 46
Nitrür Kaplı Segman ve Silindir Çifti – Tribometre Testi 52
Çinko Fosfat (ZnP) Kaplı Segman ve Silindir Çifti – Tribometre Testi 56
CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) Direk Sentez Yöntemi Grafen Kaplı Segman Ve Silindir Çifti – Tribometre Testi 60
3.4.2 Motor Testleri 72
Kaplamasız (Kaplaması Asit yoluyla kaldırılmış) Segman ve Silindir Çifti – Motor Testi 72
Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik ticari motor yağına katılması) (1. Gelişme raporunda CVD Grafen Kaplama başarısızdır, *B planı* uygulanmıştır) – Motor Testi 76
Nitrür Kaplı Segman ve Silindir Çifti – Motor Testi 80
Çinko Fosfat (ZnP) Kaplı Segman ve Silindir Çifti – Motor Testi 84
CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) Direk Sentez Yöntemi Grafen Kaplı Segman Ve Silindir Çifti – Motor Testi 88

3.5 Projede Kullanılan Segmanların Ve Silindirlerin Test Öncesi Ve Sonrası Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizleri 97
3.5.1 Test Öncesi Kullanılmamış Segmanlar ve Silindirin AFM Analizleri 97
3.5.2 Tribometre ve Motor Testi Sonrası Segmanların AFM Analizleri 103
3.5.3 Tribometre ve Motor Testi Sonrası Silindirlerin AFM Analizleri 109
3.5.4 Nanoindentation – Nanoiz (Sertlik İzi) Ölçümü 114
3.5.5 Tribometre Sürtünme Katsayısı Sonuçları 117
4. MOTOR DENEYLERİ VE SONUÇLARI 119
4.1 Test Metodolojileri 120
4.1.1 Motor Rodajı 120
4.1.3 Motor Ömür Testleri 121
4.1.4 Motoring Testleri 122
4.1.5 Motoring Testlerinin Sonuçları 123
4.1.6 Performans Testlerinin Sonuçları 126
5. YAĞ ANALİZLERİ (ÖMÜR TESTİ DENEYLERİ SONUÇLARI) 131
5.1 Aşınma Elementi Sonuçları 131
5.2 Yağ Özelliklerinin Değişimi 135
6. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER 140
7. KAYNAKLAR 144

Tablo listesi

Tablo 1. Motor deneyleri ve deneylerde yapılacak testler. 17
Tablo 2. Test sisteminin toplam ölçüm doğruluğu. 18
Tablo 3. CVD ile grafen kaplamada Atmosferik Basınç ve düşük basınç yöntemi arasındaki farklar 28
Tablo 4. Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik ticari motor yağı özellikleri. 41
Tablo 5. Test motorlarının rodajında uygulanan işletme şartları. 120
Tablo 6. Proje kapsamında uygulanan motor testleri 123

Şekil Listesi

Şekil 1. Silindir numunelerinin hazırlanması. 11
Şekil 2. Segman numunelerinin hazırlanması. 11
Şekil 3. Tribometre deneylerinde kullanılmak üzere segman ve silindirin kesimi, segmanın silindir üzerindeki konumu. 12
Şekil 4. Türk tarafı Gidip-Gelme (Reciprocating) hareketi yapan Tribometre. (a) Tribometre; (b) Sürtünme Kuvveti Eğrisi; (c) Sıcaklık Dijital Panosu. 12
Şekil 5. Segman-Silindir ikilisinin Tribometredeki Konumu, termokupl ve dijital kontrollü 100°C ısıtma; (a) Segman-Silindir Konumu; (b) Termokupl ve dijital kontrollü 100°C ısıtma; 13
Şekil 6. Nanosurf Flex AFM (Atomik Kuvvet Mikroskobu). (a) AFM Genel Görüntüsü, (b) AFM Cantilever Yuvası. 13
Şekil 7. Avrupa birliği Fransa-Lyon Triboloji merkezinde bulunan ve projede kullanılan Keyence VHX-2000F 3D Dijital optik mikroskop. 14
Şekil 8. Avrupa birliği Fransa-Lyon Triboloji merkezinde bulunan ve projede analiz için kullanılan JEOL-EDX (OXFORD incaX destekli) elektron mikroskobu (SEM). 14
Şekil 9. Güney Kore'nin Seul şehrindeki Yonsei Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Nano-Aşınma Merkezinde bulunan Keyence VK-K200K Confocal Lazer 3D dijital optik mikroskop. 15
Şekil 10. Güney Kore'nin Seul şehrindeki Yonsei Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Nano-Aşınma Merkezinde bulunan Jeol-JSM 6610 EDX (OXFORD incaX) destekli tarayıcı elektron mikroskobu. 15
Şekil 11. İçten yanmalı motor deney setinde kullanılan Honda GX-270 motoru ve teknik özellikleri. 16
Şekil 12. Honda GX-270 motoru ve Deney seti; (a) Deney Seti Şematik Resmi; (b) İçten Yanmalı Motor, (c) Deney Seti. 17
Şekil 13. Test sistemi ve Motoring Test Sistemi 18
Şekil 14. (Magnezyum alaşımlı Baryum (Ba) kaplaması) asit yöntemiyle kaldırılmış 2. yağ segmanı; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizleri ve G1 ve G2 noktalarındaki element dağılımı. 24
Şekil 15. Alper Isıl İşlem San. ve Tic. A.Ş. tarafından Nitrürle kaplanmış 2. Segman; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizleri ve G1 ve 1 noktalarındaki element dağılımı. 25
Şekil 16. ZnP (çinko fosfat kaplı 2. Segman) (a) Optik mikroskop, (b), (c) ve (d) SEM, (e), (f) ve (g) X-Ray analizleri ve G1 ve 1 noktalarındaki element dağılımı. 26
Şekil 17. APCVD metodu ile elde edilen Grafen kaplamasının (a) Raman Spektroskopisi, (b) Raman mikroskobu, (c) Optik mikroskop (d) SEM sonuçları. 30
Şekil 17.a APCVD metodu ile elde edilen Grafen kaplamasının (a) Raman Spektroskopisi, (b) Raman mikroskobu sonuçları. 30
Şekil 18. CVD çok katmanlı (multilayer) grafen kaplı (a) 2. küçük segman (b) 2. bütün segman (c) GrafenBioTech Ltd. şirketi tarafından kaplanmıştır (d) Çok katmanı gösteren Lazer Raman sonucu, (e) Raman Mikroskobu. 31
Şekil 19. Kaplamasız ve CVD direk sentez yöntemiyle Grafen kaplamalı katmanlı (multilayer) 2. Segman. (a) Kaplamasız segman optik mikroskobu (b) Grafen kaplamalı 2. segman optik mikroskobu. 34
Şekil 20. Honda GX270 motoruna ait kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segmanın Grafen kaplama öncesi (a, c, e, g) ve Grafen kaplama sonrası (b, d, f, h) Taramalı Elekron Mikroskobu (SEM) görüntüleri. 35
Şekil 21. Honda GX270 motoruna ait 2. Segmanın Grafen kaplama sonrası test öncesi (a), (b) S.E.M.; (c), (d) X-Ray analizleri ve G1 ve 2 noktalarındaki element dağılımı, (e) Genel haritalama (mapping), (f) Karbon haritalama (mapping) 36

Şekil 22. Daha detaylı olarak yüksek büyütmede Honda GX270 motoruna ait 2. Segmanın Grafen kaplama sonrası test öncesi (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizleri ve G1 ve 1 noktalarındaki element dağılımı. (h) Genel haritalama (mapping), (ı) Karbon haritalama (mapping), (i) ve (j) 3D yüzey topoğrafyası ve pürüzlülüğü. 38
Şekil 23. Honda GX-390 motoruna ait silindir kesimi sonrası yüzey analizleri; (a) Optik Mikroskop, (b) ve (c) SEM, (d) ve (e) X-Ray analizi, (f) ve (g) 3D yüzey topoğrafyası ve pürüzlülüğü.....40
Şekil 24. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.....42
Şekil 25. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 23'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.....43
Şekil 26. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.....44
Şekil 27. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 25'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 45
Şekil 28. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.....46
Şekil 29. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 23'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 47
Şekil 30. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.....48
Şekil 31. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 29'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 49
Şekil 32. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1)'in silindir yüzeyinde oluşan nanopartikül tesbiti; (a) Optik Mikroskop, (b) ve (c) S.E.M, (d) ve (e) X-Ray analizi. 50
Şekil 33. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1)'in silindir yüzeyinde oluşan nanopartikülün Şekil 32'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 51
Şekil 34. Nitrürlenmiş 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.....52
Şekil 35. Nitrürlenmiş 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 33'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 53
Şekil 36. Nitrürlenmiş 2. segman'ın altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.....54
Şekil 37. Nitrürlenmiş 2. segman'ın altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 35'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.....55
Şekil 38. Çinkofosfat kaplı 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.....56
Şekil 39. Çinkofosfat kaplı 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 37'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 57
Şekil 40. Çinkofosfat kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.....58
Şekil 41. Çinkofosfat kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 39'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.....59
Şekil 42. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b) S.E.M. (c), (d) X-Ray analizleri ve G1 ve 2 noktalarındaki element dağılımı, (e) Genel haritalama (mapping), (f) Karbon haritalama (mapping). 60
Şekil 43. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi. 61

Şekil 44. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 43'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 62
Şekil 45. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 43 (d)'deki görüntüsünü beyaz renkle veren ve sarı halkalar içinde gösterilen grafenin X10000 gibi yüksek büyütmedeki (a), (b) ve (c) SEM, (d) ve (e) X-Ray analizleri. 63
Şekil 46. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 45 (b) ve (c)'deki G1 ve 2 noktalarındaki element dağılımı, (f) Genel haritalama (mapping), (f) Karbon haritalama (mapping).....64
Şekil 47. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın altında çalışan silindirin 60N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b) S.E.M, (c) ve (d) X-Ray analizi. .65
Şekil 48. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 47 (b)'deki G1 ve 3 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı,(c) Genel haritalama (mapping), (d) Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyası. 66
Şekil 49. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın altında çalışan silindirin 60N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.....68
Şekil 50. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 49 (c) ve (d)'deki G1 ve 1 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, (h) (i) Genel haritalama (mapping), (ı) (j) Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyası. 70
Şekil 51. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası aşınma izinin optik mikroskobu ve 3D yüzey topoğrafyası. 71
Şekil 52. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.....72
Şekil 53. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası Şekil 52'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 73
Şekil 54. Kaplaması kaldırılmış 2. Segman ile çalışan Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN; 74
Şekil 55. Kaplaması kaldırılmış 2. Segman ile çalışan Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 54'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.....75
Şekil 56. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; ...76
Şekil 57. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası Şekil 56'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 77
Şekil 58. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi. 78
Şekil 59. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 58'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.....79
Şekil 60. Nitrürlenmiş 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) S.E.M, (d), (e) ve (f) X-Ray analizi. 80
Şekil 61. Nitrürlenmiş 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası sonrası Şekil 60'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 81
Şekil 62. Nitrürlenmiş 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi. 82
Şekil 63. Nitrürlenmiş 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 62'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 83
Şekil 64. Çinkofosfat kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) S.E.M, (d), (e) ve (f) X-Ray analizi. 84
Şekil 65. Çinkofosfat kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası Şekil 64'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 85
Şekil 66. Çinkofosfat kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi. 86

Şekil 67. Çinkofosfat kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 66'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası. 87
Şekil 68. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b) S.E.M, (c), (d) X-Ray analizi. 88
Şekil 69. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; Şekil 68'deki G1 ve 2 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, (c) Genel haritalama (mapping), (d) Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyası. 89
Şekil 70. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi. 90
Şekil 71. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; Şekil 70 (e) (f) ve (g)'deki G1 ve 4 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, ...92
Şekil 72. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; ..93
Şekil 73. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi. 94
Şekil 74. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 73 (e) (f) ve (g)'deki Yanma Odası, ÜÖN ve 4 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, (h) (i) Genel haritalama (mapping), (ı) (j) Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyası. 95
Şekil 75. Kaplamasız (Kaplaması Asit Yoluyla Kaldırılmış 2. Segman)'ın test öncesi zumsuz AFM analizi. 97
Şekil 76. Kaplamasız (Kaplaması Asit Yoluyla Kaldırılmış 2. Segman)'ın test öncesi zumlu bölgenin AFM analizi. 98
Şekil 77. Nitrür kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumsuz AFM analizi. 98
Şekil 78. Nitrür kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumlu AFM analizi. 99
Şekil 79. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumsuz AFM analizi. 99
Şekil 80. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumlu AFM analizi. 100
Şekil 81. CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumsuz AFM analizi. 100
Şekil 82. CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumlu AFM analizi. 101
Şekil 83. Honda GX270 Silindirin test öncesi zumsuz AFM analizi. 101
Şekil 84. Honda GX270 Silindirin test öncesi zumlu AFM analizi. 102
Şekil 85. Kaplamasız (Kaplaması Asit Yoluyla Kaldırılmış 2. Segman)'ın Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi. 103
Şekil 86. Kaplamasız (Kaplaması Asit Yoluyla Kaldırılmış 2. Segman)'ın Motor Testi sonrası zumsuz AFM analizi. 103
Şekil 87. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. segman'ın Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi. 104
Şekil 88. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. segman'ın Motor Testi sonrası zumsuz AFM analizi. 104
Şekil 89. Nitrür kaplı 2. Segman'ın Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi. 105
Şekil 90. Nitrür kaplı 2. Segman'ın Motor Testi sonrası zumsuz AFM analizi. 105
Şekil 91. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman'ın Tribometre Testi sonrası zumsuz AFM analizi. 106
Şekil 92. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman'ın Motor Testi sonrası zumsuz AFM analizi. 106
Şekil 93. CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi. 107
Şekil 94. CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın Motor Testi sonrası zumlu AFM analizi. 107
Şekil 95. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman altında çalışan silindirin Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi. 109
Şekil 96. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman altında çalışan silindirin MotorTesti sonrası ÜÖN'daki zumsuz AFM analizi. 109
Şekil 97. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. Segman altında çalışan silindirin Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi. 110
Şekil 98. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. Segman altında çalışan silindirin MotorTesti sonrası ÜÖN'daki zumsuz AFM analizi. 110

Şekil 99. Nitrür kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin Tribometre Testi sonrası zumsuz AFM analizi. 111
Şekil 100. Nitrür kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin MotorTesti sonrası ÜÖN'daki zumlu AFM analizi. 111
Şekil 101. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi. 112
Şekil 102. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin MotorTesti sonrası ÜÖN'daki zumsuz AFM analizi. 112
Şekil 103. CVD Grafen kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi. 113
Şekil 104. CVD Grafen kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin MotorTesti sonrası ÜÖN'daki zumsuz AFM analizi. 113
Şekil 105. (a) CSM ultra Nanoindenter ve ölçüm, (b) Nanoindention için ekran görüntüsü, (c) Başarısız ölçüm sonucu. 114
Şekil 106. verilen Zwick/Roell marka mikro sertlik cihazı. 115
Şekil 107. CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın Motor Testi sonrası Grafen tabakası üzerinde ölçülen sertlik değeri ve X40 büyütmede mikro yapısı. 115
Şekil 108. Test öncesi ve test sonrası Tribometrede test edilen segmanların Nanoindentaion değerleri. 116
Şekil 109. Test öncesi ve test sonrası Motorda test edilen segmanların Nanoindentaion değerleri. 116
Şekil 110. (a),(b),(c),(d)(e) Tribometre testleri sonunda elde edilen her bir segmanın sürtünme katsayısının zamana göre değişimi; (a) Kaplamasız segman (kaplaması asit yoluyla kaldırılmış segman), (b) Honda ZnP kaplı segman; (c) Grafen nanapartikül (TEGO grade-1)'in yağa katılması, (d) Nitrürlenmiş segman. (e) CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi Grafen Kaplı Segman. 117
Şekil 111. Tribometre testleri sonunda elde edilen tüm segmanların sürtünme katsayılarının zamana göre değişimi. 118
Şekil 112. Tribometre testleri sonunda elde edilen her bir segmanın ortalama sürtünme katsayısı değerleri. 119
Şekil 113. Ömür deneyinin 75. Saati sonunda karterdeki yağ seviyesi. 121
Şekil 114. Kaplaması kaldırılarak üzerine grafen kaplanmış segmana ait motor iç sürtünme eğrileri. 124
Şekil 115. Projede test edilen tüm segman uygulamalarının sürtünme değerleri-2000 d/d. 124
Şekil 116. Projede test edilen tüm segman uygulamalarının sürtünme değerleri-3000 d/d. 125
Şekil 117. (a) Kaplama öncesi ve (b) Grafen kaplama sonrası segman görüntüsü. 126
Şekil 118. Teste tabi tutulan motorların fren güçlerinin hıza bağlı değişimi. 127
Şekil 119. Teste tabi tutulan motorların fren momentlerinin hıza bağlı değişimi. 127
Şekil 120. Teste tabi tutulan motorların özgül yakıt sarfiyatlarının hıza bağlı değişimi. 128
Şekil 121. Teste tabi tutulan motorların 2000 d/d hızda fren güçleri. 129
Şekil 122. Teste tabi tutulan motorların 3000 d/d hızda fren güçleri. 129
Şekil 123. Teste tabi tutulan motorların maksimum fren güçleri. 130
Şekil 124. Yağlama yağındaki alüminyum miktarının değişimi. 132
Şekil 125. Yağlama yağındaki demir miktarının değişimi. 132
Şekil 126. Yağlama yağındaki krom miktarının değişimi. 133
Şekil 127. Yağlama yağındaki kalay miktarının değişimi. 134
Şekil 128. Yağlama yağındaki bakır miktarının değişimi. 134
Şekil 129. Yağlama yağının 40°C sıcaklıktaki viskozitesinin değişimi. 135
Şekil 130. Yağlama yağının 100°C sıcaklıktaki viskozitesinin değişimi. 136
Şekil 131. Yağlama yağının toplam asit sayısının değişimi. 136
Şekil 132. Yağlama yağının toplam baz sayısının değişimi. 137
Şekil 133. Yağlama yağındaki çinko miktarının değişimi. 138
Şekil 134. Yağlama yağındaki fosfor miktarının değişimi. 138
Şekil 135. Yağlama yağındaki molibden miktarının değişimi 139

Şekil 136. Yağlama yağındaki azot bileşiklerinin değişimi.....139

Özet

Proje, Yıldız Teknik Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Otomotiv Anabilim dalı Motorlar Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Laboratuarımızda bulunan tribometre ve içten yanmalı motor deney setinde bütçeden satın alınan Honda GX270 motoru ikinci yağ segmanına ait kaplamasız segman (kaplaması asit yoluyla kaldırılmış segman), çinko fosfat kaplı segman, gaz nitrür kaplı segman ve CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) direk sentez metoduyla Grafen kaplı segmanların tribolojik performans testleri yapılmıştır. Sınır yağlama şartları altında motorda sürtünmenin ve aşınmaların en fazla meydana geldiği Üst Ölü Nokta bölgesinde oluşan aşınma mekanizmaları, tribo-sürtünme değerleri, segman ve silindir yüzeylerinde oluşan koruyucu tribofilm tabakaları makro ve nano boyutta incelenmiş, motor performansı, motoring ve ömür testleri yapılmış, ömür testleri süresince motordan alınan yağ numuneleri Shell Türkiye A.Ş. tarafından analiz edilerek kaplamasız ikinci segman üzerine uygulanan direk CVD sentez yöntemiyle başarılan Grafen kaplama kıyas edilmiştir.

Projenin 2. Gelişme raporunda detayları somut bir şekilde açıklandığı gibi 1. Gelişme raporu dönemi içerisinde ve projede taahüt edilen Doç. Dr. Oğuzhan Gürlü'nün yönetimi altında İstanbul Teknik Üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümü Nanoboyutta yüzey bilimi laboratuvarında yapılan Grafen kaplama çalışması deneylerde kullandığımız Honda GX270 motoruna ait kaplaması kaldırılmış ne küçük, ne de büyük 2.Segman ve krom kaplı 1.Segman yüzeylerinde CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi birçok defa denense de *başarılı olmamıştır.* Raman sonuçları *bu başarısızlığı onaylamıştır.* Bu nedenle B planına geçilmiştir. B planında Grafen nanopartikülleri kullanarak yağın katkı maddeleri ile kombine edilmesi suretiyle karıştırılarak tribometrede ve motor deneylerinde tüm testler gerçekleştirilmiştir.

Yoğun çalışmalar sonucunda Grafen kaplamasındaki teknik başarısızlık tespit edilmiş, projede taahhüt edilen Honda GX270 motoruna ait kaplaması kaldırılmış 2.Segmana ve krom kalplı 1.Segmana CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi kullanarak sırasıyla Çok Katmanlı (Multilayer) ve Tek Katmanlı olarak (Monolayer) olarak kaplanması projenin sonuç raporu döneminde sağlanmıştır. Bu kaplama çalışması GrafenBioTech Şti. tarafından gerçekleştirilmiştir. Tribometre, Motor deneyleri ve yağ analizleri yapılarak Grafen kaplamanın yüzeylerde koruma sağladığı ortaya çıkarılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Segman, grafen kaplama, tribolojik performans, yüzey inceleme.

Abstract

Project is performed at Internal combustion engine Laboratory of Yıldız Technical University, Mechanical Engineering Department, Automotive Sub-division. Tribological performance of the uncoated (removed by acidic method) piston ring, zinc phosphate coated piston ring, nitrided piston ring and grahene coated piston ring which obtained by CVD (Chemical Vapour Deposition) direct synthesis method were investigated. Piston rings used in this project were the original rings of Honda brand GX270 engine type and the budget was provided by the project. Rings were tested by tribometer and engine test bench in laboratory.

Top Dead Center (TDC) can be expressed as the most severe point of the cylinder for wear and friction where the lubrication is at boundary conditions. Wear mechanisms and tribo-friction values at TDC and tribofilms formed on ring and liner surfaces were investigated at micro and nano scale. Engine performance, motoring and durability tests were completed. Lubricating oil of the test engine were analyzed during durability tests by sampling oil specimens at equal intervals. Oil analysis supported and completed by Shell Turkey Corporation. Graphene coating which is applied to uncoated second ring that achieved by CVD synthesis method has been compared by analyzing oil samples.

As the details were explained in Second Progress Report, graphene coating studies which were proposed for the project and should have been done at Istanbul Technical University, Physics Engineering Department, Nanosized Surface Science Laboratory under directorship of Assc. Prof Oğuzhan GÜRLÜ during the period of 1.Progress Report, unfortunately coating *couldn not be succeed* on neither small nor big uncoated 2.piston ring and chromium coated 1.piston ring surface of Honda GX270 engine with CVD direct synthesis method even though trying a lot of times. *Raman results have confirmed this failure* and hence the proposed plan B had been applied. According to plan B graphene nano-particles were mixed with oil and combined with the additives. Then tests were performed at tribometer and engine test bench.

After much efforts, technical failing at graphene coating had been determined. Multilayer and Monolayer coating of uncoated second piston ring and chromium coated first piston ring of Honda GX270 with CVD (Chemical Vapour Deposition) direct synthesis method has been succeed at the project result report period as proposed. This coating was succeeded by GrafenBioTech Ltd. According to results of tribometer tests, engine tests and oil analysis, it was concluded that the graphene coating provides protection on surfaces.
Keywords: Piston rings, graphene coating, tribological performance, surface analys

1. SONUÇ RAPORU ANA METNİ

1.1 Giriş

Makine, teknoloji dediğimiz olgunun en temel taşlarından biridir. Günümüz modern insanlarının refah bir şekilde yaşamalarının ilk adımlarından olan Sanayi Devrimi tamamen makine odaklı bir süreçti. Sanayi Devrimi ile başlayan makine çağının insan yaşamını kökten değiştiren en önemli buluşlarından biri de içten yanmalı motorlardır.

Keşfedildiği günden bu yana içten yanmalı motorların verimliliği ve ömrü ile ilgili çalışmalar da durmadan devam etmektedir.

Günümüzde taşıt sayısının sürekli artması, petrol rezervlerinin azalması ve buna bağlı olarak yakıt maliyetlerinin yükselmesi motorda verimliliği arttırmaya yönelik araştırmaların sayısını hızla arttırmıştır. Araştırmacıların motor verimliliğini arttırmak için incelediği temel konular başlıca şu şekildedir:

- Sürtünme kayıplarının azaltılması,
- Daha hafif malzeme kullanımı,
- Egzoz ve emisyon kontrolü.

Sürtünme kayıplarının azaltılması için motor yağına çeşitli katkı maddelerinin eklenmesi, segmanların çeşitli malzemeler ile kaplanması, sıcaklığın dengelenmesi ve yük artışının kontrol altında tutulması gibi çeşitli yöntemler geliştirilmiştir.

Bunlardan, Triboloji biliminde yüzey kaplama konusunda araştırma ve geliştirme çalışmaları tüm hızı ile sürmektedir. Mekanik kayıpların başlıca sorumlusu olan sürtünmenin azaltılarak mekanik verimi arttırma çalışmaları, paralelinde daha dayanıklı malzeme üretme çalışmalarını da desteklemekte ve hâlihazırda başlıca araştırma konularından birini oluşturmaktadır. Özellikle otomotiv sektöründe yakıt ekonomisi, taşıtlarda kullanılan motorların maksimum verim ve minimum kayıplar ile çalışmasını gerekli kılmaktadır.

Sürtünmenin ve aşınmanın en aza indirilmesi, günümüzde otomotivciler arasındaki en büyük problemlerden birisidir. İçten Yanmalı Motorlarda yer alan silindir - segman çifti arasında sürtünme ve aşınma istem dışı meydana gelebilmektedir. Aşınarak deforme olan parçaların

dayanımı azalmakta ve kopma, kırılma ve yağsız ortamlarda birbirine yapışma gibi istenmeyen arızalara sebebiyet verebilmektedir. Aşınmanın en aza indirilmesi için, birbiri ile uyumlu malzeme seçiminin yanında çalışma şartları da önemlidir. Motorda zorlu çalışma şartları yük, hız, sıcaklık, temas basıncı vs.. gibi değişken olması sebebiyle oluşabilecek aşınmayı önlemek için çeşitli çalışmalar söz konusudur.

Günümüzde sürtünme ve aşınmayı önlemek için yapılan çalışmaların çoğu yağlama yağı ve kaplamalar ile ilgilidir. Hem aşınma ve sürtünmeyi en aza indiren hem de çevreye zararlı kimyasallar içermeyen yağlamaya yağı veya kaplama maddesinin bulunması için çalışmalar devam etmektedir. Yakın zamanda keşfedilen ve tribolojik özellikleri aşınma ve sürtünmeyi önleme bakımından çok olumlu olan grafen maddesi bilim dünyasında heyecana yol açmıştır.

1.2 Literatür Özeti

Louda (2007), otomotiv sektöründe kullanılan kaplama tekniklerini incelemiş, yaptığı çalışmada segmanlarda çinko fosfat kaplamanın korozyona karşı çok iyi direnç göstererek malzemenin ömrünü uzattığını, sertliği yüksek krom kaplamanın ise iyi bir aşınma direnci ve düşük bir sürtünme katsayısı sağladığını belirtmiştir.

Papadopoulos vd. (2007) çalışmalarında küresel dökme demir segmanları molibden ve sertleştirilmiş krom ile kaplayarak dökme demir silindir numunelerine karşı tribotest cihazında sürtünme deneyleri ile denemişlerdir. Çalışma sonucunda sertleştirilmiş krom kaplamalı segmanların yüksek sertlik, düşük yüzey pürüzlülük değerleri ile molibden kaplı segmanlara göre daha iyi aşınma direncine sahip olduklarını bildirmişlerdir. Çalışmada gerçek bir motordan kesilen segman ve gömlek numunelerini kullanarak hafif ve şiddetli aşınma mekanizmalarını incelemiştir. Çalışma yüksek frekanslı Plint TE77 sürtünme cihazı kullanılarak yapılmıştır. Metrolojik analizler profilometre, metalurjik analizler ise JOEL JSM-6400 S.E.M. kullanılarak yapılmıştır. Bu çalışmada eski ve artık kullanılmayan bir kaplama çeşidi olan molibden kaplı küresel grafitli dökme demir ve nispeten daha yeni olan Federal Mogul CKS-36TM kompresyon segmanlar gri dökme demir silindir gömlekleri ile test edilmiştir. Testler 90 °C ve 140 °C yağ sıcaklıkları, 3,9 MPa ve 6,5 MPa basınç ve iki farklı yağlayıcı (SAE 0W20 ve SAE 15W40) kullanılarak yapılmıştır. Aşınmaya ek olarak, karışık ve sınır yağlama arasındaki geçişleri görmek amacıyla tüm segman-silindir gömleği çiftleri için sürtünme katsayıları tespit edilmiştir. Testler sonucunda Federal Mogul segmanların Mo kaplı segmanlara göre aşınma dirençlerinin daha fazla olduğu tespit edilmiştir. Bu durum, Federal Mogul segmanın yüzey pürüzlülüğünün düşük ve sertliğinin yüksek olması ile açıklanabilir. Molibden kaplı segmanla yapılan testlerde silindir gömleğindeki en baskın olan aşınma türü abrazif aşınma olarak gözlemlenmiştir. Gözlemlenen abrazif aşınma izlerinin çoğu piston segman hareketinin yönüyle aynı yöndedir. Honlama çizgileri ve abrazif aşınma çizgileri üzerinde birçok plastik deformasyon noktası görülmüştür. Bu noktalar honlama çizgilerinden çok abrazif aşınma izleri üzerinde görülmüştür. Bu durum, lokal yüksek sıcaklıklara aşınma çizgilerinin çizilmeyi gerçekleştirdiği esnada ulaşılmasıyla açıklanabilir. Hiçbir segmanda plastik deformasyon veya abrazyon aşınması gözlemlenememiştir. Sadece Mo kaplı segman çatlama belirtisi söz konusudur.

Yajun vd. (2005) yaptıkları çalışmada krom nitrür (CrN), Nitrür (N) ve Boron nitrür (B4N) kaplanmış segmanların dökme demir silindir numunelerine karşı tribolojik performanslarını tribometre ile karşılaştırmış ve CrN kaplı segmanın en düşük sürtünme katsayısını verdiğini,

yapılan yüzey analizlerinde ise CrN kaplı segmanın en düşük aşınma derinlik ve uzunluk değerlerini verdiğini belirtmişlerdir.

Herbst-Dederichs ve Münchow (2002) yaptıkları çalışmada krom seramik kaplı segman (CKS-36) ile metal seramik kaplı segmanları 170 ºC sıcaklıkta kesintisiz bir yağlama ile 17 saat motor deneylerinde silindire karşı aşınma testine tabi tutmuşlardır. Çalışma sonucunda krom seramik kaplı segmanların diğer segman çeşidine göre daha iyi bir aşınma direncine sahip olduğunu belirtmişlerdir.

Martin vd. (2013) yaptıkları çalışmada CrN kaplamanın mikro yapısının ve kaplama kalınlığının sürtünme ve aşınmaya etkilerini bilye-disk tribometrede yaptıkları deneyler ile araştırmışlardır. Deneylerinde kaplama kalınlıkları CrN-1=1 mikron, CrN-2=5 mikron, CrN-3=10 mikron olan deney numuneleri ile kaplamasız çelik deney numunelerini 5, 10 ve 20 Newton'luk yükler altında test etmişlerdir. Araştırma sonucunda 5 mikron kalınlıktaki kaplamanın daha yüksek yükte (20 N) daha iyi sürtünme katsayısı ve aşınma değerleri verdiğini belirtmişlerdir. Ancak bu çalışmada kaplama kalınlıklarının tribolojik davranışları yük ve sıcaklıkların değişken olduğu içten yanmalı motorda incelenmemiş, maksimum yük olarak 20 Newton kullanılmıştır ayrıca kaplamaların sıcaklık değişimi ile ilgili ilişkisine, yüksek sıcaklıktaki davranışlarına ve yağlama yağına olan etkililerine değinilmemiştir.

Friedrich vd. (1997) yaptıkları çalışmada fiziksel buharlaştırma ile biriktirme PVD (Physical Vapor Deposition) kullanarak kaplanmış CrN ve Cr2N segmanları normal krom kaplamalı segmanlar ile silindire karşı segman-disk tribometrede 50 Newton yük altında 20 saat süre ile test etmişlerdir. Test sonucunda nitrürlenmiş krom kaplı segmanların sürtünme katsayılarının normal krom kaplamalı segmanlara yakın bir değer verdiği ancak aşınmalarda % 94'lük bir azalma elde ettiklerini belirtmişlerdir. Ancak bu çalışma motor testleri ile desteklenmemiştir.

Polcar vd. (2009) yaptıkları çalışmada tek katmanlı CrN ve çok katmanlı Cr2N kaplamalı deney numunelerinin 600-800 ºC arasında yüksek sıcaklıkta tribolojik performanslarını pin disk tribometrede test etmişlerdir. Yüzeylerdeki aşınma çizgilerini optik ve elektron mikroskopları ile yüzey kimyasını X-ray spektrometresi ile, aşınma derinliklerini ise mekanik profilometre ile incelemişlerdir. Test sonucunda krom nitrür kaplamanın 700 ºC'de bozulduğunu, 800 ºC'de ise okside olduğunu bildirmişlerdir. Çok katmanlı CrN kaplamanın aşınma direnci konusunda tribolojik performansının tek katmanlı CrN kaplamaya göre daha iyi olduğunu belirtmişlerdir. Ancak bu çalışmada tribolojik performansın belirlenmesinde yük

olarak 5 N gibi düşük bir yük kullanılmıştır, oysaki içten yanmalı motorlarda aşınma değerlerinin yüksek olduğu sınır yağlama rejiminde yük 100 N civarında olmaktadır.

CrN kaplamalar, yüzeyler için sertliklerinden ve korozyon ile aşınmaya karşı dirençlerinden dolayı tribolojik olarak çok iyi bir yüzey koruyucu kaplama çeşididir. Seramik kaplamaların tribolojik performansları ise kaplanacak numunenin, kaplama materyali kaplama kalınlığı, aşınma çeşidi, ısı ve çalışma koşullarına göre değişmektedir. Literatürde seramik kaplamalı segmanlar üzerinde çalışmalar mevcut olsa da krom nitrür kaplama ile krom seramik kaplamanın performansını karşılaştıran çok kısıtlı sayıda çalışma mevcuttur. Jian sheng et al. yaptıkları çalışmada seramik kaplamalı segmanları içten yanmalı motor da denemişler ve çalışma sonucunda seramik kaplamalı segmanın, motorun mekanik verimini % 4 arttırdığını, motor gücünü % 2.6 arttırdığını, yakıt tüketiminde ise seramik kaplamalı segmanın, kaplamasız segmana göre % 2.9'luk bir azalma sağladığını belirtmişlerdir. Ancak bu çalışmada deneylerin hangi şartlarda yapıldığı kaç kez tekrar edildiği, seramik kaplamanın kimyasal yapısı veya segmanın üretim malzemesi hakkında herhangi bir bilgi verilmemiştir Lin vd. (2003).

Tanaka vd. (1993) yaptıkları çalışmada molüblen ile güçlendirilmiş Cr2O3 seramik kaplamayı gri dökme demir üzerine ve segman üzerine plazma püskürtme yöntemi ile uygulayarak deney numuneleri pin-disk tribometre ve içten yanmalı motorda denemişlerdir. Yaptıkları çalışma sonucunda seramik kaplamalı segman ve silindirin aşınmaya karşı direnç karakteristiklerinin kaplamasız segman-silindir ikilisine göre daha iyi olduğunu vurgulamışlardır. Ancak bu deneyler devirlerin ve sıkıştırma oranlarının daha düşük olduğu düşük devirli gemi makinelerinde yapılmış basınç ve ısıl etkilerin daha yüksek olduğu yüksek devirli motorlarda uygulanmamış olması sebebiyle deney sonuçları kısıtlı kalmıştır. Nitrürleme ve seramik kaplama segman yüzeylerinde günümüzde kullanılan yaygın kaplama çeşitleridir. Bu popüler kaplama çeşitlerine ilaveten günümüzde yüksek iletkenliği, ısıl direnci, çok iyi bir mekanik dayanımı, oksidasyonu sevmeyen yapısı ve hafifliği ile ön plana çıkan grafitin tek katman ve bal peteği şeklinde sentezlenmesi şeklinde ortaya çıkan grafenin, tribolojideki yerinin araştırılması günümüzde tüm hızı ile devam etmektedir. Bu konuda Filleter vd. (2009) yaptıkları çalışmada halihazırda düşük sürtünmeli aşınma önleyici kaplama olarak kullanılan grafen filmlerinin silikon karpit yüzeylerde sürtünmeyi azalttığını belirtmişlerdir.

Won vd. (2013) yaptıkları çalışmada bakır yüzeyi kimyasal buharlaştırma (CVD) tekniği ile grafen ile kaplamışlar, kaplama kalınlığının birkaç katmandan oluştuğunu ve grafen kaplamanın kuru sürtünmeden bakır yüzeyin ömrünü uzattığını belirtmişlerdir.
Kim vd. (2011) yaptıkları çalışmada grafen filmlerinin etkin bir şekilde sürtünme ve adhezyon kuvvetlerini düşürdüğünü belirtmişlerdir.

Schlüter vd. (2013) yaptıkları çalışmada grafitten grafen oksit sentezlemişler ve bunu baz yağ ile katkı maddeli yağa karıştırarak grafitli bilye-plaka tribometrede tribolojik olarak test etmişlerdir. Testler sonucunda grafen oksitin baz yağ ile pozitif olarak etkileştiğini, yüzeydeki sürtünme ve aşınmaları düşürdüğünü belirtmişlerdir.

Poudeh vd. (2015) yaptıkları çalışmada Grafen Nanopartikülü (TEGO grade-1)'i *Termal Olarak Sıyrılmış Grafen Oksit olarak* TEGO Konsantrasyonu 0.5 wt%, görünümü Koyu gri, yoğunluğu 0,022 g/mL, tabakaların ortalama sayısı 27, çözünürlük kısmi olarak suda çözülebilir, oksijen kiktarı 4,1 %, DMF (N,N-dimethyl Formamide) ve diğer organik polar solventler ile (karışım yöntemi kullanarak) homojen dağılım sağlayarak elektrosprey yöntemiyle 2D (2 boyutlu) grafen oksit tabakalarını 3D (3 boyutlu) mikrosferlerle dolu içi boş tabakalara dönüştürmüşlerdir. Raman sonuçları çok katmanlı (multilayer) olduğunu göstermiştir.

Berman vd. (2013) çalışmalarında; %30 bağıl nemde çözelti ile işlenmiş grafen tabakasının sürtünen çelik yüzeylerde sürtünme ve aşınmayı azalttığını bildirmişlerdir. Kayan çelik yüzeyindeki testlerde düşük miktardaki etanol içeren grafen aşınmayı dört katı kadar, sürtünme katsayısını ise 6 katı kadar azaltmıştır. Bunun açıklaması kayan yüzeylerde temas ettiği alanlarda koruyucu kaplama tabakası oluşturduğudur.

Berman vd. (2015) çalışmalarında grafenin oksidasyonunun sürtünme kuvvetlerini çok arttırırken, çok katmanlı grafenin kalitesinin ve saflığının yanal kuvvetleri azaltmada önemli rol oynadığını göstermişlerdir. Ayrıca, ilk kez, silikondioksit üzerine CVD ile tek katmanlı grafen kaplaması ile çok düşük sürtünmeye ulaşılabileceğini göstermişlerdir. Bu da biriktirme prosesinin kuvvetli yapışmayı sağlaması ve yüksek tribolojik performansı sağladığını ortaya koymuştur.

Chen vd. 2011, bu çalışmada, ilk kez metalik yüzeylerin oksidasyondan korunması için yüksek sıcaklık ve hidjojen peroksit ile CVD yöntemiyle Cu and Cu/Ni alaşımları üzerine grafen film ile kaplanılmasını başarı ile gerçekleştirmişlerdir. 4 saate kadar, 200°C sıcaklıktan

sonra bile elektron mikroskobu (SEM), Raman ve XPS analizleri metal yüzeylerini korozyondan koruduğunu göstermiştir.

Ma vd. (1998) yaptıkları bu çalışmada silindir gömleği aşınması ve yüzey pürüzlülüğünü tek silindirli, hava soğutmalı, benzinli bir motorun rodajda çalıştırılması ile elde etmiştir. Ek olarak, motorun anlık sürtünme momenti belirlenip, aşınma oranı ve yüzey pürüzlülüğüyle ilişkisi irdelenmiştir. Sürtünme, gömlek yüzey pürüzlülüğü ve aşınma rodajın ilk safhasında en büyük değerine ulaşmıştır. Aşınma oranı, ilk bir saat boyunca ani bir şekilde düşmüş sonrasında ise daha düşük bir oranda sabit kalmıştır. Yüzey pürüzlülüğü ve sürtünmenin sabit bir değere ulaşması aşınmaya oranla daha uzun sürmüştür. Sürtünmedeki değişimler üç farklı biçimde olmuştur. İlki bir saat sürmüştür ve bu süre zarfında aşınma oranında keskin; sürtünmede ise küçük bir düşüş olmuştur. İkincisi ise üçüncü kısma geçiş safhasıdır ve 2,5 saat sürmüştür. Üçüncü aşama ise son 20 saati kapsar ve bu safhada hem pürüzlülükte hem de sürtünmede bir düşüş meydana gelir. Aşınma çok fazla değişime uğramaz. Üçüncü safhadan sonra sürtünme ve yüzey pürüzlülüğü sabit oranda değişir. Toplam test 28 saat sürmüştür. Aşınma, yüzey pürüzlülüğü ve sürtünme arasındaki ilişki, tüm test boyunca sürtünmenin yüzey pürüzlüğünün lineer bir fonksiyonu olduğunu göstermiştir.

Ma vd. (2002) çalışmalarında rodaj boyunca meydana gelen aşınma mekanizmaları ve yüzey özelliklerindeki değişimi incelemişlerdir. Testlerde kullanılan motor dört stroklu, yüksek hızlı, tek silindirli, hava soğutmalı benzinli bir motordur. Motor yağ sıcaklığı 85 °C'dir. Kullanılan yağ 10W-30'dur. Silindir gömleği dökme demirden yapılmış olup kompresyon segmanı ise krom kaplıdır. Testler 28 saat sürmüş olup test boyunca motor hızı 1600 d/d'dan 3000 d/d'ya, yük ise %10'dan %100 tam yüke çıkarılmıştır. Kompresyon segmanı üst ölü noktadayken silindir gömleğindeki karşıt bölgesine aşınma algılayıcı yerleştirilmiştir. Bu algılayıcı tamamen silindir gömleği ile aynı malzemeden yapılmış olup silindir çapının ölçülerini bozmayacak şekilde monte edilmiştir. Rodaj safhasında gerçekleştirilen deneyler bittikten sonra aşınma algılayıcısı elektron mikroskobu (S.E.M.) ve optik mikroskopla incelenmiş ve şu sonuçlara ulaşılmıştır: Ü.Ö.N'da rodaj boyunca meydana gelen temel aşınma mekanizması abrazif aşınmadır. Abrazif aşınmanın honlama çizgilerini aşındırması sebebiyle yüzey "cilalanmış" gibi görünmektedir. Yüzey boyunca birçok aşınma çizgisi görülmüştür. Bu çizgilerin çoğu piston hareketiyle aynı yöndedir. Honlama çizgileri ve abrazif aşınma çizgileri üzerinde birçok plastik deformasyon noktası görülmüştür. Bu noktalar honlama çizgilerinden çok abrazif aşınma izleri üzerinde görülmüştür. Bu durum, lokal yüksek sıcaklıklara aşınma çizgilerinin çizilmeyi gerçekleştirdiği esnada ulaşılmasıyla açıklanabilir. Honlama yarıkları, aşınma prosesinde karışık bir fonksiyon üstlenmiştir. Aşınma partikülleri için depo vazifesi görüp

aşınmayı önleyebildikleri gibi, aşınma partiküllerinin yarıkları terketmesiyle uçlarında aşınmaya da yol açabilir.

Sreenath ve Venkatesh (1970) çalışmalarında, dört zamanlı, tek silindirli, su soğutmalı ve yüksek hızlı dizel motorda aşınma testleri gerçekleştirmişlerdir. İstenen değerleri ölçebilmek için motor uzun süre çalıştırılmıştır. Tüm çalışmalar sabit hız, sabit yük, sabit gömlek sıcaklığı, sabit yağlama yağ sıcaklığı vs. ile gerçekleştirilmiştir. Tüm testler sonunda aşınma; ağırlık değişimi veya lineer boyut değişim yöntemi ile ölçülmüştür. Bu çalışmada, krank mili yağı olarak maden yağı veya katkı maddeli yağ kullanılmasına rağmen segman aşınmasının ortalama efektif basınç ile lineer olarak arttığı gözlemlenmiştir. Fakat katkı maddeli yağ kullanıldığında aşınma oranı daha düşüktür. Ayrıca kompresyon segmandaki aşınmanın diğer segmanlara oranla daha fazla olduğu gözlemlenmiştir. Bunun sebebi, kompresyonun segmanın maksimum gaz basıncına ve maksimum sıcaklığa maruz kalmasıdır. Çalışmada değişken yükün, sabit tam yükte çalışmaya oranla segmanlara daha zararlı olduğu gözlemlenmiştir. Bu, çevrim sıcaklıklarının düşük olması ve bu durumun silindirdeki asidik buharların yoğunlaşmasına olumlu olarak katkıda bulunması sebebiyle kısmi yükte çalışırken artış gösteren korozif aşınmadan kaynaklanmaktadır. Biyel yatağı aşınması ilk olarak ortalama efektif basıncın artmasıyla artar fakat belirli bir limite ulaşılınca azalır. Biyel yatağı aşınması yağ kalitesinin artmasıyla azalma göstermiştir.

Shuster vd. (1999) çalışmalarında, motorda ve test düzeneğinde sert ve yumuşak silindirler ile farklı malzemelerle kaplanmış piston kaplamalarının sürtünmesi sonucu oluşan aşınmaları incelemiştir. Detaylı metalurjik analizler, çeşitli piston kaplamaları ve demir silindir gömlekleri arasındaki yağlama mekanizmalarını tanımlar. Bu çalışmada, kazıma (scuffing) aşınmasının başlangıcının, özellikle de sertleştirilmiş ağır iş demir Diesel silindir gömleklerindeki üst ölü noktadaki yağsızlık veya eksik yağlama olduğu ispat edilmiştir. Motor testlerinden sonra, silindir gömleğindeki demir parçalarının, molibden ağırlıklı plazma sprey kaplamalı segmana geçtiği gözlemlenmiştir. Bu şiddetli scuffing aşınması sert ve yumuşak silindir gömleklerinde (daha çok sert olanlarında) “taze” martenzit görünüşünü de beraberinde getirir. Metalurjik ve metrolojik yüzey parametreleri silindir gömleği-segman aşınmasındaki scuffing olayını açıklamak için seçilmiştir. Bu deneyler zorlu koşullarda 100 N/mm yük, 250°C’ın üstünde sıcaklık ve yükün artması ve yağın azalması sağlanarak hızlandırılmış LS9 makinesinde tekrarlanarak yapılmıştır. Katı yağlayıcılar veya kendinden yağlamalı kaplamaya sahip segmanlar geleneksel krom ve plazma püskürtme kaplamalı segmanlara oranla ciddi ölçüde yüksek bir kazıma (scuffing) aşınma direnci ve düşük bir

aşınma meydana getirmiştir. Bunun sebebinin grafit, fosfor ve diğer kendinden yağlama elementlerinin kaplamasız karşıt bölgelere transferi olduğu tahmin edilmektedir.

Truhan vd. (2005) bu çalışmada bir segman ve dökme demirden yapılmış silindir gömleğini aşınma cihazı düzeneği ile test etmiştir. Yağlama koşullarını test etmek amacıyla Jet A uçak yağı, madeni yağ ve 15W40'tan oluşan yağlar kullanılmıştır. Deney sıcaklıkları 25 °C ve 100 °C arasında değişmektedir. Çeşitli yağlarla yapılan bu deneyler sonucunda en yüksek aşınmayı Jet A uçak yağı göstermiştir. Buradaki aşınma madeni yağa göre 3-4 kat daha fazladır. Aşınma sıralaması yüksekten düşüğe sırasıyla Jet A, madeni yağ ve kullanılmış 15W40 şeklindedir. En düşük aşınma daha önce kullanılıp hazır duruma geldiği için kullanılmış 15W40 yağında görülmüştür. Testler sonucunda silindirdeki ağırlık kaybı segmandan daha fazladır. Bunun sebebi ise segman yüzeyindeki küçük temas yüzeyine oranla silindirde daha büyük bir aşınma izi meydana gelmesidir. Ayrıca silindir yüzeyi, krom kaplı segmana göre daha yumuşaktır. Motor deneylerinde maksimum aşınma, yükün en fazla olduğu kompresyon segmanı civarında meydana gelir. Bununla beraber, bu bölgede hız en düşük seviyededir ve yağ kalınlığını düşürmektedir.

Cavalieri vd. (2016) çalışmalarında sayısal ve deneysel teknikler kullanılarak içten yanmalı bir motorun subaplarında meydana gelen aşınma mekanizmalarını incelemiştir. Bu çalışmada, aşınma test cihazı kullanılarak subap ve subap oturma yuvalarındaki aşınmalar incelenmiştir. Yapılan testlerde 13 L'lik dizel motorun subapı kullanılmıştır. Subap ve subap yuvası arasındaki temas yüzeyinde 1.2°'lik açı meydana gelmiştir. Normalde motor subaplarında kullanılmayan bu açı, olumsuz koşullarda meydana gelebilecek aşınma mekanizmalarını incelemek amacıyla oluşturulmuştur. Testlerin tutarlılığını doğrulamak için testler üçer kez tekrarlanmıştır. Her test 72 saat boyunca, yaklaşık 20 Hz frekansta ve 5.184 x 10^6 çevrim ile yapılmıştır. Subaplara uygulanan maksimum temas kuvveti 27 kN'dur. Bu 13 L'lik Diesel motorlar için tipik bir değerdir. S.E.M. kullanılarak temas yüzeylerinde meydana gelen aşınma mekanizmaları incelenmiştir. Temas yüzeylerinin S.E.M. ile elde edilen detaylı görüntülerinde parlak ve karanlık bölgeler gözlemlenmiştir. Karanlık bölgeler yanmanın sebep olduğu karbon artıklarını gösterirken parlak noktalar ise aşınma bölgelerini temsil etmektedir. Subap ve subap yuvası arasında kopmuş materyallerin oluşturduğu eliptik şekilli birçok oyuk gözlemlenmiştir. Tüm bu faktörler radyal kaymanın sebep olduğu bir adhezif aşınmayı işaret etmektedir.

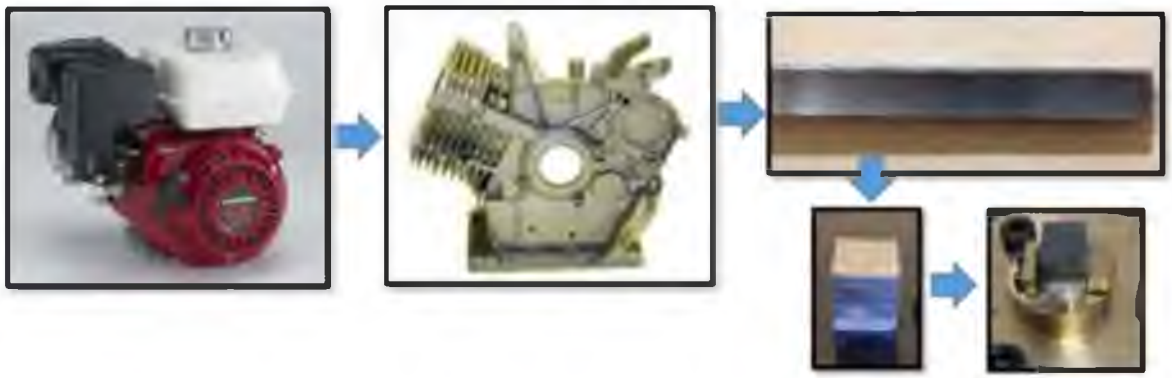
Lin vd. (2011) çalışmalarında, bir silisyum substratına mekanik yapraklanma yöntemiyle taşınmış çok katmanlı (multi-layer) grafen filmlerinin aşınma ve sürtünme karakteristikleri

atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ile incelenmiştir. Grafen filmleri, birkaç karbon taban düzleminden meydana gelmektedir. Grafen tabakalarının sayısı AFM ve Raman spektroskopisi ile belirlenmiştir. AFM sürtünme hesaplamaları için grafen numunesine 5-30 nN arasında yükler uygulanmıştır. Yapılan deneyler sonucunda 3-30 nN arasında yükler uygulandığı zaman grafen filmlerinin kaplamasız Si yüzeylere oranla daha düşük sürtünme gösterdiği anlaşılmıştır. Aşınma mekanizmaları da aynı şekilde AFM ile incelenmiştir. Grafen aşınmaları, 5 μN yük altında 100 çevrim yapıldığı zaman tespit edilebilmiştir. Grafendeki aşınma mekanizmasının karbonlar arasındaki düz bağların kopması ve grafen tabakalarının arayüzlerindeki kesilmelerden meydana geldiği öngörülmektedir.

Renold Plc (2013) tarafından alınan patent, demir veya alüminyum içeren substrat veya grafen kaplanabilecek substratlara grafen kaplama metodu ile ilgilidir. Grafen kaplanacak yüzey, aşınmaya maruz kalabilecek yüzeylerden seçilmiştir. Bu yöntemde karbon kaynağı olarak hidrokarbon gazı tercih edilmiştir. Bunlar, metan, asetilen veya propilen gazı olabilmektedir. Bu çalışmada grafen kaplanacak substrat, substrat için önerilen gerilim giderme sıcaklığının 50-100 ºC üstüne kadar ısıtılır. Yüzey için uygun olan grafen kaplama metodu uygulandıktan sonra, substrat grafen kaplamanın yanmamasını sağlamak amacıyla yeteri kadar soğutulur. Bu uygun sıcaklık 400 ºC civarıdır. Bu safhada grafen kaplama taşıyan yüzeyin sıcaklığı bahsedilen soğutma sıcaklığına düşene kadar hava veya oksijen içeren başka bir kaynakla temas etmemesine dikkat edilmelidir. Soğutma işleminden sonra grafen kaplamanın yeterli düzeyde olup olmadığı test edilebilir. Bunun için uygun metodlardan biri Raman spektroskopisidir. Eğer grafen kaplama istenilen düzeyde olmamışsa, substrat tekrar ısıtılabilir ve ek bir karbon kaynağı ile temas ettirilebilir. Grafen kaplama uygulamak için 800-1000 °C sıcaklığa kadar tavlanmış metalik tabakalar, daha çok da 950-1000 °C sıcaklığa kadar tavlanmış metalik tabakalar tercih edilir. Bu sıcaklıklar özellikle demir ağırlıklı substrat üzerindeki metal tabakalar için uygundur. Tercih edilen başka bir alternatif sıcaklık aralığı da 350-450 °C sıcaklığına kadar tavlanmış metalik tabakalar, özellikle de tavlama sıcaklığı 350-400 °C olan metalik tabakalardır. Bu düşük sıcaklıklar özellikle alüminyum ağırlıklı bir substrat üzerindeki metalik tabaka tavlandığında tercih edilebilir. Metalik tabaka içeren substrat, grafen kaplaması için karbon atom kaynağı ile buluşmadan önce fırın vb. reaksiyon kabında hazır hale getirilir. Bu şekilde grafen kaplama biriktirme işlemi kontrollü bir çevrede yapılabilir. Metalik tabakanın karbon atom kaynağı ile buluşmasından önce reaksiyon kabının oksijenden arındırılmış olması tercih edilir.
Grafen kaplanacak substrat aşınma direnci, korozyon direnci veya yağlama gerektiren piston, segman veya kam gibi sistemlerin bir parçası olabilir. İleriki çalışmalarda substrat dişli, rulman veya kaplin gibi güç iletim mekanizmalarında kullanılabilir.

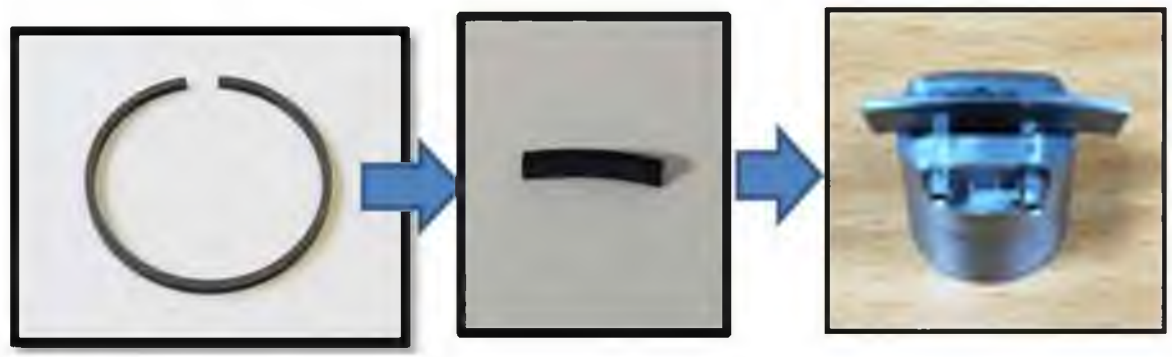
2. GEREÇ VE YÖNTEM

Projede deneysel çalışmada kullanılan gereç ve yöntemler aşağıdaki gibidir:



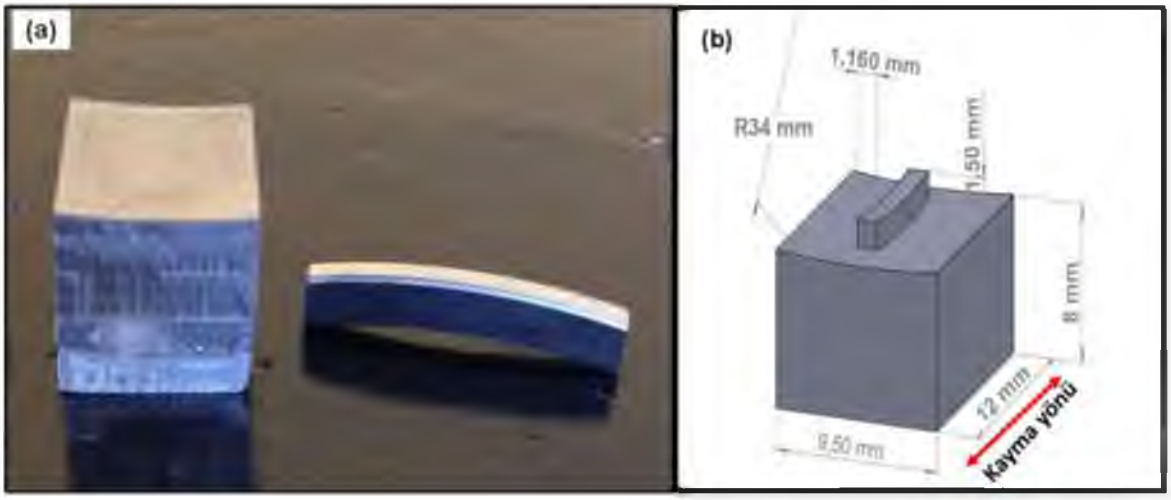
Şekil 1. Silindir numunelerinin hazırlanması.

1. Gelişme raporunda belirtildiği gibi Honda GX-270 motoruna göre daha geniş olan, yeni Honda GX-390 motoruna ait motor bloğundan kuru kesim yöntemi ile Şekil 1'de gösterildiği gibi silindir numuneleri kesilmiştir. Daha geniş silindir çapının kullanılmasının sebebi; Tribometrede, deney sırasında, segman-silindir ikilisinde sınır yağlama koşullarında yüzey temasının uygun sağlanmasıdır. Aksi takdirde yüzeyde gelişigüzel sürtünme ve aşınma çizgileri elde edilmektedir.



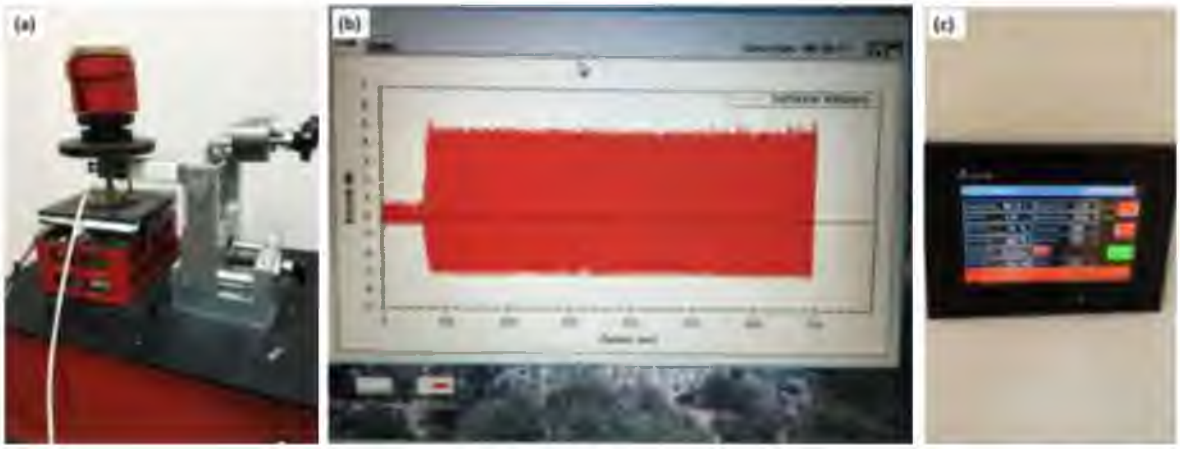
Şekil 2. Segman numunelerinin hazırlanması.

Tribometre deneylerinde kullanılmak üzere Honda GX-270 motorunun segmanları şekil 2'deki gibi kesilmiş ve deneylerde kullanılmıştır.

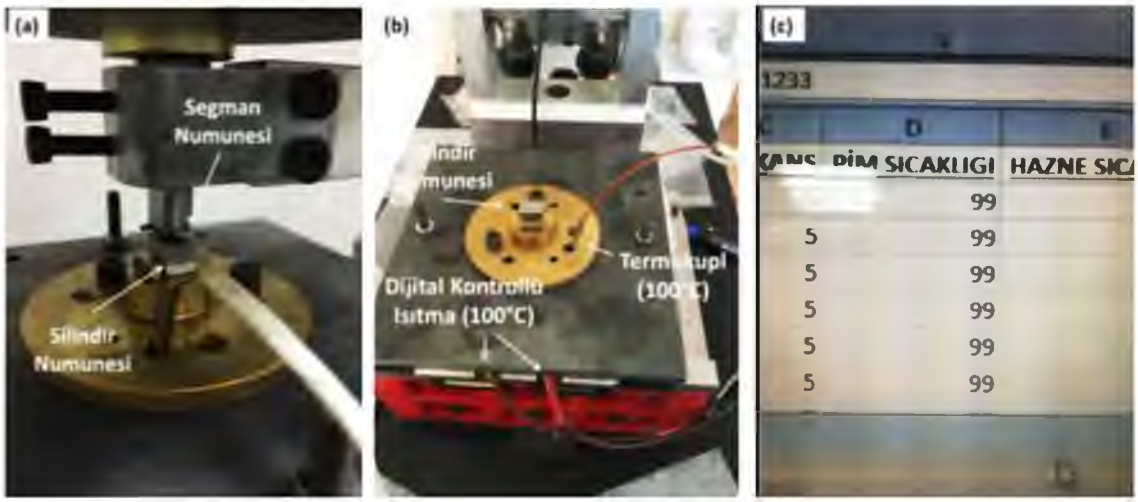


Şekil 3. Tribometre deneylerinde kullanılmak üzere segman ve silindirin kesimi, segmanın silindir üzerindeki konumu.

Şekil 3 Tribometre deneylerinde kullanılmak üzere kesilmiş olan segman ve silindirin birbirine göre konumu ve boyutlarını göstermektedir. Gerek segman gerekse silindir numunelerinin küçük boyutta kesilmesi Optik, Elektron mikroskobu ve Atomik Kuvvet Mikroskobunda inceleme imkanının sağlamıştır.

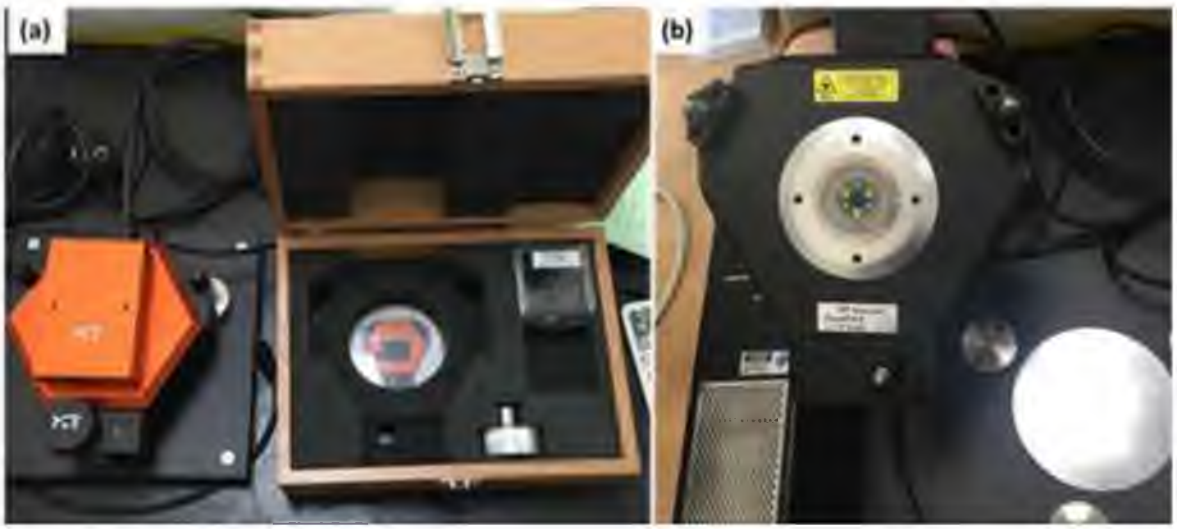


Şekil 4. Türk tarafı Gidip-Gelme (Reciprocating) hareketi yapan Tribometre. (a) Tribometre; (b) Sürtünme Kuvveti Eğrisi; (c) Sıcaklık Dijital Panosu.



Şekil 5. Segman-Silindir ikilisinin Tribometredeki Konumu, termokupl ve dijital kontrollü 100°C ısıtma; (a) Segman-Silindir Konumu; (b) Termokupl ve dijital kontrollü 100°C ısıtma; (c) Ölçülen sıcaklık.

Şekil 4'de ve Şekil 5'de gösterilen birimimizdeki Tribometre Gidip-Gelme (Reciprocating) hareketi yapabilmekte olup, özel tutucular vasıtası ile segman ve silindir numuneleri monte edilebilmekte, yük hücresi (load cell) ile sürtünme kuvveti saniyede 30 veri ile ölçülebilmekte, dijital panodan kontrollü olmak üzere 200°C-300°C'a kadar ısıtma sağlanabilmekte, sıcaklık sabit tutulabilmekte ve anlık ölçülebilmektedir.



Şekil 6. Nanosurf Flex AFM (Atomik Kuvvet Mikroskobu). (a) AFM Genel Görüntüsü, (b) AFM Cantilever Yuvası.

Şekil 6 proje bütçesinden alınan ve birimimizde yüzey analizleri için kullanılıan Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)'yi göstermektedir. Ölçümler yüzey pürüzlülüğünü mikro ve nano boyutta yapılmakta 2D (2 boyut) ve 3D (3 boyut)'ta alınabilmektedir.



Şekil 7. Avrupa birliği Fransa-Lyon Triboloji merkezinde bulunan ve projede kullanılan Keyence VHX-2000F 3D Dijital optik mikroskop.



Şekil 8. Avrupa birliği Fransa-Lyon Triboloji merkezinde bulunan ve projede analiz için kullanılan JEOL-EDX (OXFORD incaX destekli) elektron mikroskobu (SEM).

Birimimizde üç boyutlu (3D) dijital optik mikroskop ve elektron mikroskobu (SEM) ve birlikte çalışan elementlerin tayini için EDX bulunmamaktadır. 02-31 Temmuz 2016 tarihleri arasında görevlendirildiğim Tunus ziyareti esnasında Fransa'da bulunan INSA (Institut National Des

Sciences Appliquées), LaMCoS – INSA de Lyon, INSA / CNRS UMR5259, Bâtiment Jean d'Alembert, 18-20 rue des Sciences, 69621 Villeurbanne Cedex, Fransa laboratuarı ziyaret edilerek tüm iş paketlerindeki Tribometre ve Motor testleri sonucundaki numuneler yüzey analizine tabii tutulmuştur. Burada Keyence VHX-2000F 3D Dijital optik mikroskop kullanılmış (Şekil 7), objektif X100 ile X1000 görüntüleri alınmış, kavisli yüzeyler odaklanarak net görüntüler elde edilmiş, her biri X1000 büyütmede 3D yüzey topoğrafyası ve pürüzlülüğü ölçülmüştür. Aynı zamanda JEOL marka S.E.M. tarayıcı elektron mikroskobu (Şekil 8) kullanılarak değişik büyütmelerde sürtünme görüntüleri elde edilmiş, EDX yüzey analizleri yapılıp sürtünen yüzeylerde tribofilm tabakaları ve katkı maddelerinin elementel (kütlesel ve atomik) olarak miktarları tesbit edilmiştir. Bu ölçüler değerlendirme açısından önemli ölçüde projeye destek olmuştur.



Şekil 9. Güney Kore'nin Seul şehrindeki Yonsei Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Nano-Aşınma Merkezinde bulunan Keyence VK-K200K Confocal Lazer 3D dijital optik mikroskop.



Şekil 10. Güney Kore'nin Seul şehrindeki Yonsei Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Nano-Aşınma Merkezinde bulunan Jeol-JSM 6610 EDX (OXFORD incaX) destekli tarayıcı elektron mikroskobu.

Projenin sonuç dönemindeki çalışmalar 12-31 ocak 2017 tarihleri arasında görevlendirildiğim Tunus ziyareti esnasında Güney Kore'nin Seul şehrindeki Yonsei Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Nano-Aşınma Merkezi ziyaret edilerek özellikle Tribometre ve Motor testlerini içeren Grafen kaplı segmanların numunelerinin ileri teknikte yüzey analizleri yapılmıştır. Burada Keyence VK-K200K Confocal Lazer 3D dijital optik mikroskop (Şekil 9) kullanılmış, objektif X10 ile X1200 görüntüleri alınmış, kavisli yüzeyler odaklanarak net görüntüler elde edilmiş, her biri için yüksek X1200 büyütmede 3D yüzey topoğrafyası ve pürüzlülüğü ölçülmüştür. Aynı zamanda S.E.M. (Jeol-JSM 6610 EDX (OXFORD incaX) destekli tarayıcı elektron mikroskobu (Şekil 10) kullanarak değişik büyütmelerde sürtünme görüntüleri elde edilmiş, EDX yüzey analizleri yapılıp sürtünen yüzeylerde tribofilm tabakaları ve katkı maddelerinin elementel (kütlesel ve atomik) miktarları tesbit edilmiştir. Bu ölçüler değerlendirme açısından önemli ölçüde projeye sonucuna destek olmuştur.



HONDA GX270

Motor Tipi	Hava soğutmalı, 4 stroklu, tek silindirli
Çap ve strok	77 x 58 mm
Silindir hacmi	270 cm^3
Sıkıştırma oranı	8.5:1
Net güç (kW/rpm)	6.3 kW
Net tork	19.1 Nm
Ateşleme sistemi	Değişen zamanlı buji ateşlemeli
Yağlama sistemi	Sıçratma yöntemi ile yağlama
Hava filitresi	Çift kademeli
Yağ kapasitesi	1.1 Lt
Yakıt kapasitesi	5.3 Lt
Boyutlar (L x W x H)	380 mm x 429 mm x 422 mm
Kuru ağırlığı	25 kg

Şekil 11. İçten yanmalı motor deney setinde kullanılan Honda GX-270 motoru ve teknik özellikleri.

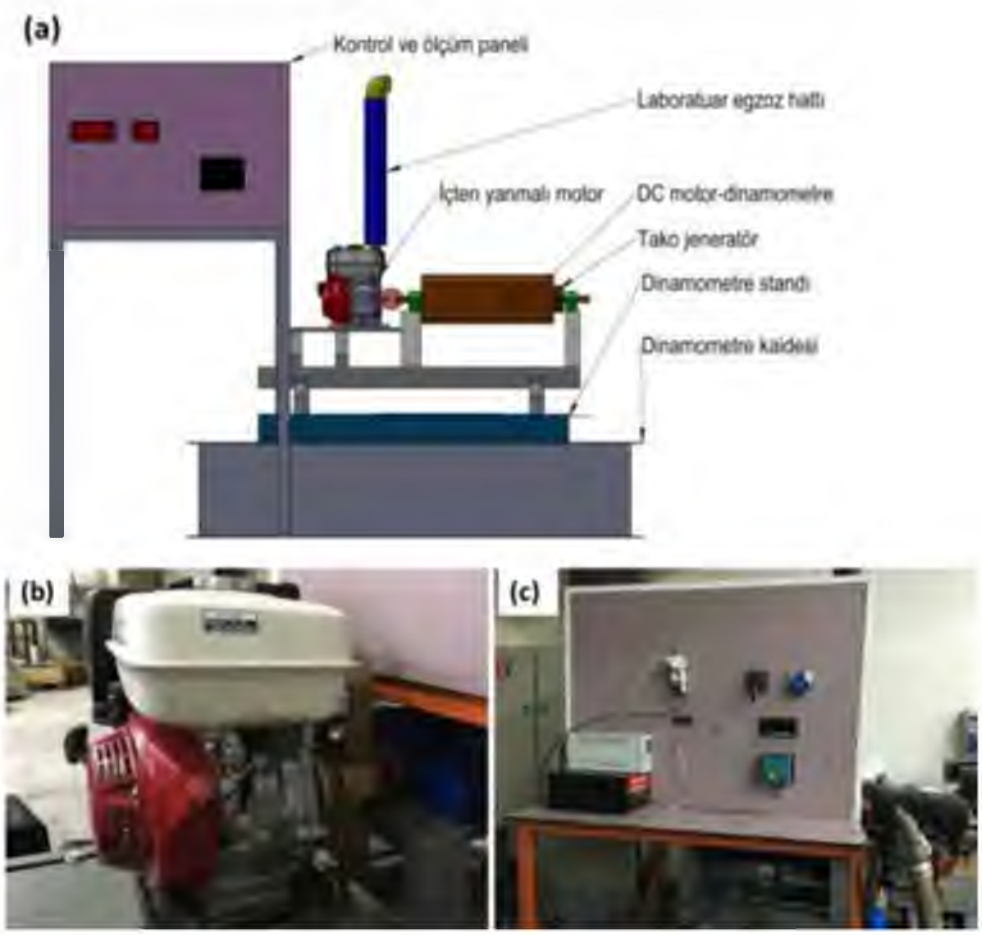
Projenin motor deneyleri kısmında, farklı segman kaplama yöntemleri uygulanmış olup herbiri Honda marka, GX 270 tipi motoruna performans (moment, güç, yakıt sarfiyatı), motoring ve yağ analizleri ile aşınma ve sürtünme parametreleri değerlendirilmiştir. Motor testleri iş zaman çizelgesine uygun şekilde yapılmış ve sonuçlar değerlendirilmiştir.

Testlerde Honda marka, GX 270 tipi tek silindirli benzinli motor kullanılmıştır. Günümüz modern motor tasarımına uygun olması, karter yağ kapasitesinin fazlalığı, yağ seviyesi sensörü, yüksek güç yoğunluğu ve yedek parça bulunabilirliği gözetilerek bu motor tercih edilmiştir. Test motorunun özellikleri Şekil 11'de verilmiştir.

Projede ön görülen Motor deneyleri ve testler Tablo 1'de verilmiştir:

Tablo 1. Motor deneyleri ve deneylerde yapılacak testler.

Deneyler	**Yapılacak Testler**		
	Performans Testleri	Motoring Testleri	Omür Testleri
1. Deney (Motor Orjinali) İkinci segman çinko fosfat kaplamalı,	Güç (kW), tork (Nm), saatlik ve özgül yakıt tüketimleri	2000 rpm, 2500 rpm ve 3000 rpm de güç değerleri (kW), test süreleri 1 saat, yağ sıcaklığı 50 ºC'de sabit	100 saat, tork ve motor devri ISO 8178-4'e göre belirlenecek, her 10 saatte bir yağ, egzoz sıcaklığı değerleri alınacak, her 50 saatte bir FTIR (yağdaki nitridasyon, oksidasyon, sülfüdasyon ve yakıt seyrelmesi değerleri) ve ICP analizleri (yağdaki aşınma elementleri ve aşınma önleyici katkı maddelerinin analizleri) için yağ numuneleri alınacak
2. Deney İkinci segman kaplamasız küresel grafitli dökme demir			
3. Deney İkinci segman nitrürlenmiş			
4. Deney İkinci segman grafen kaplamalı			



Şekil 12. Honda GX-270 motoru ve Deney seti; (a) Deney Seti Şematik Resmi; (b) İçten Yanmalı Motor, (c) Deney Seti.

Projede öngörülen motor testleri için Şekil 11'de özellikleri verilen 10 adet Honda GX-270 motoru ve yedek segmanlar yetkili firmadan satın alınmıştır. Şekil 12.'de görüldüğü gibi deney seti kurulmuştur.



Şekil 13. Test sistemi ve Motoring Test Sistemi

Tablo 2. Test sisteminin toplam ölçüm doğruluğu.

Ölçülen parametre	Ölçüm cihazı	Doğruluk
Motor momenti	DC jeneratör armatür	± 0.05 Nm
Motor hızı	Tako jeneratör	± 5 rpm
Yakıt debisi	Gravimetri	± 1%
Hesaplanan		Belirsizlik (Tüm hız
Güç		±0,34÷0,79 %
Özgül yakıt sarfiyatı		±1,05÷1,27 %

Gerek motorlarının performansının belirlenmesinde ve gerekse de ömür testlerinin uygulanmasında laboratuarda kurulmuş olan test sistemi kullanılmıştır. Test sistemi motor ve DC jeneratör bağlantı platformu, DC jeneratör ve kontrol panelinden oluşmaktadır. Sistem üzerinden alınan veriler motor gücü, motor momenti, özgül yakıt sarfiyatı, karter yağ sıcaklığı ve motor hızıdır. Ölçüm doğrulukları ise Tablo 2'de listelenmiştir.

Motoring testlerinde hedef motorun iç sürtünmesinin ölçülmesidir. Motorin test sistemi performans testlerinde kullanılan sistemden farklı ve halihazırda Yıldız Teknik Üniversitesi,

Otomotiv laboratuarında mevcut bir cihazdır. Sistem hassas olarak hızı kontrol edilebilen bir alternatif akım motoru, kaide ve motor gücünün ölçümünde kullanılan bir panodan oluşmaktadır. Sistemin fotoğrafı Şekil 13'de görülmektedir. Ömür testini tamamlamış motorlar motoring sistemine bağlanarak iç sürtünmeleri ölçülmüştür. Test esnasında silindir içinde yanma gerçekleşmemesi için yakıt boşaltılmış ardından bağlantı gerçekleştirilmiştir. İçten yanmalı motorlar sırasıyla 1000, 2000 ve 3000 devir/dakika hızlarda birer saat süreyle çalıştırılarak iç sürtünme değerleri ölçülmüştür.

Test sisteminin fotoğrafı, şematik görünüşü ve motoring test sistemi Şekil 13'de verilmiştir.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA / SONUÇLAR

Bilindiği gibi Proje genel olarak iki aşamadan oluşmaktadır:

1. **Tribotest deneyleri (1. Gelişme raporu, 1. aşama)**
2. **Motor Deneyleri, Yüzey Analizleri ve Sonuç Raporu (2. Aşama).**

Tribometre ve motor testlerinde yapılmak üzere iş paketlerinde önerilen testler:

1) Kaplamasız segman (kaplaması kaldırılmış segman),
2) Çinkofosfat kaplı segman,
3) Grafen kaplı segman,
4) Nitrürlenmiş segman.

dır.

Yürütücülüğünü yaptığım 114M833 nolu projede, 2. Gelişme raporunda detayları somut bir şekilde açıklandığı gibi 1. Gelişme raporu dönemi içerisinde ve projede taahüt edilen Doç. Dr. Oğuzhan Gürlü'nün yönetimi altında İstanbul Teknik Üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümü Nanoboyutta yüzey bilimi laboratuvarında yapılan Grafen kaplama çalışması deneylerde kullandığımız Honda GX270 motoruna ait kaplaması kaldırılmış ne küçük, ne de büyük 2. Segman ve krom kaplı 1. Segman yüzeylerinde CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi birçok defa denense de başarılı olmamıştır. Raman sonuçları bu başarısızlığı onaylamıştır.

Ayrıca Buriyer Doğuş Özkan 2. Gelişme raporu başlangıcı Mart 2016'dan itibaren proje bitimine kadar bursiyerlik görevini yerine getirmemiş, 1. Gelişme raporu dönemindeki yapılan çalışmalardaki numuneleri birime ait olan desikatör ile birlikte geri getirmemiş, hiçbir çalışmaya ve toplantılara katılmadığından dolayı burs ücreti ödenmemiştir. Aynı zamanda 10.06.2016 tarihinde doktora unvanını almıştır. 14/06/2016 tarihinde mühendislik araştırma destek grubuna ekli evrak ile birlikte email ile bildirilmiştir ve bursiyerlik sıfatı kalmamıştır.

Diğer yandan, danışman Doç. Dr. Oğuzhan GÜRLÜ'de 2. Gelişme raporu başlangıcı Mart 2016'dan itibaren proje bitimine kadar danışmanlık görevini yerine getirmemiş, toplantılara katılmamış, çalışmalara yardımcı olmamış, fikir alışverişinde bulunmamıştır. Laboratuarını proje çalışmamızdaki grafen kaplama işlemine maalesef kapatmış, 1 Temmuz 2016 tarihi itibarı ile uzun süreliğine yurt dışına gittiği duyumu alınmıştır.

Yukarıda bahsedilen ve projede taahhüt edilen Honda GX270 motoruna ait CVD (Kimyasal buhar biriktirme) kaplamadaki başarısızlık, numunelerdeki eksiklik, ön deneme olarak Samsun Segman Sanayi A.Ş.'ti ve Federal-Mogul A.Ş.'ye ait farklı segmanların test edilmesi, yine Honda GX-270 motoruna ait kaplaması kaldırılmış segman üzerine Barlok Metal A.Ş. tarafından yapılan gaz nitrürleme işleminin başarısız olması, Avrupa birliği Fransa-Lyon Triboloji merkezinde ve Güney Kore'nin Seul şehrindeki Yonsei Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Nano-Aşınma Merkezinde ileri yüzey analizleri tekniklerinin kullanılması nedeniyle ***iş paketlerinde önerilen tüm testler tekrar edilmek zorunda kalınmış***, sonuca varabilme açısından bilimsel somut veriler ve kıyaslama imkanı ortaya çıkmıştır. Proje çalışması yürütücü (Prof. Dr. Hakan KALELİ), Araştırmacı (Yrd. Doç. Dr. Levent YÜKSEK), Bursiyer Selman Demirtaş ile sürdürülmüş ve yoğun emek ve çalışmalar ile proje başarı ile tamamlanmıştır.

Kaplamadaki başarısızlık nedeniyle ilk etapta projede ön görülen B planına geçilmiştir. B planında Grafen nanopartikülleri kullanarak yağın katkı maddeleri ile kombine edilmesi suretiyle karıştırılarak motor deneylerinde ve tribotest cihazında tüm testler gerçekleştirilmiştir. Bu konuda uzman olan Sabancı Üniversitesi, Nanoteknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde görev yapan ve aynı zamanda *NANOGRAFEN* (Nano Teknolojik Ürünler Kimya ArGe Danışmanlık Sanayi ve Ticaret Limited Şirketi) sahibi Yrd. Doç Dr. Burcu Saner Okan vasıtası ile yağı grafen katığı ile *Termal Olarak Sıyrılmış Grafen Oksit (TEGO)* nanopartiküllerinin homojen dispersiyon çalışması başarı ile yapılmış, gerek tribometrede, gerekse motorda test edilmiştir. Sürtünen yüzeylerde ileri yüzey analizleri teknikleri yapılmıştır.

Projeye katkıda bulunmak amacıyla B planının yanında proje önerisinde yer almamakla birlikte C planı ve D planı da geliştirilmiştir.

Şöyleki;

C planı, Sabancı Üniversitesi, Nanoteknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde görev yapan ve aynı zamanda NANOGRAFEN (Nano Teknolojik Ürünler Kimya ArGe Danışmanlık Sanayi ve Ticaret Limited Şirketi) sahibi Yrd. Doç Dr. Burcu Saner Okan vasıtası ile kaplaması asit yoluyla kaldırılmış projemizdeki Honda GX 270 motoruna ait 2. segman "Thermally Exfoliated Graphene Oxide-Grade 1" ile yapılan elektrospreyleme yöntemi ile yüzeylerde multilayer (çok katmanlı) grafen kapladığı, Nanoteknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi tarafından onaylanmıştır. Tribometre deneyleri yapılmıştır.

D planı, Selçuklu-Konya'daki GrafenBioTech Nano Teknoloji Mühendislik San. ve Tic. Ltd. Şti.'den şirket müdürü Kimya Müh. Emre ÇITAK vasıtası ile kaplaması asit yoluyla kaldırılmış projemizdeki Honda GX 270 motoruna ait 2. segman CVD tekniği ile kullanılarak sentez yoluyla Grafen monolayer (tek katmanlı) büyütme bakır (Cu) folyo üzerine kaplanmış daha sonra grafen segman üzerine transfer edilmesi tek katman (mono layer) olarak başarılmıştır. Tribometre deneyleri yapılmıştır.

2. Gelişme raporunda ve sonuçlarda belirtildiği gibi aşağıdaki iş paketleri Tribometre ve Motor testleri ile yapılmıştır.

1. Kaplamasız segman (kaplaması asit yoluyla kaldırılmış segman),
2. Çinkofosfat kaplı segman,
3. Grafen kaplı segman yerine (Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik ticari motor yağına katılması).
4. Nitrürlenmiş segman.

Yoğun çalışmalar ve araştırmalar sonucunda 1. Gelişme raporu dönemi içerisinde Grafen kaplamasındaki teknik başarısızlık tespit edilmiş, projede taahhüt edilen Honda GX270 motoruna ait kaplaması kaldırılmış 2. Segmana ve krom kalplı 1. Segmana CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi kullanarak sırasıyla Çok Katmanlı (Multilayer) ve Tek Katmanlı olarak (Monolayer) olarak kaplanması projenin sonuç raporu döneminde sağlanmıştır. C ve D planına gerek kalmamıştır.

Bu kaplama çalışması Selçuklu-Konya'daki GrafenBioTech Nano Teknoloji Mühendislik San. ve Tic. Ltd. Şti.'den şirket müdürü Kimya Müh. Emre ÇITAK vasıtası ile gerçekleşmiş, Raman mikroskopu ile 532 nm dalga boyunda yeşil lazerle analiz edilmiş olup 1581 ve 1582 cm^{-1} bandlarındaki Raman pikleri ve 2D pikinin ise 2700 cm^{-1} bandında tespit edilerek onaylanmıştır. Tribometre, Motor deneyleri ve yağ analizleri yapılarak Grafen kaplamanın yüzeylerde koruma sağladığı ortaya çıkarılmıştır.

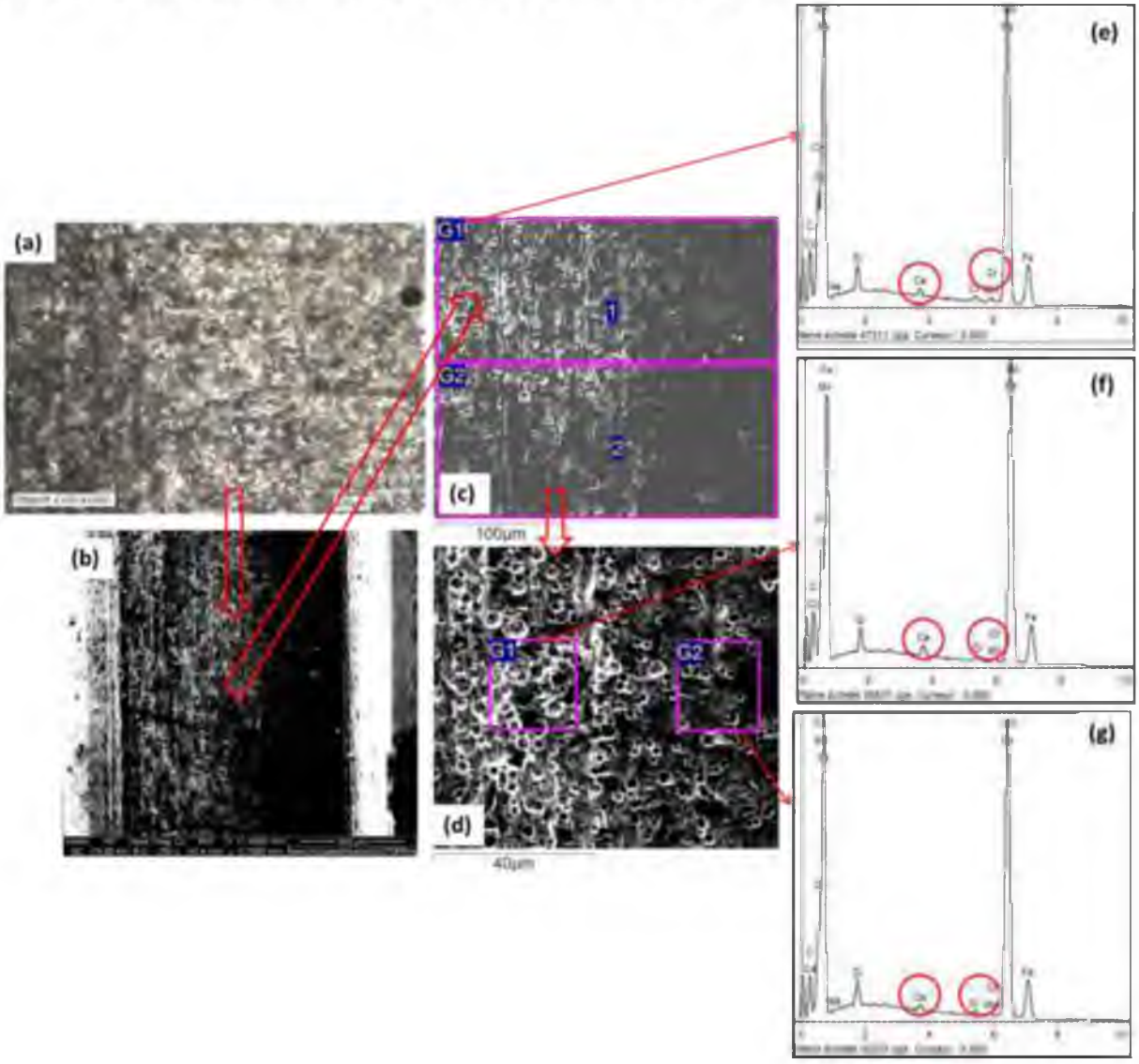
Dolayısı ile, CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) direk sentez metoduyla Grafen kaplı segmanları; kaplamasız (asit yoluyla kaplaması kaldırılmış) 2. Yağ segmanı, Gaz nitrürlü segman ve çinko fosfatlı segmanlar ile Tribometre ve Motor testlerini kapsayan (tribo sürtünme katsayısı, 3D dijital optik mikroskop, elektron mikroskobu (SEM-EDX), Atomik Kuvvet Mikroskobu, motor performans eğrileri, motoring deneyleri, yağ analizler) tüm analizler ile kıyas edilmiştir.

Böylece projede taahhüt edilen tribometre ve motor testlerinde yapılmak üzere iş paketlerinde önerilen testler ve ek olarak B planı dahil:

1) Kaplamasız segman (kaplaması kaldırılmış segman),
2) B planındaki Grafen kaplı segman yerine (Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik ticari motor yağına katılması),
3) Nitrürlenmiş segman,
4) Çinkofosfat kaplı segman,
5) CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) direk sentez metoduyla Grafen kaplı segman,

testleri yerine getirilmiş, kıyaslanmış ve sonuçlar değerlendirilmiştir.

3.1 Test Öncesi Tribometrede ve Motorda kullanılan Segmanlar



(e) G1

Element	%Mass	%Atomic
C	11,37	32,49
O	7,77	16,66
Na	0,26	0,39
Si	1,23	1,51
Ca	0,55	0,47
Cr	0,62	0,41
Mn	0,6	0,37
Fe	77,6	47,7
Total	100	

(f) G1

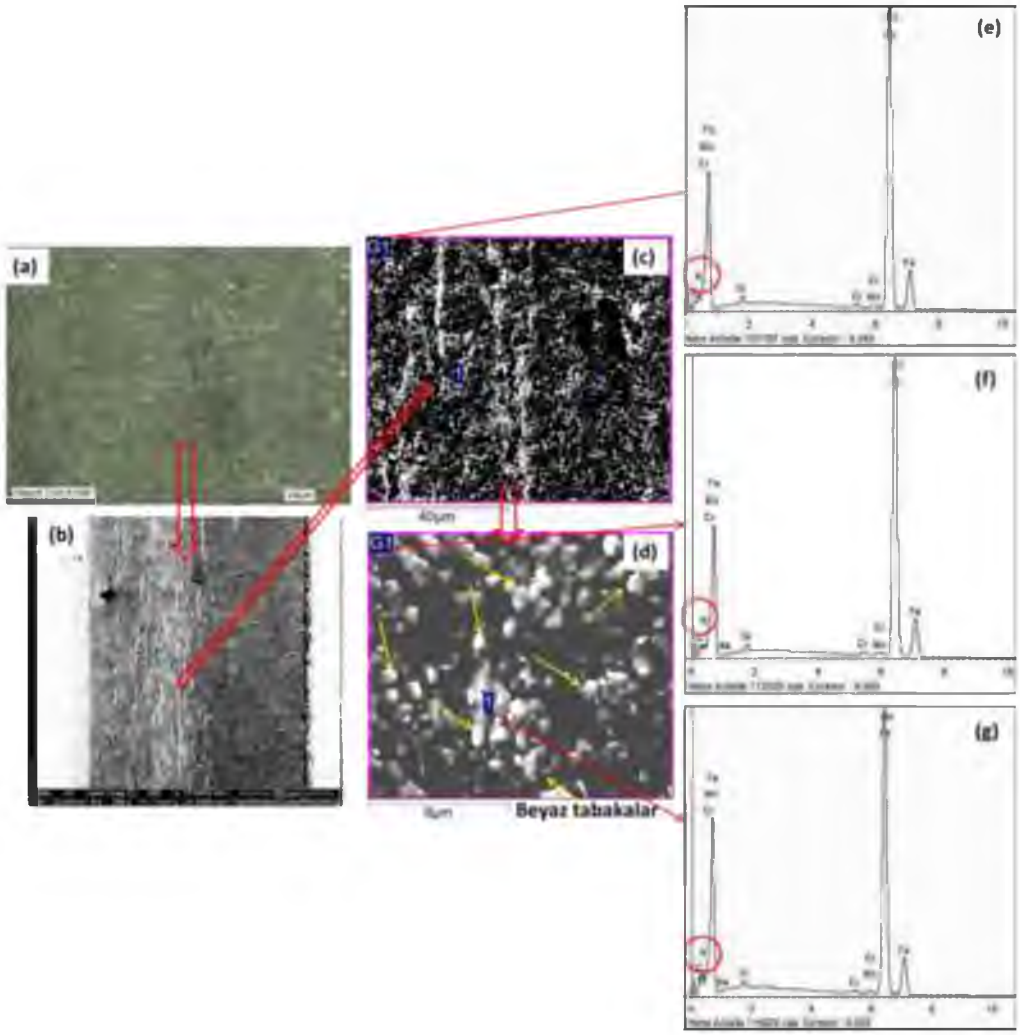
Element	%Mass	%Atomic
C	11,1	31,77
O	8,19	17,61
Si	1,16	1,42
Ca	0,74	0,63
Cr	0,65	0,43
Mn	0,57	0,36
Fe	77,59	47,78
Total	100	

(g) G2

Element	%Mass	%Atomic
C	9,85	30,22
O	5,49	12,65
Na	0,26	0,42
Si	1,31	1,72
Ca	0,41	0,38
Cr	0,61	0,43
Mn	0,66	0,44
Fe	81,41	53,74
Total	100	

Şekil 14. (Magnezyum alaşımlı Baryum (Ba) kaplaması) asit yöntemiyle kaldırılmış 2. yağ segmanı; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizleri ve G1 ve G2 noktalarındaki element dağılımı.

Şekil 14 Çinko fosfat kaplaması (veya magnezyum Baryum (Ba) kaplaması) asit yöntemiyle kaldırılmış 2. yağ segmanını göstermektedir. Orijinal yüzey formunun korunduğu, küresel grafitli dökme demir yapısında ***Fe, C, Mn, Si ile birlikte Ca ve Cr*** tesbit edilmiştir. Zn, P, S, Ba, Mg ve Cu tamamen kaldırılmıştır. Tribometre ve yapılan motor testlerinde bu segman kullanılmıştır. Dolayısı ile sonuca gitmede ve karşılaştırmada önemli yol katedilmiş ve bulgular elde edilmiştir. 2. Segmandaki kaplamanın kaldırılması Kimyasal yöntemle yüzeye zarar vermeden yapılmıştır. Bu konuda İLVE Kimya San. Tic. Ltd. Şti. Tuzla – İstanbul'dan Kimya Mühendisi Vedat Özgöz'den destek alınmıştır. %50 su, %50 HCl ve %1 asit inhibitöründe maksimum 5 dakika süreyle segman bekletilmiş, ardından pas önleyici Z101 ve %2 suda 1 kaç dakika durulanarak antistatik bezle hemen kurutulmuştur. Üzerindeki kaplama tamamen kalkmış, metalik görüntüsü ortaya çıkmıştır.



(e) G1

Element	Weight%	Atomique%
C	6.5	19.94
N	9.06	23.82
Si	0.8	1.05
Cr	0.52	0.37
Mn	0.64	0.43
Fe	82.48	54.39
Totals	100	

(f) G1

Element	Weight%	Atomic%
C	9.05	26.42
N	8.33	20.85
Na	0.38	0.57
Si	0.78	0.97
Cr	0.5	0.34
Mn	0.64	0.41
Fe	80.33	50.44
Totals	100	

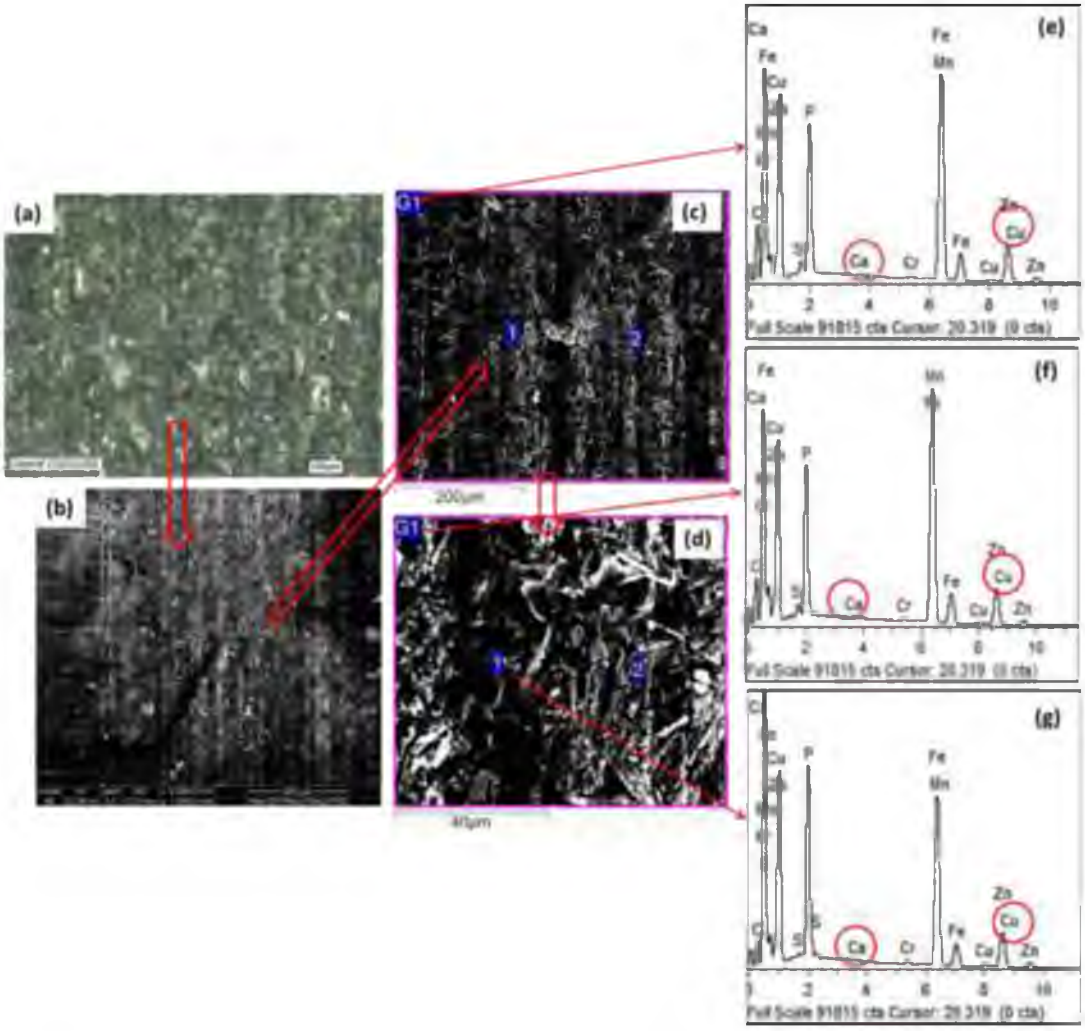
(g) 1

Element	Weight%	Atomic%
C	12.12	31.07
N	12.01	26.4
Na	0.44	0.59
Si	0.64	0.7
Cr	0.41	0.24
Mn	0.55	0.31
Fe	73.83	40.7
Totals	100	

Şekil 15. Alper Isıl İşlem San. ve Tic. A.Ş. tarafından Nitrürle kaplanmış 2. Segman; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizleri ve G1 ve 1 noktalarındaki element dağılımı.

Şekil 15 Alper Isıl İşlem San. ve Tic. A.Ş. tarafından Nitrürle kaplanmış 2. segmanı detaylı göstermektedir. Küresel grafitli dökme demir yapısında Fe, C, Mn, Si ile birlikte Cr, kırmızı halkalar işe gösterilen azot (N) pikleri tesbit edilmiştir. Yüzeyde sarı oklarla gösterilen

dairesel beyaz tabakalar oluşmuş, küresel grafiti kaplamıştır. G1 ve 1 noktalarında da yoğun miktarda azot (N)'a rastlanmıştır.



(e) G1

Element	Weight%	Atomic%
C	20.22	37.42
O	29.37	40.79
Si	0.57	0.45
P	7.06	5.07
Ca	0.11	0.06
Cr	0.32	0.14
Mn	0.27	0.11
Fe	28.51	11.34
Cu	0.62	0.22
Zn	12.94	4.4
Totals	100	

(f) G1

Element	Weight%	Atomic%
C	17.93	34.6
O	28.57	41.39
Si	0.52	0.43
P	7.09	5.31
Cr	0.37	0.17
Mn	0.31	0.13
Fe	32.39	13.44
Cu	0.59	0.22
Zn	12.22	4.33
Totals	100	

(g) 1

Element	Weight%	Atomic%
C	8.22	20.79
O	19.15	36.38
Si	0.72	0.78
P	8.13	7.98
Cr	0.64	0.37
Mn	0.63	0.35
Fe	54	29.39
Cu	0.59	0.28
Zn	7.92	3.68
Totals	100	

Şekil 16. ZnP (çinko fosfat kaplı 2. Segman) (a) Optik mikroskop, (b), (c) ve (d) SEM, (e), (f) ve (g) X-Ray analizleri ve G1 ve 1 noktalarındaki element dağılımı.

Şekil 16 ZnP kaplı segmanı detaylı göstermektedir. Küresel grafitli dökme demir yapısında Fe, C, Mn, Si ile birlikte Ca, Zn, Cu, P ve S tesbit edilmiştir.

3.2 CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) Direk Sentez Metoduyla Projenin Sonuç Döneminde Başarılan Grafen Kaplı 2. Segman.

Projenin 1. Gelişme Raporundaki başarısızlık nedeni GrafenBioTech Nano Teknoloji Mühendislik San. ve Tic. Ltd. Şti. tarafından saptanmıştır. Bunlar genel olarak basınç farkı, gaz debisi, kullanılan karbon kaynağı, deney süresi ve soğutma aşamalarıdır.

3.2.1. Atmosferik Basınç CVD (APCVD-Atmospheric Pressure CVD-*Eski* Uygulama)

Grafen kaplama proseslerinde kaplamasız 15 mm uzunluğunda segman numuneleri CVD (Chemical vapor deposition - Kimyasal buhar biriktirme) yöntemi ile Grafen kaplama işlemine tabi tutulmuştur. Atmosferik basınçta yapılan çalışmada, kaplama prosesi yüksek sıcaklıklı, normal hava basıncında çalışan fırında 900 °C sıcaklıkta yapılmıştır. Proseste öncelikle segman numuneleri 900 °C sıcaklığa kadar 1 lt/dk'lık argon akısı (Ar) ve 100 cc/dk'lık hidrojen (H2) akısı ile ısıtılmıştır. Sıcaklık, 900 °C'ye ulaştığında bu sıcaklıkta yüzeylerin temizlenmesi ve oksidasyondan arınması için 20 dakika beklenmiştir. 20 dakika sonra ise metan gazı (CH4) 10 cc/dk akı ile fırının içerisine verilmiştir. Burada metanın içindeki hidrojen ve karbon bağları koparılarak yüzeyde karbonların kalması sağlanmıştır. Metan 25 dakika süre ile verildikten sonra fırının ısıtması ile metan aynı anda kapatılarak numuneler hidrojen ve argon akısında soğumaya bırakılmıştır.

Argon gazı inert bir gaz olup proseste herhangi bir tepkimeye girmemekte ve sadece kontaminantların (normalde bulunmayan, dışardan karışabilen, bulunması istenmeyen madde veya madde karışımlarının) fırın içerisinden ve yüzeylerden uzaklaştırılmasında kullanılmaktadır. Fırının sıcaklığı 550 °C'ye düştüğünde numuneler her bir çekiş 2.5 cm/dk olacak şekilde 8 adımda fırından dışarıya çıkarılarak atmosferik koşullarda soğumaya bırakılmıştır. Fırın sıcaklığı 450 °C'ye düştüğünde argon ve hidrojen gazları kapatıldıktan sonra quartz tüp içindeki numuneler optik mikroskop analizi için dışarıya çıkarılmıştır.

3.2.2. Düşük Basınç CVD (LPCVD-Low Pressure CVD-Yeni *Başarılı* Uygulama)

Temizleme İşlemi

İlk önce segman numunesi bir pens yardımı ile tutularak, Hegzan dolu bir beher içerisine konulur. Beher ultrasonik banyoya alınarak 10 dk ultrasonik güce maruz bırakılır. Daha sonra azot ile kurutulur.

Sentez İşlemi

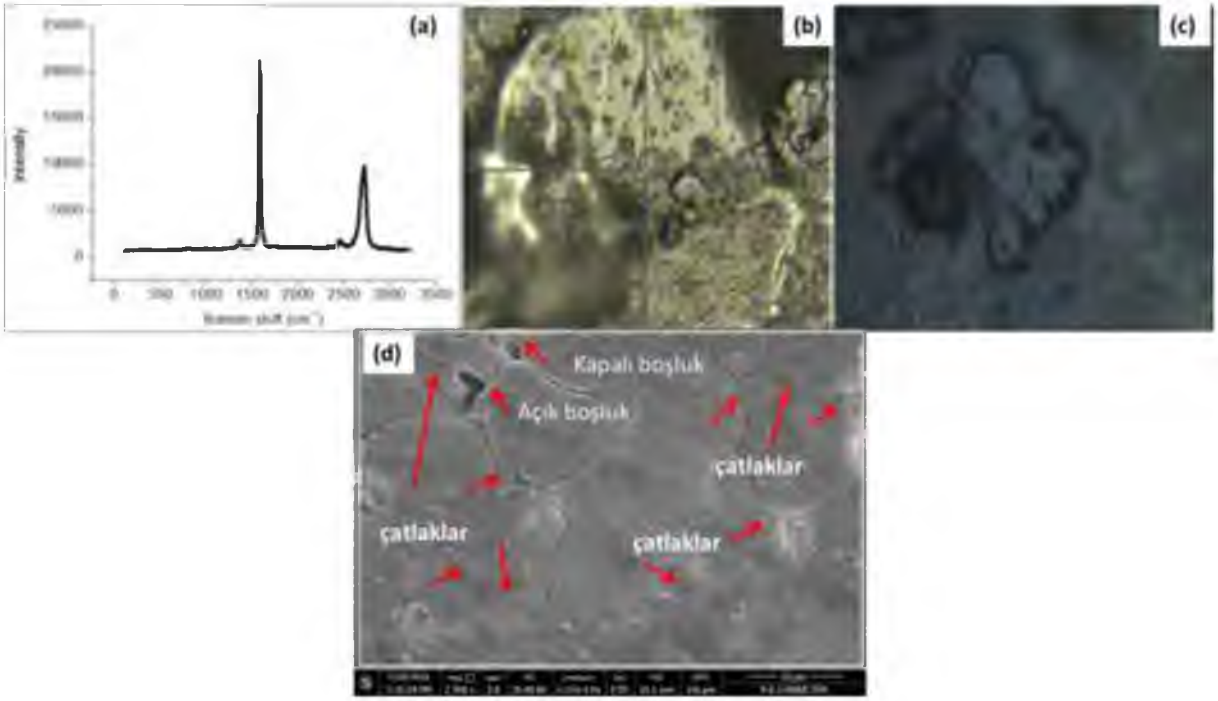
Kurutulan segman numuneleri bir kuvarz bot yardımı ile Kimyasal Buhar Biriktirme reaktörünün içerisine beslenir. Reaktörün giriş ve çıkışları kapatılarak vakuma alınır. Ortam basıncı 5 mtorr'dur. Vakuma alındıktan sonra içeriye 10 sccm hidrojen beslenir ve 10 dk tutulur. Daha sonra fırın sıcaklığı 950°C'ye ayarlanır. İstenilen sıcaklığa geldikten sonra hidrojen gazı kesilir. İçeriye hexan buharı verilir. Hexan buharı verildiğinde reaktör basıncı 0,3 Torr olur. Hexan buharı ile birlikte 10 dk sentez yapılır. Daha sonra fırın kapatılarak sıcaklığın 800°C'ye düşmesi beklenir. Sıcaklık düştüğünde hexan buharı da kesilir ve hidrojen gazı beslenir. Fırın ray yardımı ile sağa doğru kaydırılır. Reaktörün hızlı soğutulması sağlanır. Reaktör oda sıcaklığına düştüğünde hidrojen gazı kesilerek ortam vakuma alınır. 2 dk sonra vakum kırılarak numuneler reaktör dışına alınır. Atmosferik Basınç ve düşük basınç yöntemi arasındaki farklar Tablo 3'de verilmiştir

Tablo 3. CVD ile grafen kaplamada Atmosferik Basınç ve düşük basınç yöntemi arasındaki farklar

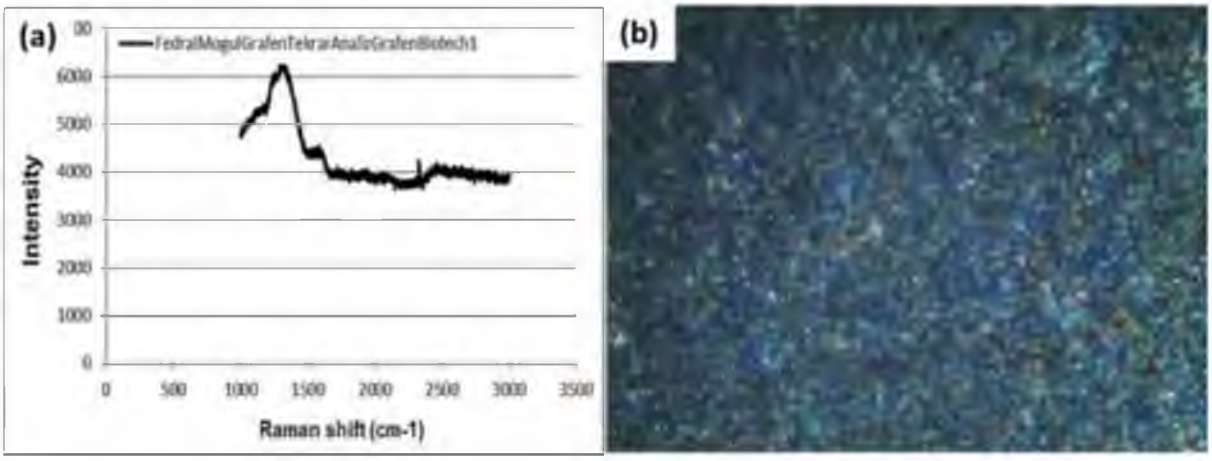
Deney Metodu	**Atmosferik Basınç CVD (APCVD)** ***Eski Uygulama***	**Düşük Basınç (LPCVD)** ***Yeni Başarılı Uygulama***
Sıcaklık	**900°C**	**950°C**
Basınç	**760 Torr kabul edilmiştir. Basınç ortam şartları, rakım, sıcaklığa göre değişmektedir.**	**10 mTorr**
Kullanılan Ön-Saflaştırma Gazı	**Argon ve Hidrojen**	**Hidrojen**
Ön-Saflaştırma Gazı Debisi	**1000 sccm H_2 ve 100 sccm Ar**	**10 sccm H_2**
Tavlama Süresi	**20 dakika**	**Tavlama yok**
Kullanılan Karbon Kaynağı	**Metan (CH_4)**	**n-hexan ($CH_3(CH_2)_4CH_3$)**
Karbon Kaynağı Yapısı	**Tek Karbonlu-Düzgün Dörtyüzlü**	**6 karbonlu Doğrusal yapı**
Grafen oluşumu için gerekli olan molekül miktarı	**6 mol**	**1 mol**
Deney Süresi	**25 dk**	**10 dk**
Soğutma Aşaması	**Fırın içerisinde 550 dereceye kadar yavaş daha sonra Raylı sistem ile fırın içerisinden numuneler çıkarılır. Daha sonra numuneler oda sıcaklığına düşene kadar beklenir. Numuneler alınır.**	**Fırın içerisinde 800 dereceye kadar yavaş soğutma yapılır. Hexan bu esnada verilir. Daha sonra fan yardımı ile hızlı soğutma yapılır. Hızlı soğutma işleminde hexan buharı kesilir.**

Grafen Sentezinde, reaktör koşulları sentez kalitesine çok büyük etkileri bulunmaktadır. Sentez ortamının basıncı, sentez sıcaklığı, sentez süresi, kullanılan karbon kaynağı gibi parametreler çok büyük önem arz etmektedir. LPCVD ile Grafen sentezi düşük basınçta gerçekleşmektedir. Sentez öncesi reaktör basıncı 5-10 mtorr'a kadar inmektedir. Vakum'a alınmasının amacı Ortalama Serbest Yolun azalması ile moleküllerin çarpışma katsayısı azalmaktadır. Bu da moleküller istenilen hedefe giderken daha az engelle karşılaşarak daha az yol katetmesi demektir. Ortamı kapalı bir kap olarak düşünürsek ortamdaki basınç ne kadar yüksek olursa moleküllerin kinetik enerjisi yüksek olacak ve birbirlerine o kadar fazla çarpacaktır. Ortamdaki basınç ne kadar az olursa moleküllerin kinetik enerjisi o kadar az olacak ve moleküller o kadar az çarpışacaktır. Ortamı vakuma aldığımızda, ortamdaki çarpışan molekül sayısını azaltırız. Bu sayede çarpışacak molekül sayısının azlığı ve kinetik enerjinin azlığı ile ortama gönderdiğimiz moleküller hedef yüzeye çarpışacak moleküllerin azlığı nedeniyle daha kolay yol alacaktır. APCVD'deki basınç ile LPCVD'deki basınç arasında 76000 (760000mtorr/10mtorr) kat basınç farkı vardır. Bu durumda ortama gönderdiğimiz karbon moleküllerinin bakır yüzeyine veya metal yüzeye tutunma ihtimalini arttırmaktadır. Bakır veya metal üzerinde moleküller tutunur ve daha kolay bir şekilde reaksiyon gerçekleşir. İki yöntem arasındaki en büyük fark basınç etkisidir.

İki reaksiyon yöntemi arasında sıcaklık farkı bulunmaktadır. APCVD'de 900°C'de reaksiyon gerçekleşir iken LPCVD'de 950°C gerçekleşmektedir. Yüksek sıcaklıkta demirin karbon çözünürlüğü ve yüzey adsorbsiyonu (tutunması) daha da artmaktadır. APCVD yönteminde düşük sıcaklıkta yüzey üzerinde küçük alanlarda Grafen oluşumu gerçekleşmiştir. Sıcaklığın yükselmesi Grafen pulcuğunun alanının artmasını sağlamaktadır.



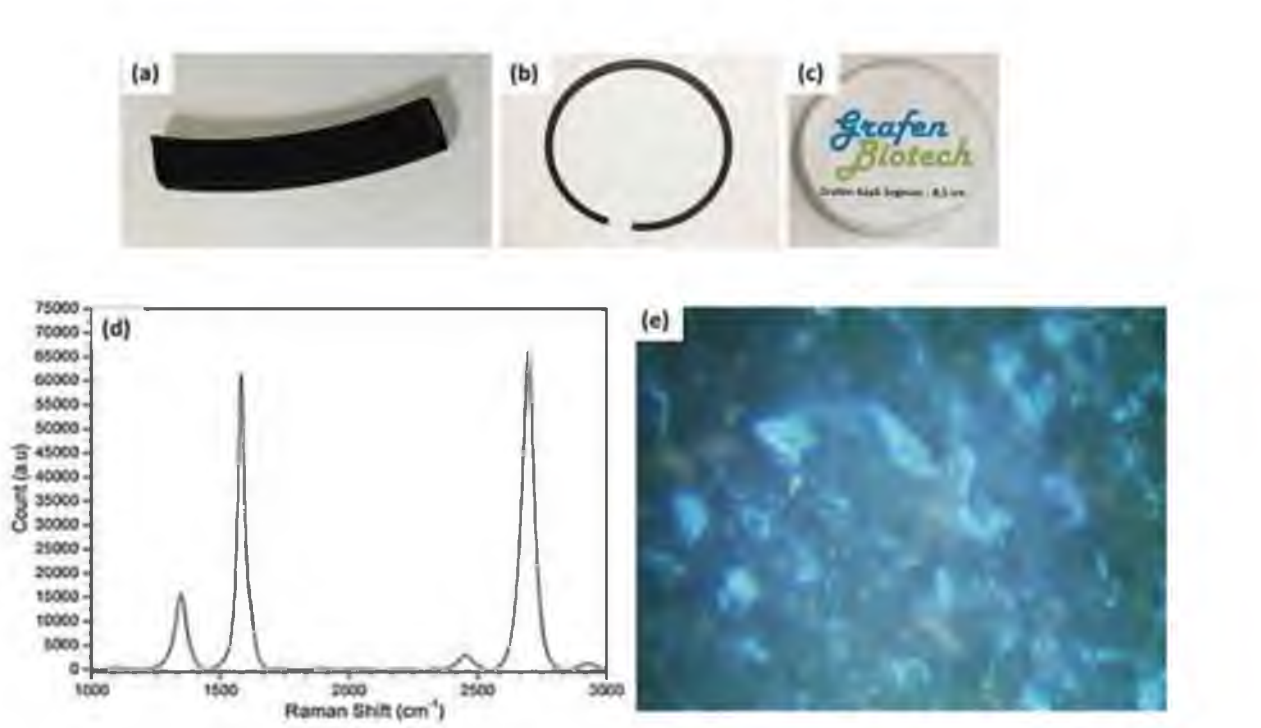
Şekil 17. APCVD metodu ile elde edilen Grafen kaplamasının (a) Raman Spektroskopisi, (b) Raman mikroskobu, (c) Optik mikroskop (d) SEM sonuçları.



Şekil 17. (a) APCVD metodu ile elde edilen Grafen kaplamasının (a) Raman Spektroskopisi, (b) Raman mikroskobu sonuçları.

Şekil 17 (a) ise Federal Mogul firmasına ait Grafen oluşumunun başarısızlığını göstermektedir. Elde edilen sonuçlara G pikin şiddeti 445 D pikinin şiddeti 1123 bulunmuştur. 2700 bandında meydana gelen 2D pikinin gözükmemesi sebebiyle hesaplanamamaktadır. Elde edilen spektranın literatürdeki çalışmalara göre karşılaştırıldığında D pikinin G pikinden büyük olması ve 2D pikinin gözükmemesi sebebiyle amorf karbona benzemektedir. Literatürdeki çalışmalarda kusur yoğunluğu D pikinin G pikine oranlanması ile bulunmaktadır (Wang vd. (2005). Bu sebeple I_D/I_G 1123/445 oranlandığında

2,52 bulunmaktadır. Bu oran üretilen grafenin yüzeyinde yapısal kusurlar, bozulmalar, büzüşmeler bulunduğunu göstermektedir.



Şekil 18. CVD çok katmanlı (multilayer) grafen kaplı (a) 2. küçük segman (b) 2. bütün segman (c) GrafenBioTech Ltd. şirketi tarafından kaplanmıştır (d) Çok katmanı gösteren Lazer Raman sonucu, (e) Raman Mikroskobu.

Şekil 18 Projemizde kullanılan Honda GX270 motoruna ait kaplaması asit yoluyla kaldırılmış CVD çok katmanlı (multilayer) grafen kaplı Tribometrede kullanılan 15mm uzunluğunda kesilmiş 2. küçük segmanı ve Motor deneylerinde kullanılmak üzere bütün segmanı göstermektedir.

Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman Selçuklu-Konya'daki GrafenBioTech Nano Teknoloji Mühendislik San. ve Tic. Ltd. Şti.'den şirket müdürü Kimya Müh. Emre ÇITAK vasıtası ile gerçekleşmiş, Şekil 18 (d)'de görüldüğü gibi Raman mikroskopu ile 532 nm dalga boyunda yeşil lazerle analiz edilmiş olup 1581 ve 1582 cm^{-1} bandlarındaki Raman pikleri ve 2D pikinin ise 2700 cm^{-1} bandında tespit edilerek onaylanmıştır.

LPCVD-Low Pressure CVD ile yapılan bu başarılı uygulama substrat yüzeyi daha homojen kaplanmıştır. Bu duruma neden olarak Şekil 18 (e)'de gözlemlenen homojen yapıdır. Buradaki Raman Optik mikroskop görüntülerinde siyah olan yapılar grafeni işaret etmektedir.

Siyah olan alanlardan elde edilen Raman Spektrumlarında çift tabakalı Grafen spektrumu elde edilmiştir. Tabaka sayısı N1: I_{2D}/I_G: 66215/61225 olarak hesaplandığında 1,08 olarak bulunmuştur. Literatür incelendiğinde elde edilen Grafen spektrumlarında tabaka sayısının 2 tabakalı olduğu kanısına varılmıştır.

LPCVD yönteminde, APCVD yöntemine göre daha az debide ön saflaştırma gazı kullanılmaktadır. APCVD yönteminde toplam olarak 1100 sccm gaz kullanılırken, LPCVD yönteminde toplam olarak 10 sccm gaz kullanılmaktadır. APCVD'de Ön saflaştırma gazının fazla kullanılmasının amacı ortamda bulunan gaz moleküllerinin ortalama serbest yolu, LPCVD'ye göre daha fazla olması nedeniyle, ortama verilen gaz molekülünün substrat üzerine temas etme ve etkileme oranının az olmasıdır. LPCVD yönteminde 10 sccm hidrojen hazı ile bu durum sağlanabilmekte ve substrat yüzeyi temizlenebilmektedir. Fazla akış hızları aynı zamanda yüzey pürüzlülüğünü atomsal boyutta arttırmaktadır. Yüzey pürüzlülüğü Grafen pulcuklarının genişliğini azaltmaktadır. Grafen pulcukları yüzeydeki çukur ve boşluklar arasında oluşum eğilimi göstermektedir. Yüzey pürüzlülüğü az olduğunda Grafen tabakaları daha düz bir ortamda oluşarak genişliği artmaktadır.

Aynı zamanda kullanılan malzemenin miktarı arttıkça ortalama maliyet artmaktadır. Yüzeye temas eden molekül miktarının az olması sebebiyle verim düşmekte ve daha fazla malzeme harcanmakta ve atık olarak doğaya karışmaktadır.

LPCVD yönteminde sadece hidrojen gazı kullanılması ile yüzey üzerindeki oksit grupları daha fazla miktarda azaltılmıştır. Argon gazı hidrojen gazını seyreltmesi sebebiyle tercih edilmemiştir.

LPCVD (Düşük Basınç) metodunda tavlama işleminin yapılmamasının nedeni, reaktör ortamının 950 dereceye çıkarken hidrojen gazı ile birlikte tavlanması nedeniyle tercih edilmemiştir. Bu durum toplam reaksiyon süresini azaltmıştır.

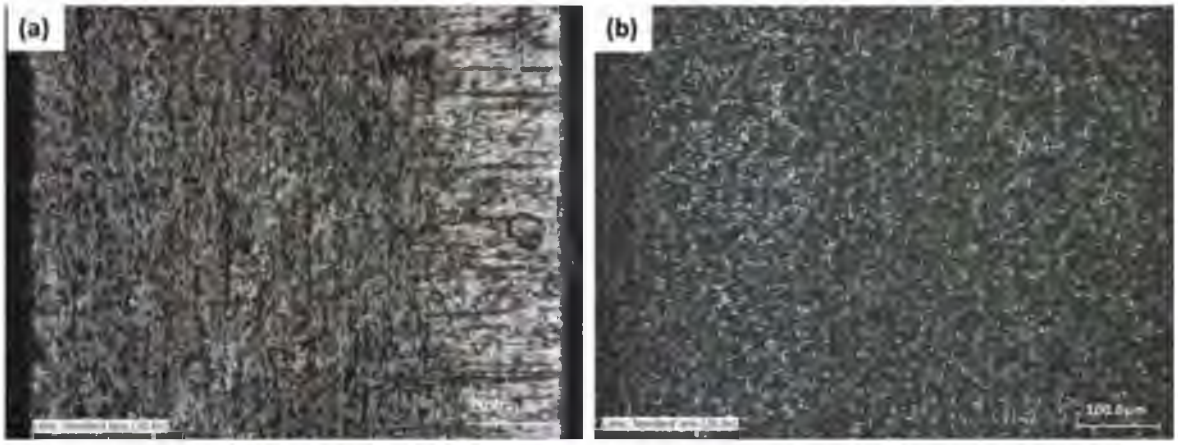
Karbon kaynağı olarak metan yerine n-hexan kullanılmıştır. N-hexan yapısının doğrusal 6 karbonlu olması ile 6 karbonlu Grafen halkasını oluşturmasının kolay olması sebebi ile tercih edilmiştir. Metan'ın tek karbon olması, 6 mol malzemenin bir araya gelerek Grafen molekülünü oluşturması aktifleşme enerjisi sebebiyle daha düşük olmaktadır. N-hexan'da molekülün baş ve ucundaki birer hidrojen atomu koparak birbirine bağlanmaktadır. Metanda ise 6 adet kararlı moleküldeki hidrojen atomları kopmak zorundadır. Bu sebeple aktifleşme enerjisi yüksek olmaktadır.

APCVD'de reaksiyon süresi 25 dk, LPCVD'de 10 dk olarak gerçekleşmiştir. LPCVD'de yapılan 10 dk ve 30 dk'lık sentez sürelerinde süre arttığında Grafen tabakasının arttığı gözlemlenmiştir. Bu sebeble sentez süresi 10 dk olarak seçildiğinde istenilen az tabakalı Grafen kolaylıkla elde edilebilmektedir.

Soğutma hızı özellikle yüksek termal iletkenliği olan malzemelerde çok önemli bir parametredir. Kullanılan malzemenin demir olması sebebiyle karbon çözünürlüğü yüksektir. Bu durum sentez süresi, sıcaklık ve soğutma hızı açısından büyük önemlilik arz etmektedir. APCVD'de metan gazı 25 dk sonunda kesilmiş ve malzeme yavaş soğumaya bırakılmıştır. Bu esnada karbon atomları demir yüzeyinin içine difüzlenmiştir. Bu sayede yüzey üzerinde zig-zag şeklinde çok tabakalı, küçük alanlarda Grafen tabakaları gözlemlenmiştir.

LPCVD ile 800ºC'ye kadar yavaş soğutulmuş ve bu esnada karbon kaynağı verilmeye devam etmiştir. Bu durumun APCVD'ye göre avantajı karbon ilavesi ile birlikte yüzey üzerinde Grafen oluşumuna devam etmesi ve bekleme esnasında çok tabakalı yapıların oluşmasının engellenmesidir. 800ºC'de hızlı soğutma ile birlikte, demir yüzeyine difüzlenmeden yüzey üzerinde kalıp halinde kalması sağlanmıştır. Fan sistemi hızlı soğutma hızını arttırmıştır.

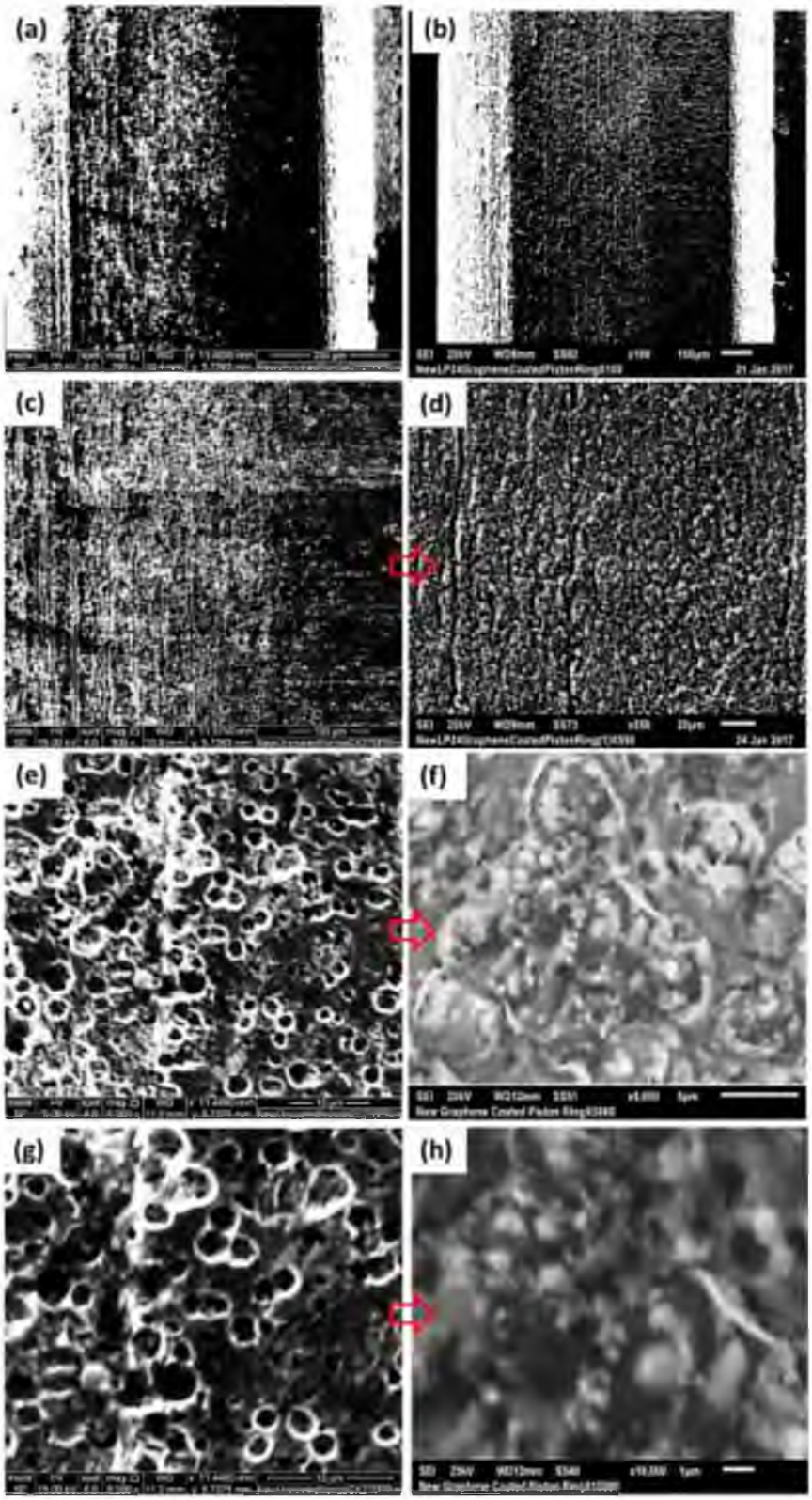
Malzemenin üzerinde az bir miktar kalsiyum bulunmaktadır. Literatürdeki çalışmalarda Ca elementinin üzerinde sentez olması ile ilgili bir bilgi bulunmamaktadır. Kalsiyum elementi 2A grubunda olan bir elementtir. Bu sebeble karbon ile direkt olarak reaksiyona girmektedir. SEM-EDX sonuçlarına göre Ca oranının Kaplaması kaldırılmış segmanda 3 farklı yerden alınmış spektrumlarında, %0,47, %0,63, % 0,38 oranlarında olması sebebiyle Grafen kaplanmasına engel teşkil etmemiştir.



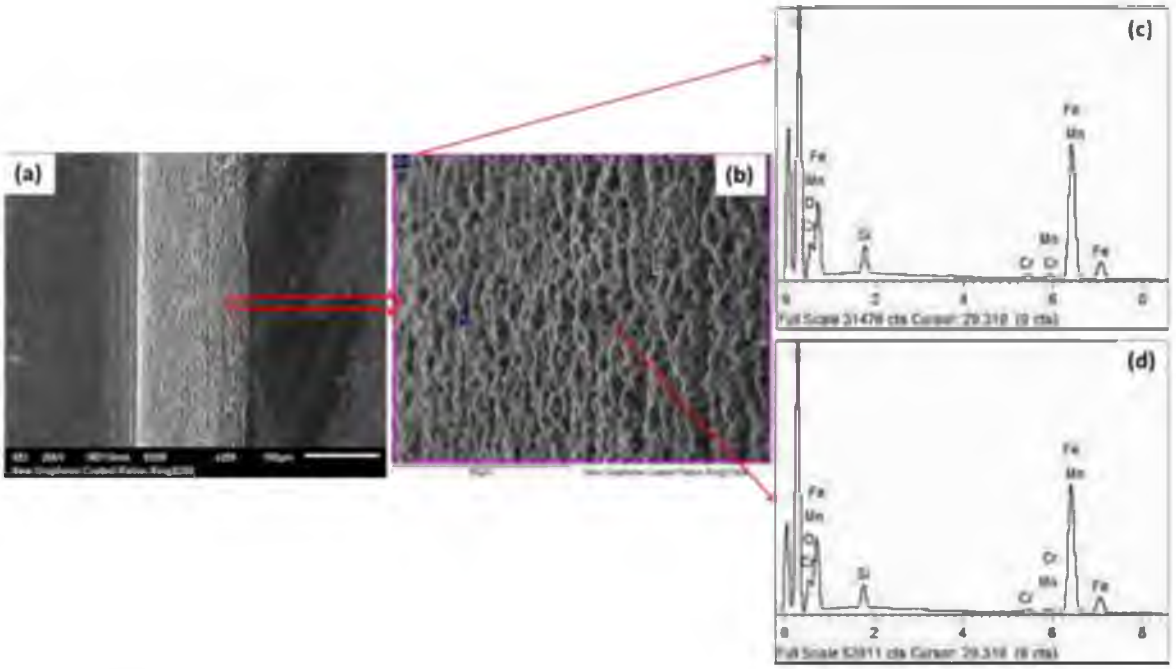
Şekil 19. Kaplamasız ve CVD direk sentez yöntemiyle Grafen kaplamalı katmanlı (multilayer) 2. Segman. (a) Kaplamasız segman optik mikroskobu (b) Grafen kaplamalı 2. segman optik mikroskobu.

Şekil 19 Kaplamasız ve CVD direk sentez yöntemiyle Grafen kaplamalı katmanlı (multilayer) 2. Segmanın optik mikroskobunu göstermektedir.

Şekil 19 (b) ve Şekil 20 (b, d, f, h) Grafen kaplama prosesi sonrasında segman yüzeydeki küresel grafitlerin oluşturduğu poröz yapı kapandığını ve bunun yerini tüm yüzeyi kaplayan daha koyu renkli homojen bir yapı ortaya çıktığını göstermektedir.



Şekil 20. Honda GX270 motoruna ait kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segmanın Grafen kaplama öncesi (a, c, e, g) ve Grafen kaplama sonrası (b, d, f, h) Taramalı Elekron Mikroskobu (SEM) görüntüleri.

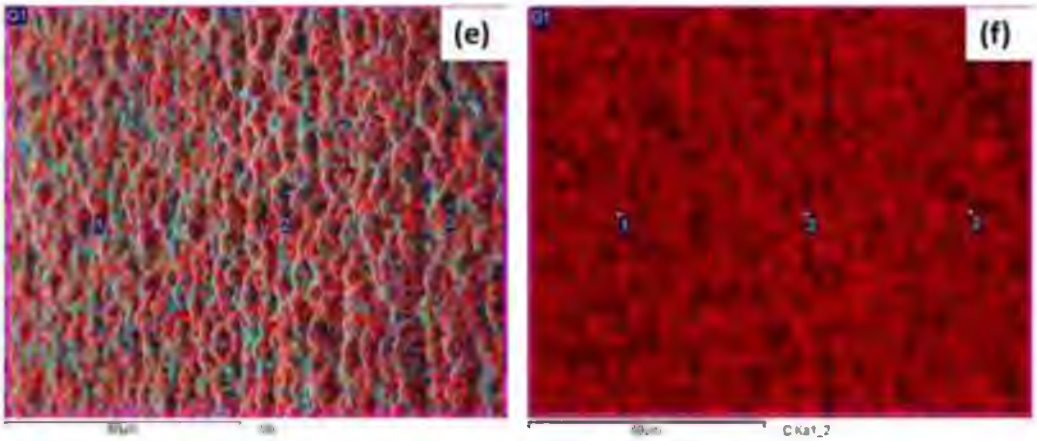


(c) G1

Element	Weight%	Atomic%
C K	132.81	80.77
O K	25.99	11.86
Si K	2.46	0.64
Cr K	0.99	0.14
Mn K	1.29	0.17
Fe K	49.06	6.42
Totals	212.6	

(d) 2

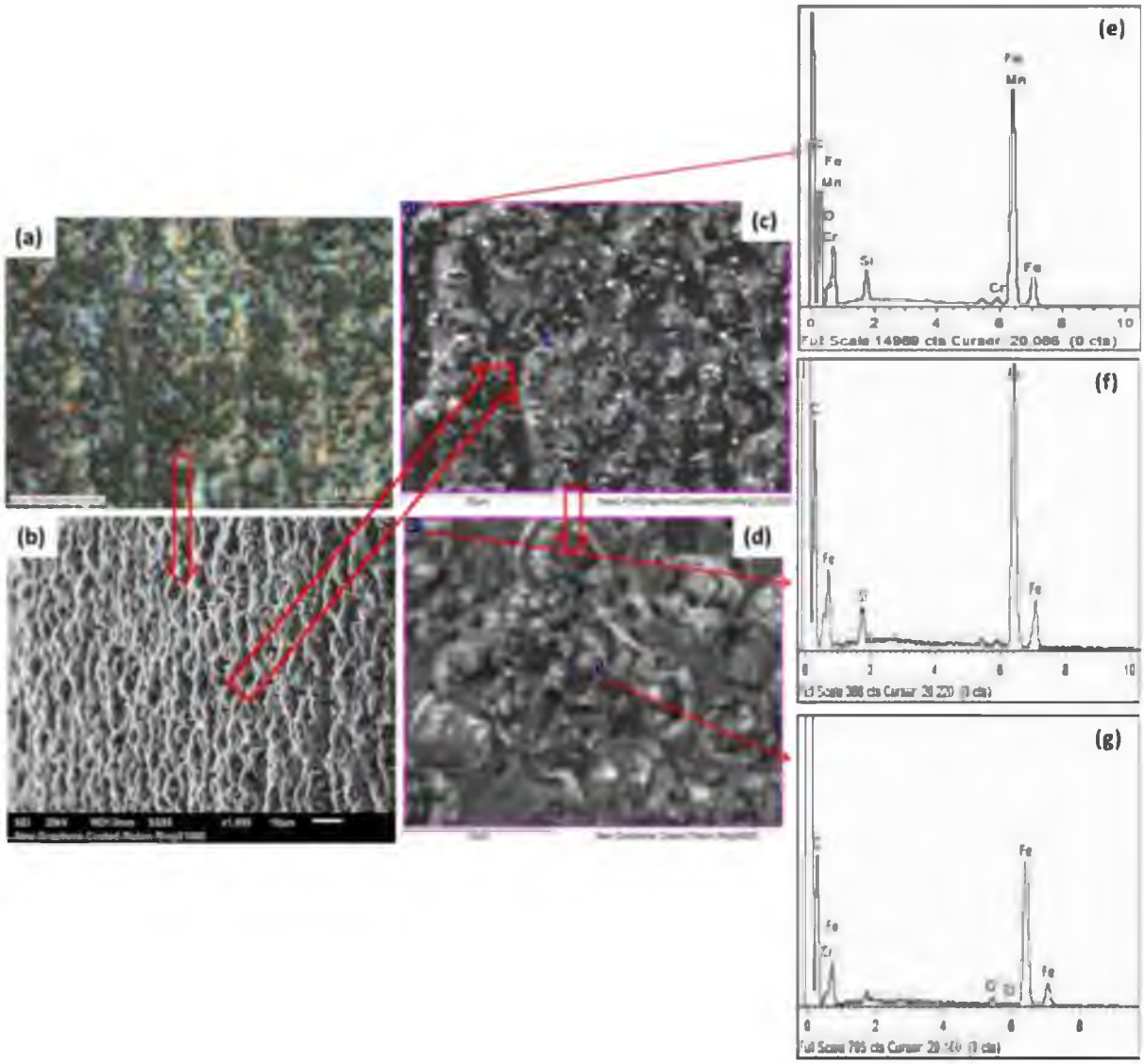
Element	Weight%	Atomic%
C K	213.7	81.38
O K	40.14	11.47
Si K	3.36	0.55
Cr K	1.49	0.13
Mn K	1.88	0.16
Fe K	77.08	6.31
Totals	337.64	



Şekil 21. Honda GX270 motoruna ait 2. Segmanın Grafen kaplama sonrası test öncesi (a), (b) S.E.M.; (c), (d) X-Ray analizleri ve G1 ve 2 noktalarındaki element dağılımı, (e) Genel haritalama (mapping), (f) Karbon haritalama (mapping).

NOT: Genel haritalama (mapping) ve Element haritalama (mapping); elektron mikroskobu (SEM) ile alınan görüntü, EDX'de X-Ray ışınları ile INCA mikroanaliz programına bağlı olarak algılanmakta ve "SMART MAP" kullanarak tüm elementsel dağılım ölçülmektedir.

Şekil 21 Honda GX270 motoruna ait 2. Segmanın Grafen kaplama sonrası test öncesi S.E.M., X-Ray analizi ve G1 ve 2 noktalarındaki element dağılımı, Genel haritalama (mapping) ve Karbon haritalamayı (mapping) göstermektedir. Burada C (karbon) miktarının yüksek miktarda çıkması Grafen kaplamasının yoğun olduğunu haritalamada da homojen dağılımını göstermektedir. Karbon miktarı kaplamasız segmana göre kütlesel olarak 12 kat, %sel olarak 2.58 kat artmıştır.



(e) G1

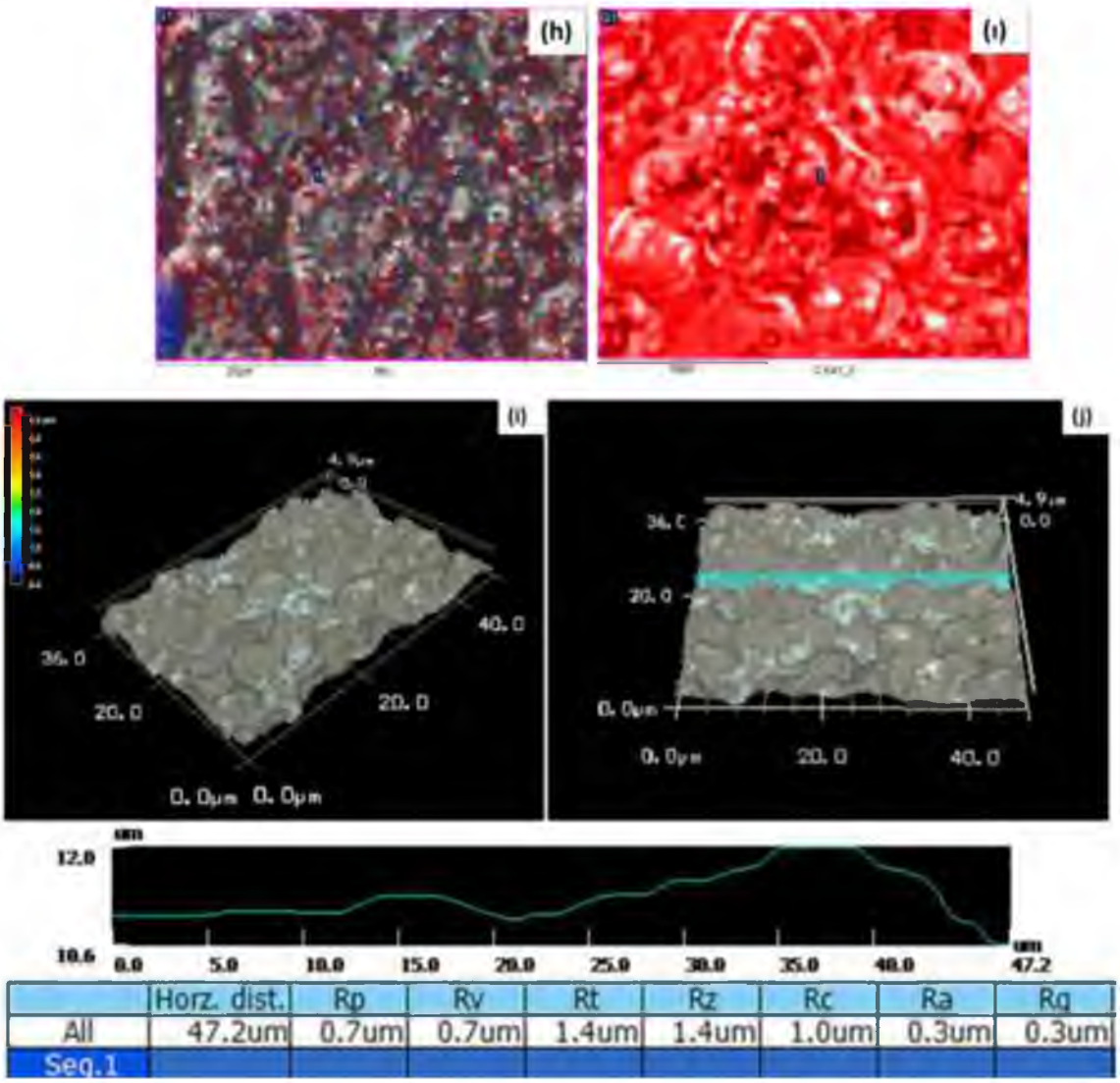
Element	Weight%	Atomic%
C K	39.06	74.29
O K	6	8.57
Si K	1.51	1.23
Cr K	0.51	0.22
Mn K	0.78	0.33
Fe K	37.55	15.36
Totals	85.42	

(f) G1

Element	Weight%	Atomic%
C K	2.63	90.79
Si K	0.04	0.53
Fe K	1.17	8.68
Totals	3.83	

(g) 1

Element	Weight%	Atomic%
C K	2.76	91.82
Cr K	0.03	0.21
Fe K	1.11	7.97
Totals	3.9	

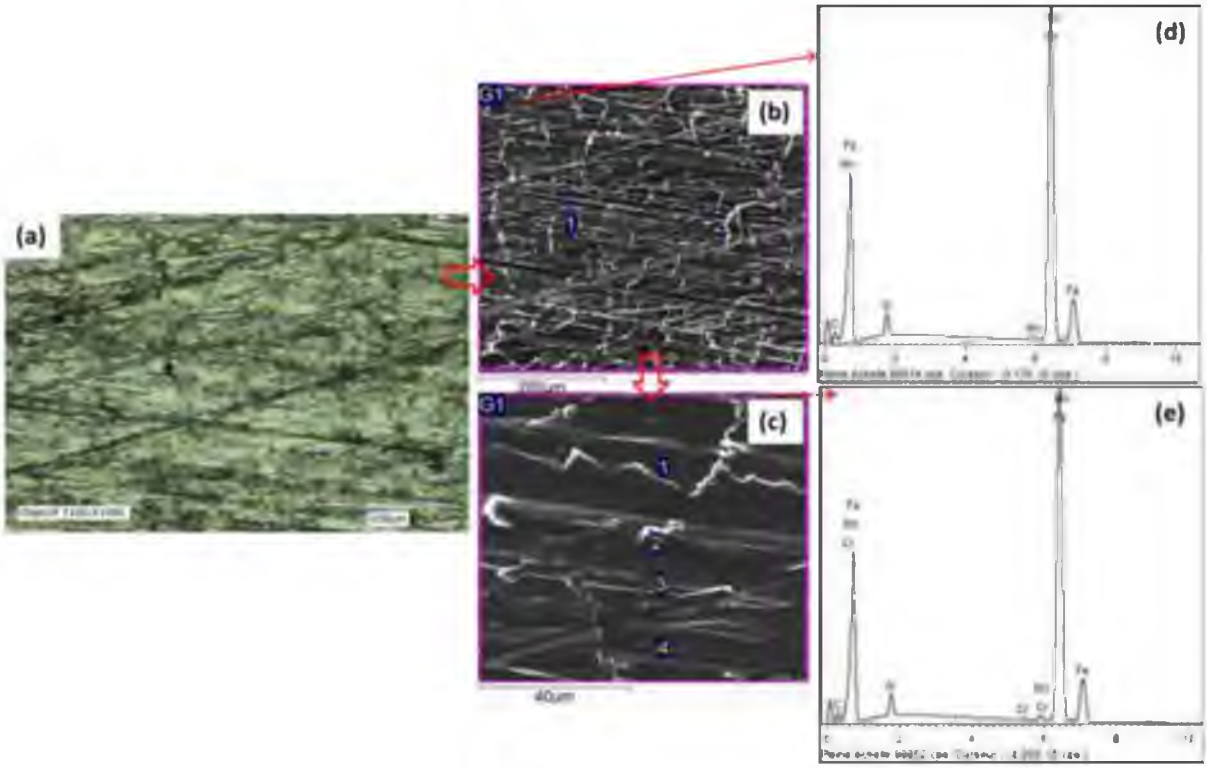


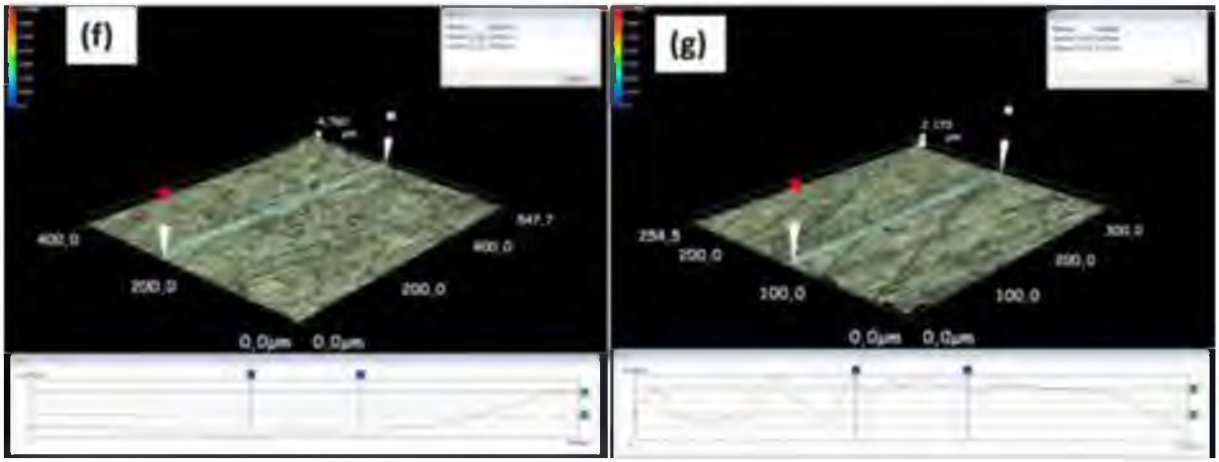
	Horz. dist.	Rp	Rv	Rt	Rz	Rc	Ra	Rq
All	47.2um	0.7um	0.7um	1.4um	1.4um	1.0um	0.3um	0.3um
Seg.1								

Şekil 22. Daha detaylı olarak yüksek büyütmede Honda GX270 motoruna ait 2. Segmanın Grafen kaplama sonrası test öncesi (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizleri ve G1 ve 1 noktalarındaki element dağılımı. (h) Genel haritalama (mapping), (ı) Karbon haritalama (mapping), (i) ve (j) 3D yüzey topoğrafyası ve pürüzlülüğü.

Şekil 22 Honda GX270 motoruna ait 2. Segmanın Grafen kaplama sonrası test öncesi Optik Mikroskop, S.E.M, X-Ray analizleri ve element dağılımını, Genel haritalama (mapping), Karbon haritalama (mapping), 3D yüzey topoğrafyası ve pürüzlülüğü daha detaylı olarak yüksek büyütmede göstermektedir. Burada C (karbon) miktarının yüksek miktarda çıkması Grafen kaplamasının yoğun olduğunu haritalamada da homojen dağılımını göstermektedir. Şekil 22 (d)'deki SEM ve (i, j) Grafenin küresel grafitlerin oluşturduğu poröz yapı kapattığını ve ortalama yüzey pürüzlülüğü Ra 300nm değerinde ölçülmüştür.

3.3 Test Öncesi Tribometrede Ve Motorda Kullanılan Silindir





Şekil 23. Honda GX-390 motoruna ait silindir kesimi sonrası yüzey analizleri; (a) Optik Mikroskop, (b) ve (c) SEM, (d) ve (e) X-Ray analizi, (f) ve (g) 3D yüzey topoğrafyası ve pürüzlülüğü.

Şekil 23 Honda GX-390 motoruna ait motor bloğundan kuru kesim yöntemi ile silindir numunesinin Optik, S.E.M, X-Ray analizi ve 3D yüzey topoğrafyası ve pürüzlülüğünü göstermekte olup Gri Dökme Demir özelliklerini taşımaktadır. Yüzeyde honlama çizgileri belirgin bir şekilde görülmektedir. Yüzey pürüzlülük derinliği 0.156µm ile 2.167µm arasında değişmektedir.

Tribometre deneysel çalışması, birimimizde bulunan Tribometrede; daha önce yapılan çalışmalardan ve tecrübelerimizden faydalanarak segmanın silindir üzerindeki konumu, silindir stroğu, temas noktaları ve alanı, hız, yük, sıcaklık ve sınır yağlama koşulları deneysel parametreleri dikkate alarak birçok ön deneyler yapılmıştır. Dolayısı ile tüm testler segman-silindir ikilisinde 60 N yükte, 100°C'ta, 21 dak. süre ve 1 damla (1 cc) motor yağı ile sınır yağlama koşullarında başarı ile yerine getirilmiştir. Bu şartlarda yapılan test koşullarında sürtünen segman-silidir ikilisi yüzeylerinde koruyucu Tribofilm tabakası elde edilmiştir.

Kullanılan yağ Shell Türkiye A.Ş. tarafından temin edilen Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik ticari motor yağıdır.

Tablo 4. Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik ticari motor yağı özellikleri.

Calcium	2640 ppm
Zinc	1090 ppm
Fosfor	940 ppm
Kükürt	905.10 ppm
Magnezyum	15.76 ppm
Molübden	56 ppm
TBN	11.28 mgKOH/gr
Parlama Noktası	217 °C
Viskozite @100 °C	13.59 cSt
Viskozite @40 °C	84.27 cSt

Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik motor yağıdır ve özellikleri Tablo 4'de verilmiştir. Shell Helix Ultra 5W-40'ın spesifikasyonları şunlardır:

API SN/CF; ACEA A3/B3, A3/B4; BMW LL-01; MB onayı 229.5, 226.5; VW 502.00/505.00; Porsche A40; Renault RN0700, RN0710; PSA B71 2296, Ferrari. Fiat 9.55535-Z2 ve Chrysler MS-10725 gereksinimlerine uygundur.

3.4 Test Sonrası Tribometre ve Motorda kullanılan Segmanlar

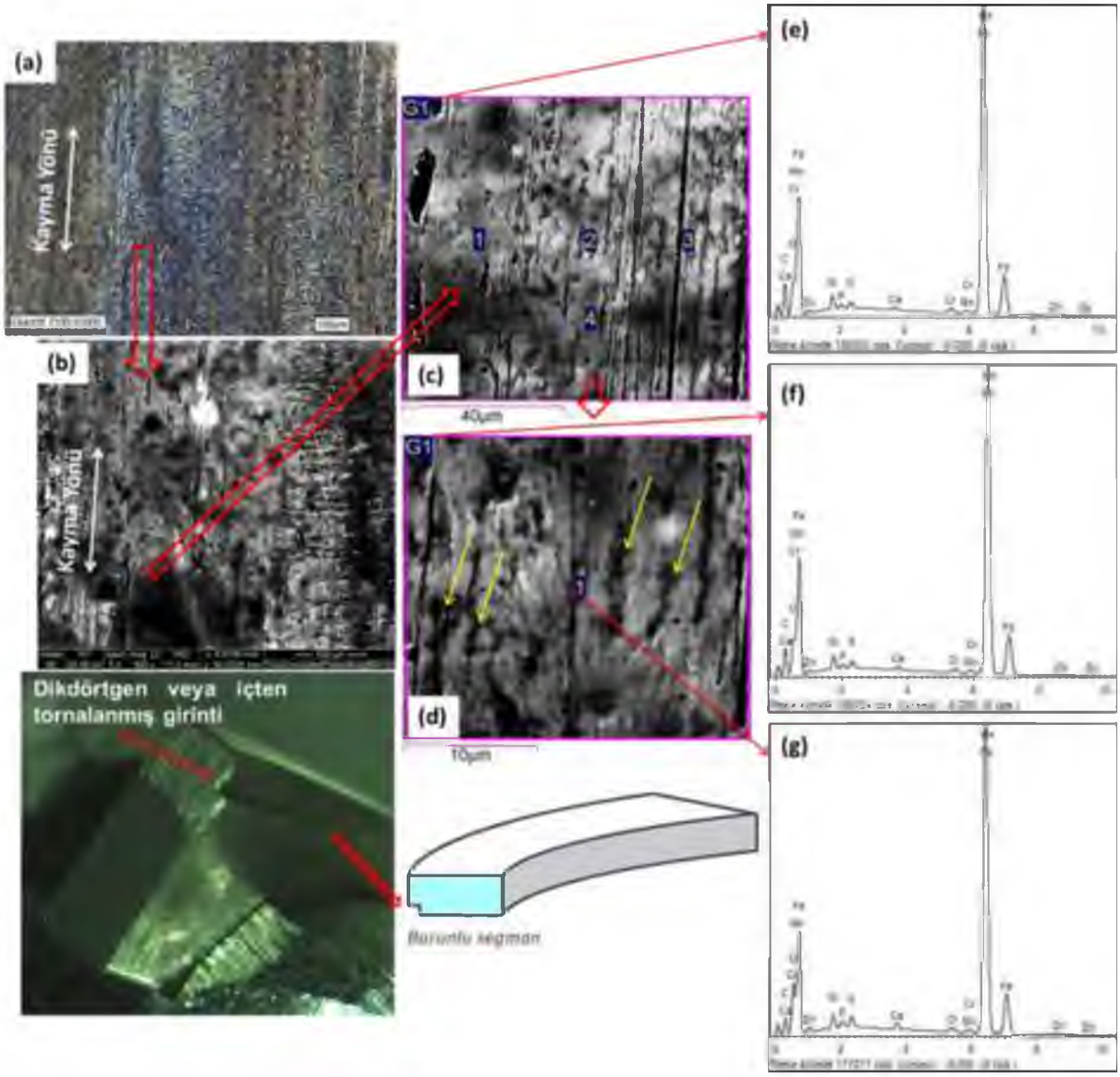
NOT: SEM analizi esnasında ve aynı anda X-Ray speklerinde tanımlanan G (genel), 1, 2, 3, 4 gibi rakamlar ise noktasal X-Ray'dir. Ayrıca G (genel) G1, G2 gibi farklı alanları çerçeve içine alarak yüzeydeki elementleri belirlemektedir.

3.4.1 Tribometre Testleri

Kaplamasız (Kaplaması Asit yoluyla kaldırılmış) Segman ve Silindir Çifti – Tribometre Testi

2.Gelişme raporunda anlatıldığı gibi tekrar edilen bu testte esas olarak Honda GX 270 motoruna ait kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman kullanılmıştır. Bu segman Burunlu segman tipi olup Yağ sıyırma fonksiyonlu 2. kompresyon segmanıdır. Bu tip segmanlar çift fonksiyona sahiptir. Gaz sızdırmazlığı sağlanırken kompresyon segmanını ve yağ filmi ayarlanırken yağ sıyırma segmanını desteklerler. Burunlu segmanda segmanın çalışma yüzeyinin alt kenarı, gaz sızdırmazlığının yanında yağ sıyırma etkisine de sahip olan

dikdörtgen veya içten tornalanmış girinti ile donatılmıştır. Girinti, sıyrılan yağın yağ karterine geri gitmeden önce içinde toplanabildiği belli bir hacmi oluşturur. Burunlu segman birçok motor modelinde ikinci kompresyon segmanı olarak kullanılmaktadır.



Şekil 24. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 24 (a) sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsü renklidir. Renkler katıklardan kaynaklanmakta, yeterli yüzey bozunması sayesinde katkı maddelerinin sürtünen yüzeylerinde koruyucu film tabakası oluştuğunu göstermektedir. Şekil 24 (c)'de kayma yönünde oluşan abrazif çizgileri göstermektedir. Orijinal yüzey işleme çizgileri kaybolmuş, yerini birbirine paralel abrazyon çizgilerine bırakmıştır. Biraz daha detaylı bakıldığında 24

(d)'de abrazyon mekanizmasının önderliğinde oluşan sarı oklarla gösterilen siyah grafit yapı görülmektedir.

(e) G1

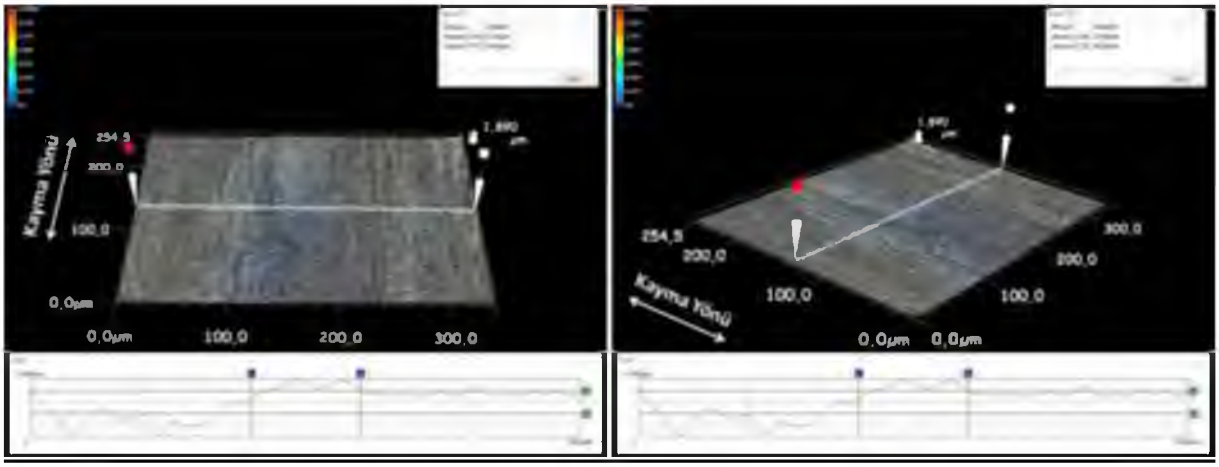
Element	%Masse	%Atomique
C	18.48	46.75
O	5.84	11.08
Si	1.13	1.23
P	0.34	0.33
S	0.46	0.44
Ca	0.26	0.2
Cr	0.53	0.31
Mn	0.54	0.3
Fe	72.15	39.25
Zn	0.26	0.12
Totaux	100	

(f) G1

Element	%Masse	%Atomique
C	16.03	42.16
O	6.55	12.93
Si	1.16	1.31
P	0.4	0.41
S	0.51	0.5
Ca	0.29	0.23
Cr	0.55	0.33
Mn	0.56	0.32
Fe	73.68	41.67
Zn	0.27	0.13
Totaux	100	

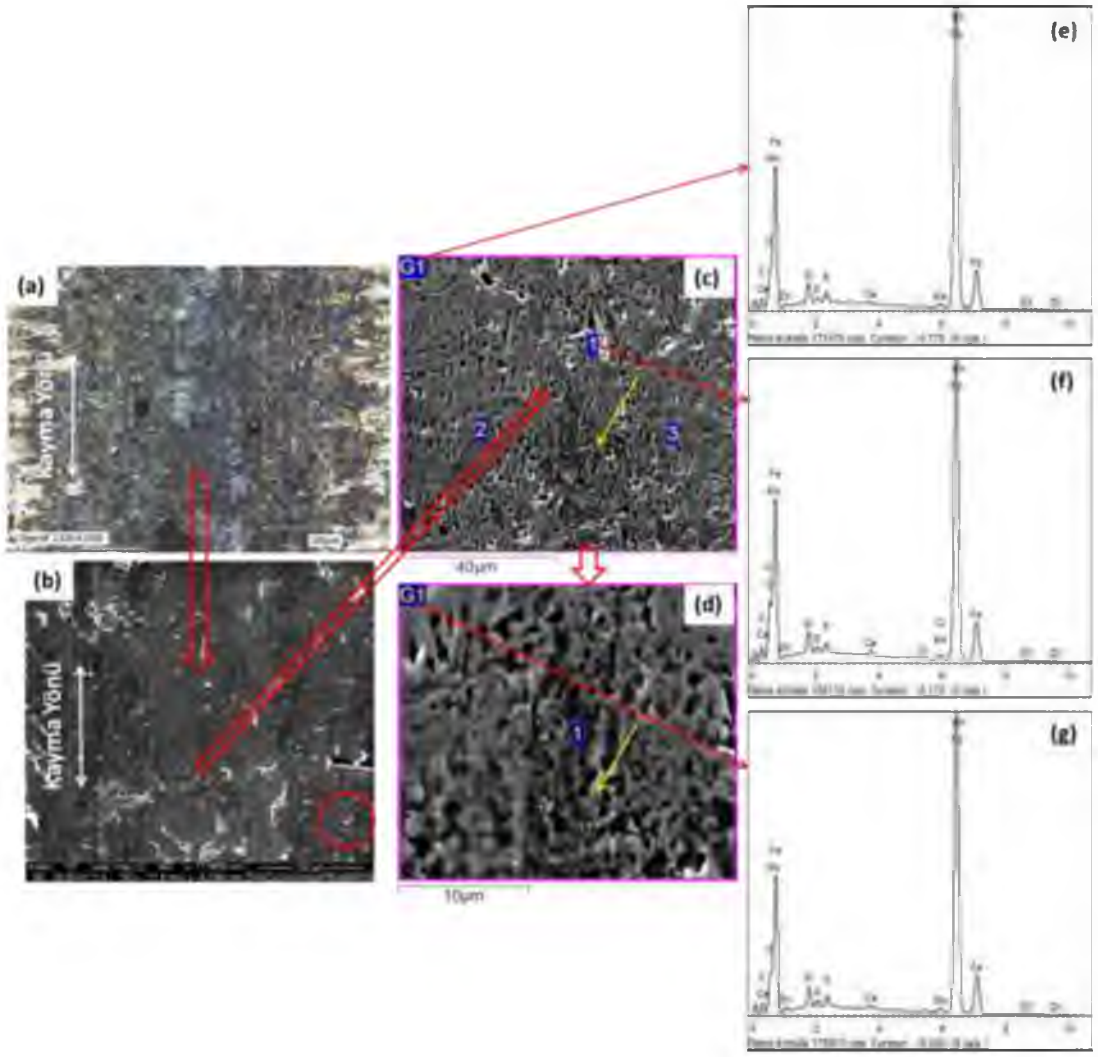
(g) 1

Element	%Masse	%Atomique
C	10.53	29.62
O	9.77	20.62
Si	1.19	1.43
P	0.7	0.76
S	0.89	0.94
Ca	0.51	0.43
Cr	0.55	0.36
Mn	0.58	0.35
Fe	74.73	45.2
Zn	0.56	0.29
Totaux	100	



Şekil 25. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 23'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 25. kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 23'deki X-Ray analizi verilerini ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Bu segman ile yapılan birçok tekrarlı testlerde temas ettiği alanda sürtünme sonucunda % kütlesel ve atomik olarak Zn, Ca, P ve S gibi yağ katkı elementlerinin tesbiti yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu göstermektedir. 3D yüzey pürüzlülüğü 0.40µm mertebesindedir.



Şekil 26. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 26 (a)'da sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsü renklidir. Renkler katıklardan kaynaklanmakta, yeterli yüzey bozunması sayesinde katkı maddelerinin sürtünen yüzeylerinde koruyucu film tabakası oluştuğunu göstermektedir.

Motor yağı katkı maddelerinin yüzeyde koruma tabakası niteliğinde Tribofilm oluşturabilmesi için iki ana proses bulunmaktadır. Bunlar Mekanik ve Kimyasal prosestir. Yüzey bozunması Mekanik proses ile meydana gelir. Bu da Kimyasal reaksiyonu tetikler ve oluşturur. Sınır yağlama şartları altında bu reaksiyon, termik aktivasyon (sıcaklığın) da etkisi ile katkı maddesi tabakasını oluşturmaya yardım eder. Malzeme, pürüzsüz ve düzgün, geniş çaplı temas alanı, mükemmel aktive edilmiş yüzey için uygun yeterli yüzey bozunması tüm aşınma pistini koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşturmaktadır. Şekil 26 (a)'daki

yüzeyin SEM görüntüsü Şekil 26 (b), (c) ve (d) sırasıyla X750, X3000 ve X5000 büyütmeyi göstermektedir. Bu yüzey pürüzsüz ve düzgün, geniş çaplı temas alanı, mükemmel aktive edilmiş yüzeydir ve koruyucu film tabakası oluşmuştur. Bilhassa kırmızı ok uçları ile gösterilen kısımlarda, merkezde yüzey dağılımı homojendir. Kenarlara gittikçe sürtünen yapı heterojendir. Yapıda plastik deformasyon meydana gelmiş olup kırmızı halka içinde adhezyon aşınması belirlenmiştir. Sarı oklar sürtünme yönünde oluşan abrazyon çizgilerini göstermektedir.

(e) G1

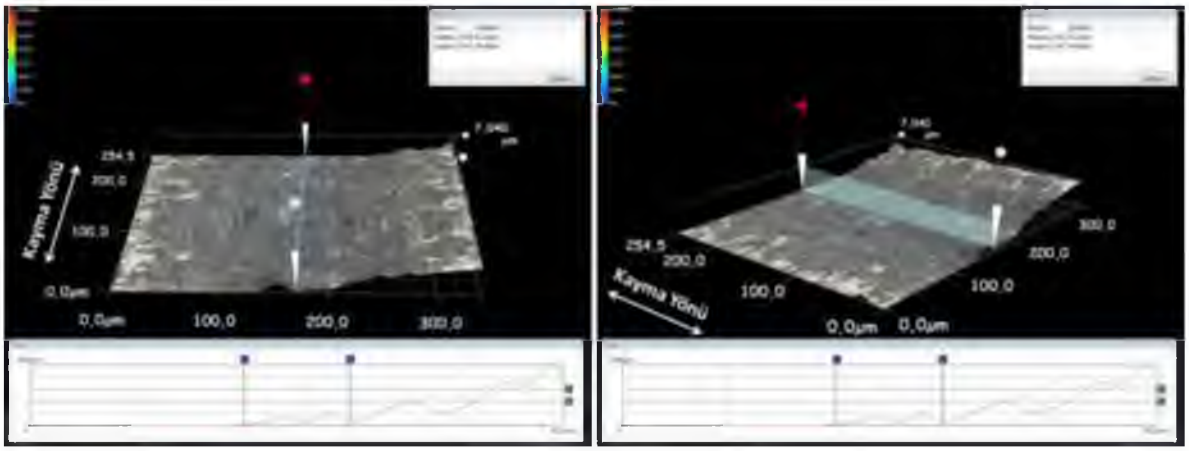
Element	%Masse	%Atomique
C	7.77	24.27
O	7.02	16.46
Si	2.02	2.69
P	0.48	0.58
S	0.86	1.01
Ca	0.3	0.28
Mn	0.76	0.52
Fe	80.4	53.97
Zn	0.38	0.22
Totaux	100	

(f) 1

Element	%Masse	%Atomique
C	9.28	26.56
O	10.19	21.91
Si	1.96	2.41
P	0.6	0.67
S	0.79	0.84
Ca	0.44	0.38
Cr	0.18	0.12
Mn	0.79	0.49
Fe	75.32	46.38
Zn	0.46	0.24
Totaux	100	

(g) G1

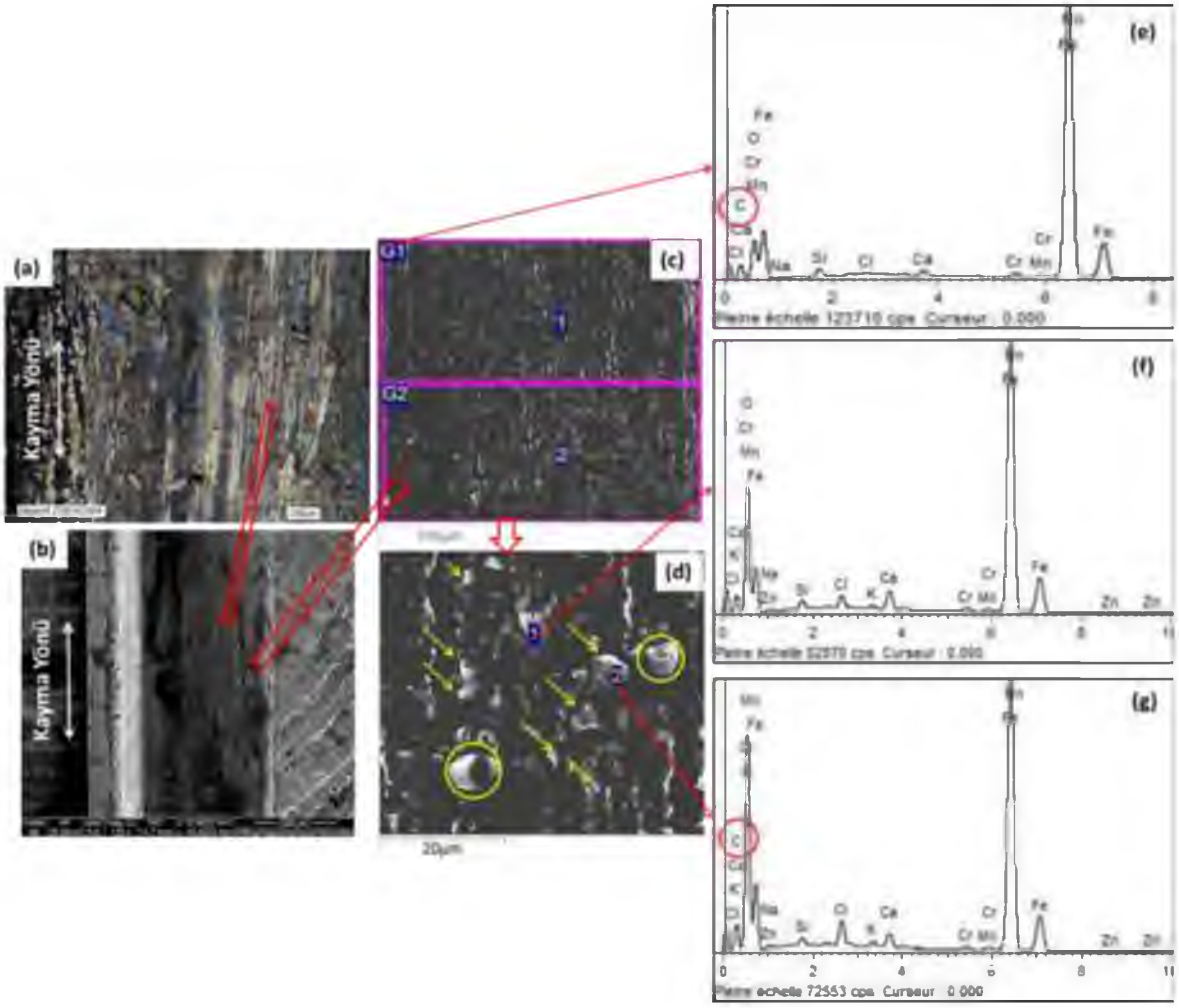
Element	%Masse	%Atomique
C	8.06	24.71
O	7.64	17.57
Si	1.97	2.58
P	0.6	0.71
S	1.01	1.16
Ca	0.37	0.34
Mn	0.76	0.51
Fe	79.15	52.17
Zn	0.45	0.25
Totaux	100	



Şekil 27. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 25'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 27. kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 26'daki X-Ray analizi sonuçları ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. % kütlesel ve atomik olarak Zn, Ca, S ve P gibi yağ katkı elementlerinin tesbiti yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu göstermektedir. 3D yüzey pürüzlülüğü detaylı incelendiğinde 0.591.(1/5)=0.118µm mertebesindedir.

Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik ticari motor yağına katılması) (1. Gelişme raporunda CVD Grafen Kaplama başarısızdır, *B planı* uygulanmıştır) – Tribometre Testi



Şekil 28. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

B planında dispersiyon yoluyla Grafen nanopartikülü (TEGO grade-1), Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik ticari motor yağına katılması sağlanmıştır. Şekil 28 (a) grafen nanopartikül ile yapılan testte segmanda sürtünen alanın optik mikroskoptaki renkli görüntüsüdür. Renkler katıklardan kaynaklanmakta, yeterli yüzey bozunması sayesinde katkı maddelerinin sürtünen yüzeylerinde koruyucu film tabakası oluştuğunu göstermektedir. Bilhassa Şekil 28 (c) ve yüksek büyütmede (d)'de görülen mikrograflarda sarı renkli ok ve halkalarla gösterilen çapları 10 µm'nin altında (*2 nolu noktasal X-Ray*) grafen partikülleri yüzeye yapışarak yağdaki

katıklarla kombine edilmiş ve koruma tabakaları oluşturmuştur. Şekil 28 (e), (f) ve (g) X-Ray'lerinde kırmızı halkalarda gösterilen karbon miktarı oldukça yüksektir.

(e) G1

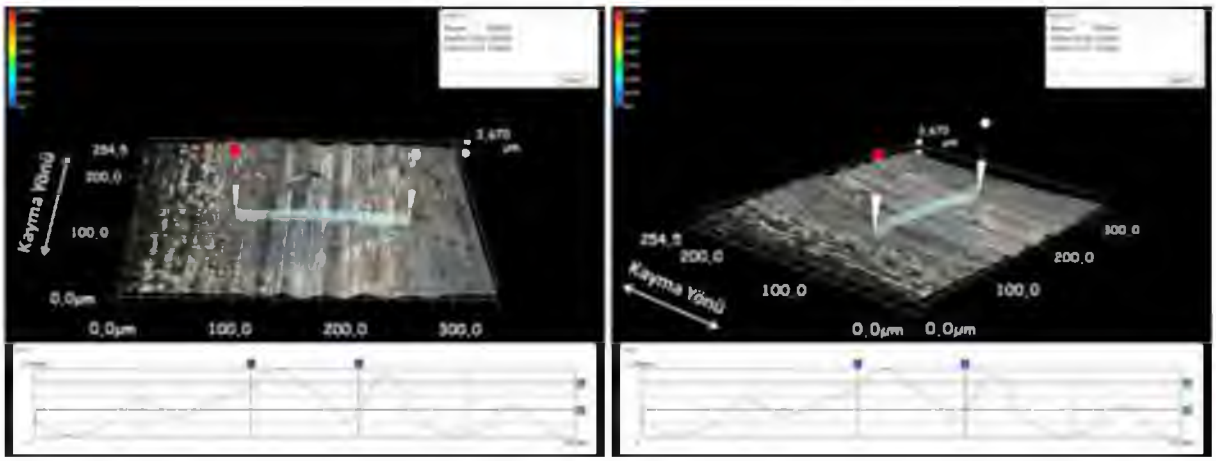
Element	%Masse	%Atomique
C	16.89	38.97
O	15.35	26.59
Na	0.31	0.37
Si	0.86	0.85
Cl	0.22	0.17
Ca	0.54	0.37
Cr	0.5	0.27
Mn	0.5	0.25
Fe	64.84	32.17
Total	100	

(f) 1

Element	%Masse	%Atomique
O	32.85	61.87
Na	0.69	0.9
Si	0.97	1.04
Cl	1.28	1.09
K	0.31	0.24
Ca	1.82	1.37
Cr	0.46	0.27
Mn	0.4	0.22
Fe	60.92	32.87
Zn	0.31	0.14
Total	100	

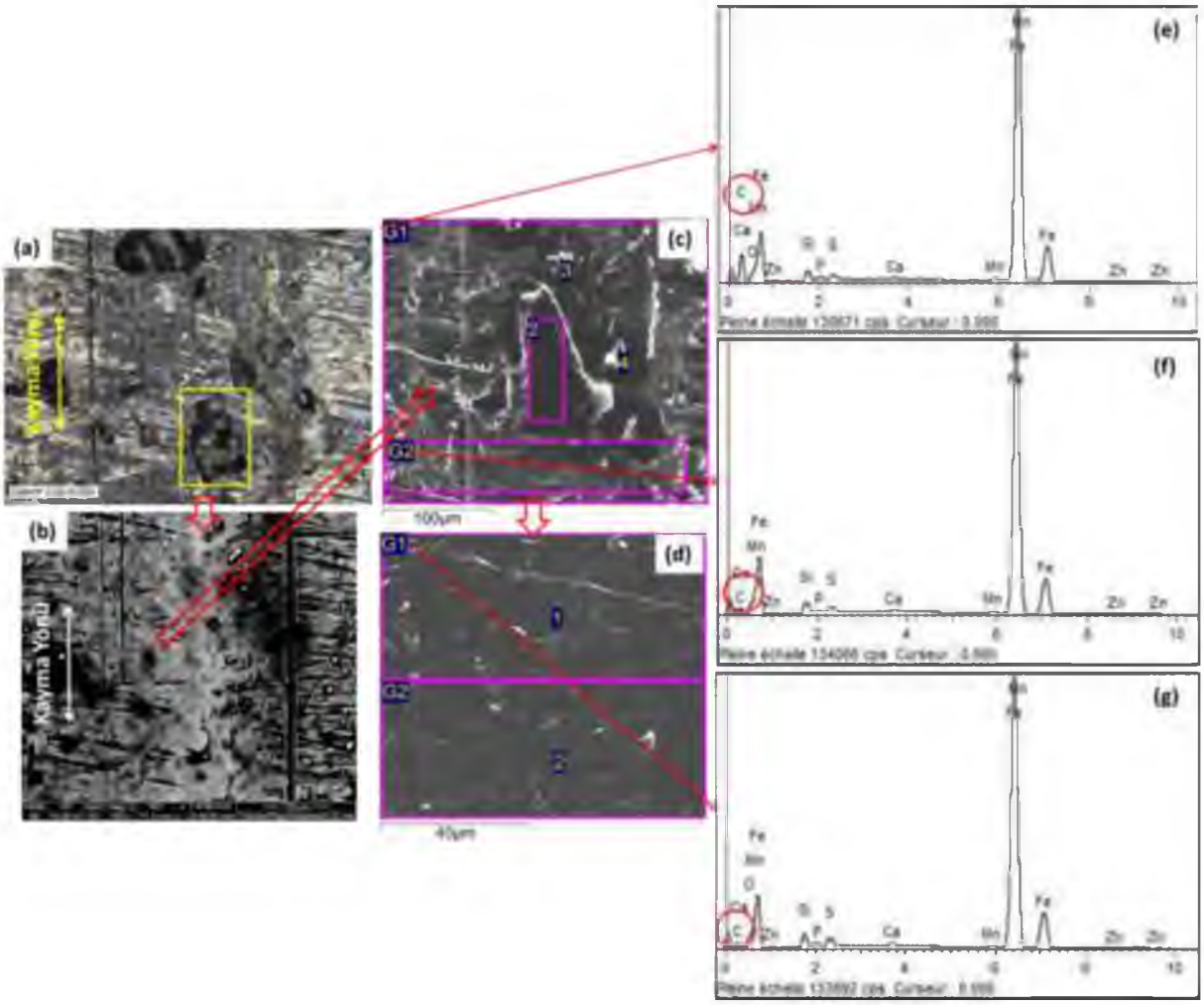
(g) 2

Element	%Masse	%Atomique
C	18.33	30.72
O	43.48	54.7
Na	0.5	0.43
Si	0.42	0.3
Cl	1.28	0.73
K	0.27	0.14
Ca	0.77	0.39
Cr	0.23	0.09
Mn	0.25	0.09
Fe	34.31	12.36
Zn	0.17	0.05
Total	100	



Şekil 29. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 23'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 29. grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 28'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. % kütlesel ve atomik olarak Zn, Ca, ve yüksek miktarda C gibi yağ katkı elementleri tesbit edilmiştir. Yüksek karbon miktarı olan grafen nanopartikülünün tribofilm oluşmasında etkili olduğunu göstermiştir. 3D yüzey pürüzlülüğü detaylı incelendiğinde ortalama 1.539µm mertebesindedir.



Şekil 30. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 30 (a) grafen nanopartikül ile yapılan testte silindirde kayma yönünde sürtünen alanın optik mikroskoptaki renkli görüntüsünü vermektedir. Homojen dağılım gösteren abrazif aşınma izi üzerinde bulunan siyah lekeler grafen nanopartikülleri olup yüzeyde diğer katıklarla birlikte tribofilm koruyucu tabaka oluşturmuştur. Şekil 30 (e), (f) ve (g) X-Ray'lerinde kırmızı halkalarda gösterilen karbon miktarı oldukça yüksektir.

(e) G1

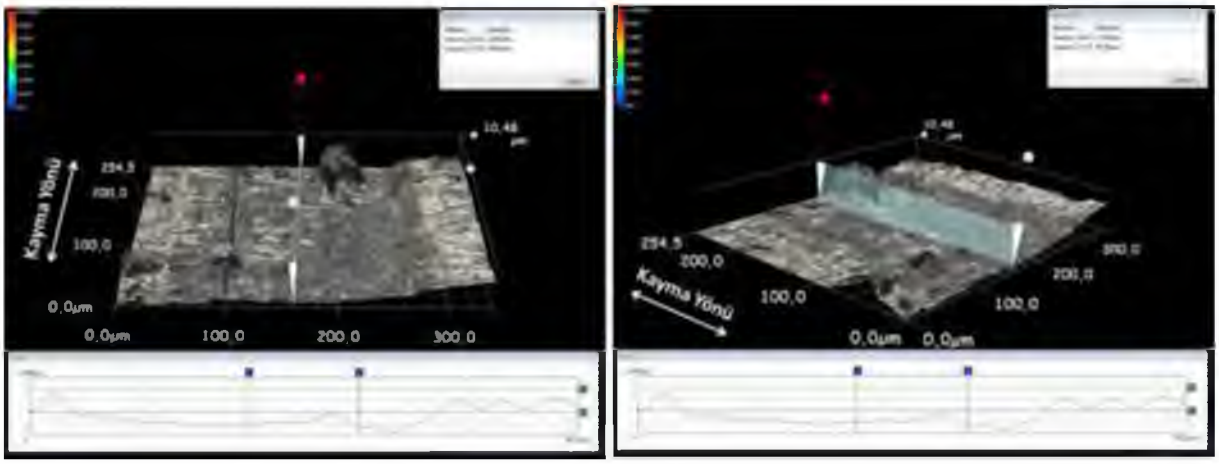
Element	%Masse	%Atomique
C	29.85	62.23
O	4.94	7.73
Si	1.17	1.04
P	0.32	0.26
S	0.44	0.34
Ca	0.2	0.12
Mn	0.52	0.24
Fe	62.35	27.95
Zn	0.21	0.08
Total	100	

(f) G2

Element	%Masse	%Atomique
C	12.44	39.02
Si	1.99	2.66
P	0.41	0.5
S	0.64	0.76
Ca	0.24	0.22
Mn	0.64	0.44
Fe	83.34	56.22
Zn	0.31	0.18
Total	100	

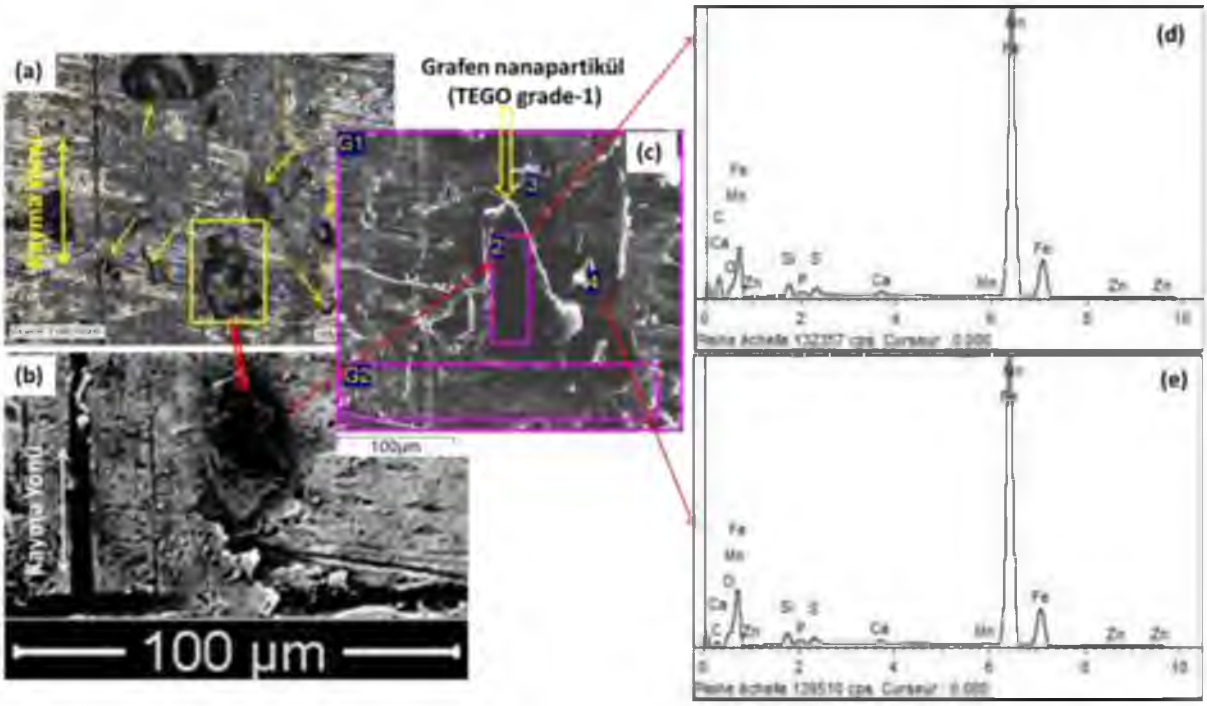
(g) G1

Element	%Masse	%Atomique
C	11.1	32.52
O	6.01	13.22
Si	1.91	2.39
P	0.55	0.62
S	1.05	1.15
Ca	0.32	0.28
Mn	0.55	0.35
Fe	78.17	49.27
Zn	0.35	0.19
Total	100	



Şekil 31. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 29'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 31 Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 30'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. % kütlesel ve atomik olarak Zn, Ca, S, P ve yüksek miktarda C gibi yağ katkı elementlerinin tesbiti yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu göstermektedir. Bilhassa yüksek karbon miktarı grafen nanopartikülünün tribofilm oluşmasında etkili olduğunu göstermiştir. 3D yüzey pürüzlülüğü detaylı hesaplandığında ortalama 1.454/2=0.727µm mertebesindedir.



Şekil 32. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1)'in silindir yüzeyinde oluşan nanopartikül tesbiti; (a) Optik Mikroskop, (b) ve (c) S.E.M, (d) ve (e) X-Ray analizi.

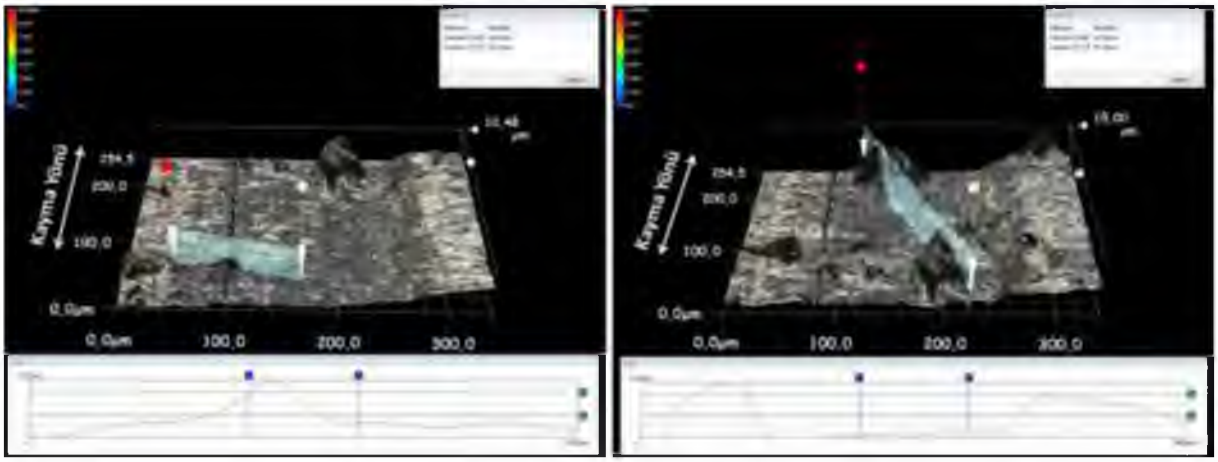
Şekil 32 (a) ve (c)'de sarı oklarla gösterilen grafen nanapartikül (TEGO grade-1)'in silindir yüzeyinde oluşan nanopartikülü göstermektedir. Bilhassa Şekil 32 (c)'de (*2 nolu dikdörtgen alandaki X-Ray*) grafen partikülünün yüzeye yapışarak yağdaki katıklarla kombine olmuş ve reaksiyona girerek koruma tabakaları oluşturmuştur. Şekil 32 (b) grafen partiküllerinin genişliği diğer katıkların karışımı ile birlikte 25µm'yi bulduğu tesbit edilmiştir.

(d) 2

Element	%Masse	%Atomique
C	24.63	56.02
O	4.88	8.34
Si	1.43	1.39
P	0.42	0.37
S	0.73	0.62
Ca	0.28	0.19
Mn	0.46	0.23
Fe	66.89	32.72
Zn	0.28	0.12
Total	100	

(e) 4

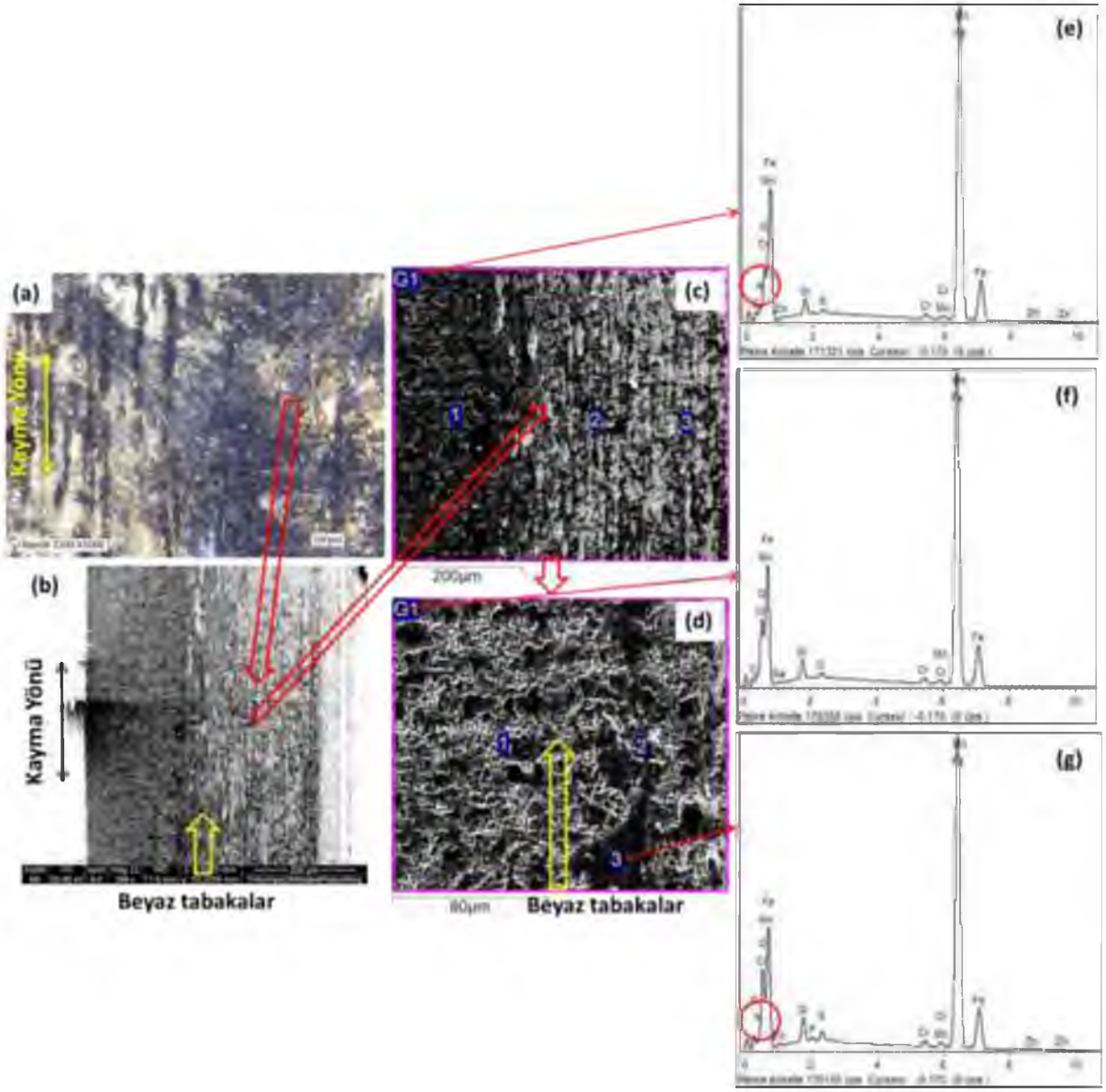
Element	%Masse	%Atomique
C	9.34	28.59
O	5.93	13.63
Si	1.87	2.44
P	0.66	0.78
S	0.69	0.79
Ca	0.37	0.34
Mn	0.54	0.36
Fe	80.34	52.91
Zn	0.26	0.15
Total	100	



Şekil 33. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1)'in silindir yüzeyinde oluşan nanopartikülün Şekil 32'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 33. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1)'in silindir yüzeyinde oluşan nanopartikülün Şekil 32'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Yağ katıkları ile kombine olarak karıştırılan Grafen nanopartiküller yüzey üzerinde temas ettiği alanda % kütlesel ve atomik olarak Zn, Ca, S, P gibi tribofilm elementleri ile karışmış yüksek miktardaki C ile birlikte koruyucu tribofilm tabakası elde edilmiştir. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1)'in 3D'deki yüksekliği 3.932µm ila 14.9µm mertebesindedir.

Nitrür Kaplı Segman ve Silindir Çifti – Tribometre Testi



Şekil 34. Nitrürlenmiş 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 34 (a) Nitrürlenmiş 2. segmanda sürtünen alanın optik mikroskoptaki renkli görüntüsüdür. Renkler katıklardan kaynaklanmakta, kayma yönünde görülen abrazif ve oksidatif aşınma çizgileri yüzeyi aktif hale getirmiş, yeterli yüzey bozunması sayesinde katkı maddelerinin sürtünen yüzeylerinde koruyucu film tabakası oluştuğunu göstermektedir. Sırasıyla Şekil 34 (b), (c) ve (d) ile SEM'de daha yüksek büyütmeye gidildikçe Nitrür kaplamada oluşan dairesel şekil değişmiş sarı oklarla gösterilen beyaz tabakalar arasında uzun kırmızı okla gösterilen ara bölgede ve Şekil 34 (d)'de 3 nolu X-Ray noktasal spektrası

abrazif sürtünme çizgilerinde katkı tabakası oluştuğu tesbit edilmiştir. Şekil 34 (e) ve (g) X-Ray'lerinde kırmızı halkalarda gösterilen azot miktarı oldukça yüksektir.

(e) G1

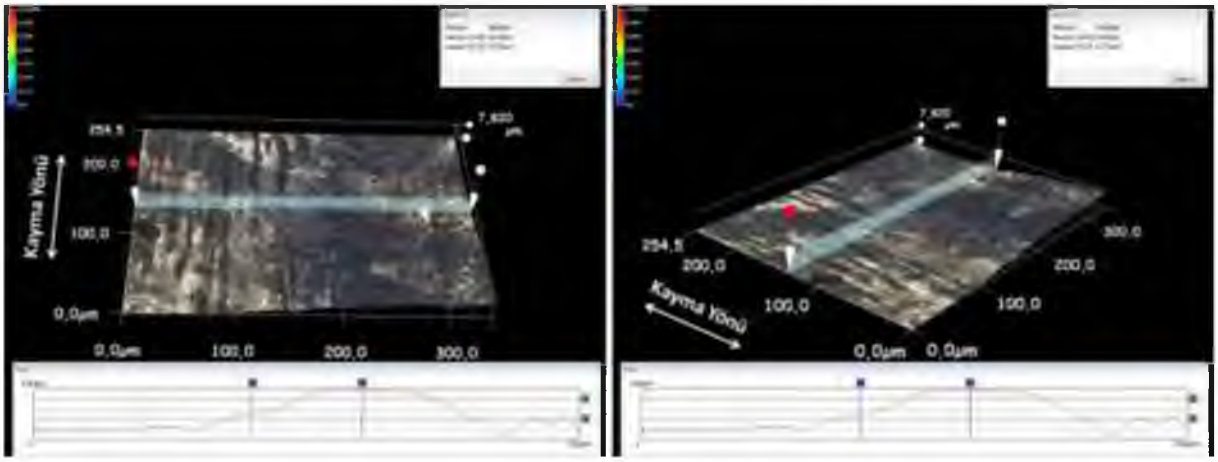
Element	%Masse	%Atomique
C	5.78	15.7
N	8.16	19.01
O	9.69	19.76
Si	1.26	1.47
S	0.32	0.33
Cr	0.58	0.36
Mn	0.58	0.34
Fe	73.52	42.97
Zn	0.11	0.06
Total	100	

(f) G1

Element	%Masse	%Atomique
C	3.7	12.06
O	10.62	25.95
Na	0.4	0.68
Si	1.88	2.62
S	0.45	0.55
Cr	0.74	0.56
Mn	0.71	0.5
Fe	81.5	57.07
Total	100	

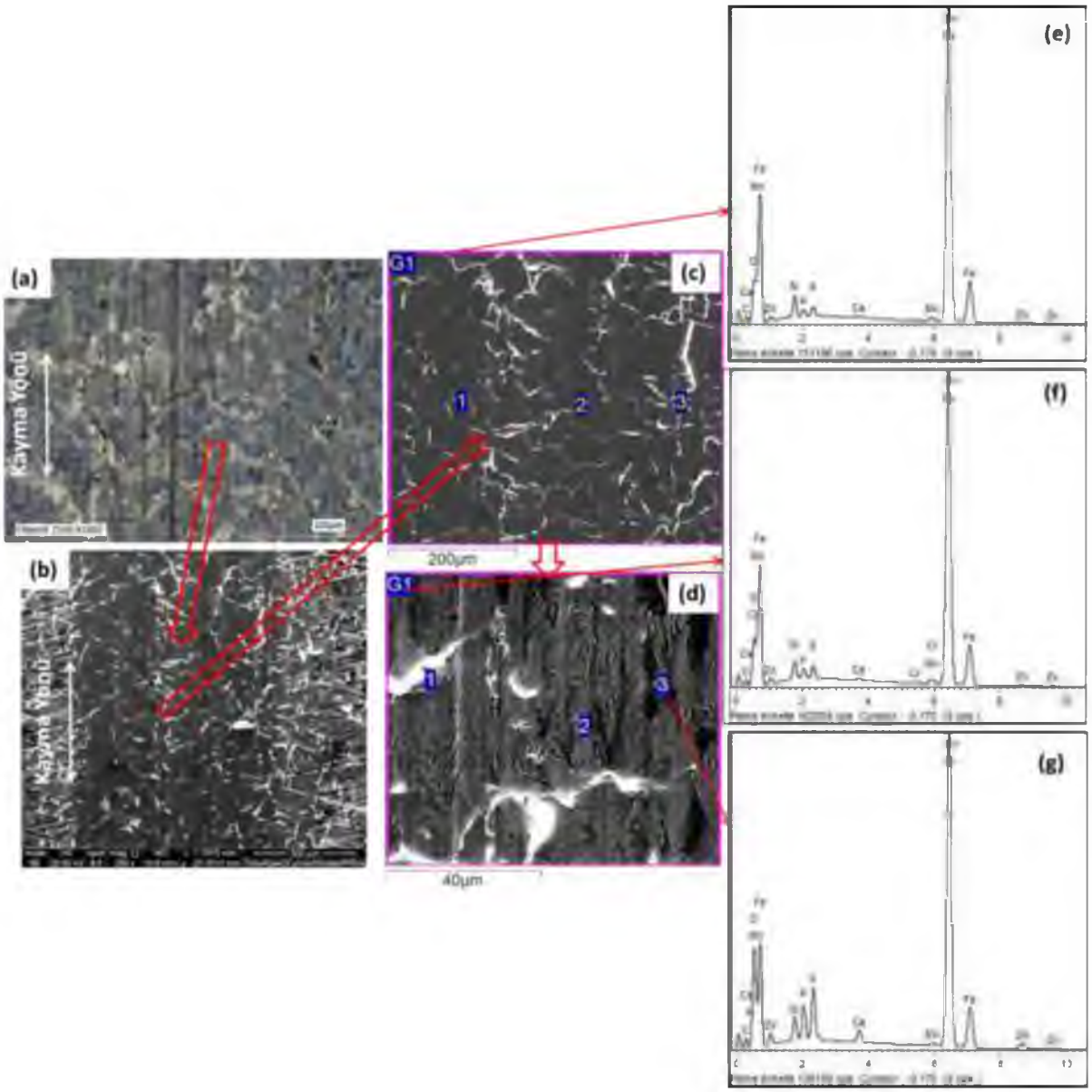
(g) 3

Element	%Masse	%Atomique
C	8.18	20.97
N	4.64	10.19
O	14.12	27.15
Si	1.83	2.01
P	0.29	0.29
S	0.67	0.64
Cr	0.72	0.43
Mn	0.78	0.44
Fe	68.56	37.79
Zn	0.21	0.1
Total	100	



Şekil 35. Nitrürlenmiş 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 33'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 35. Nitrürlenmiş 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 34'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. % kütlesel ve atomik olarak Zn, Ca, P ve S gibi yağ katkı elementlerinin tesbiti ve N (azot)'un etkinliği yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu göstermektedir. 3D yüzey pürüzlülüğü detaylı hesaplandığında 1.061µm mertebesindedir.



Şekil 36. Nitrürlenmiş 2. segman'ın altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 36 (a)'da gösterilen Nitrürlenmiş 2. segman'ın altında çalışan kayma yönündeki sürtünen silindir yüzeyinin optik mikroskoptaki renkli görüntüsüdür. Renkler katıklardan kaynaklanmakta, kayma yönünde görülen abrazif ve oksidatif aşınma çizgileri yüzeyi aktif hale getirmiş, yeterli yüzey bozunması sayesinde katkı maddelerinin sürtünen yüzeylerinde koruyucu film tabakası oluştuğunu göstermektedir. Kırmızı okların gösterdiği alanda birbirine paralel abrazif izlerle honlama işleme çizgileri homojen plastik şekil değiştirme ile hemen hemen kaybolmuş ve katkı maddeleri yüzeyi korumuştur.

(e) G1

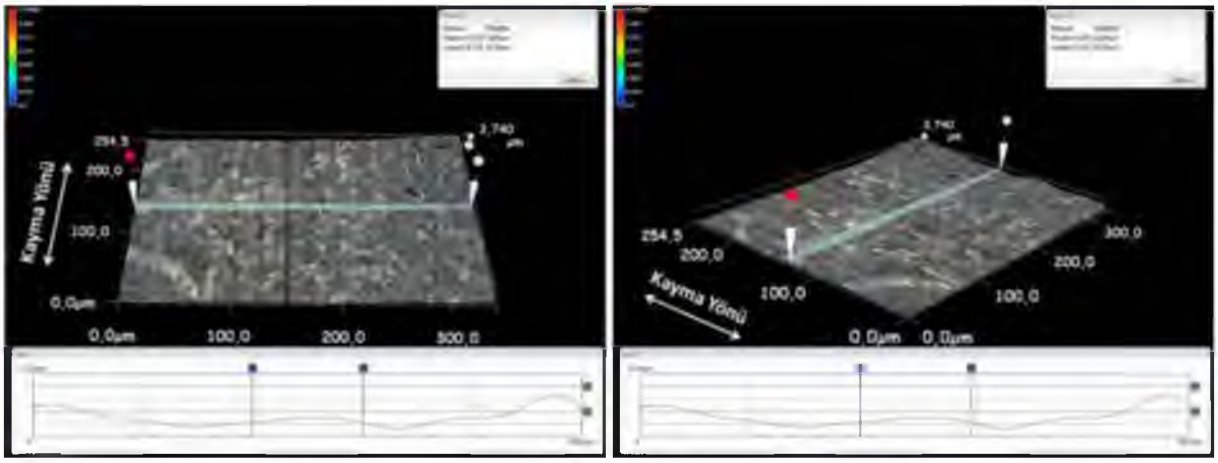
Element	%Masse	%Atomique
C	5.11	16.84
O	7.78	19.23
Si	2.01	2.83
P	0.63	0.81
S	0.81	1.01
Ca	0.17	0.17
Mn	0.79	0.57
Fe	82.15	58.21
Zn	0.54	0.33
Total	100	

(f) G1

Element	%Masse	%Atomique
C	4.78	15.68
O	8.33	20.52
Si	1.82	2.56
P	1	1.27
S	1.13	1.39
Ca	0.28	0.27
Cr	0.18	0.14
Mn	0.9	0.65
Fe	80.87	57.09
Zn	0.71	0.43
Total	100	

(g) 3

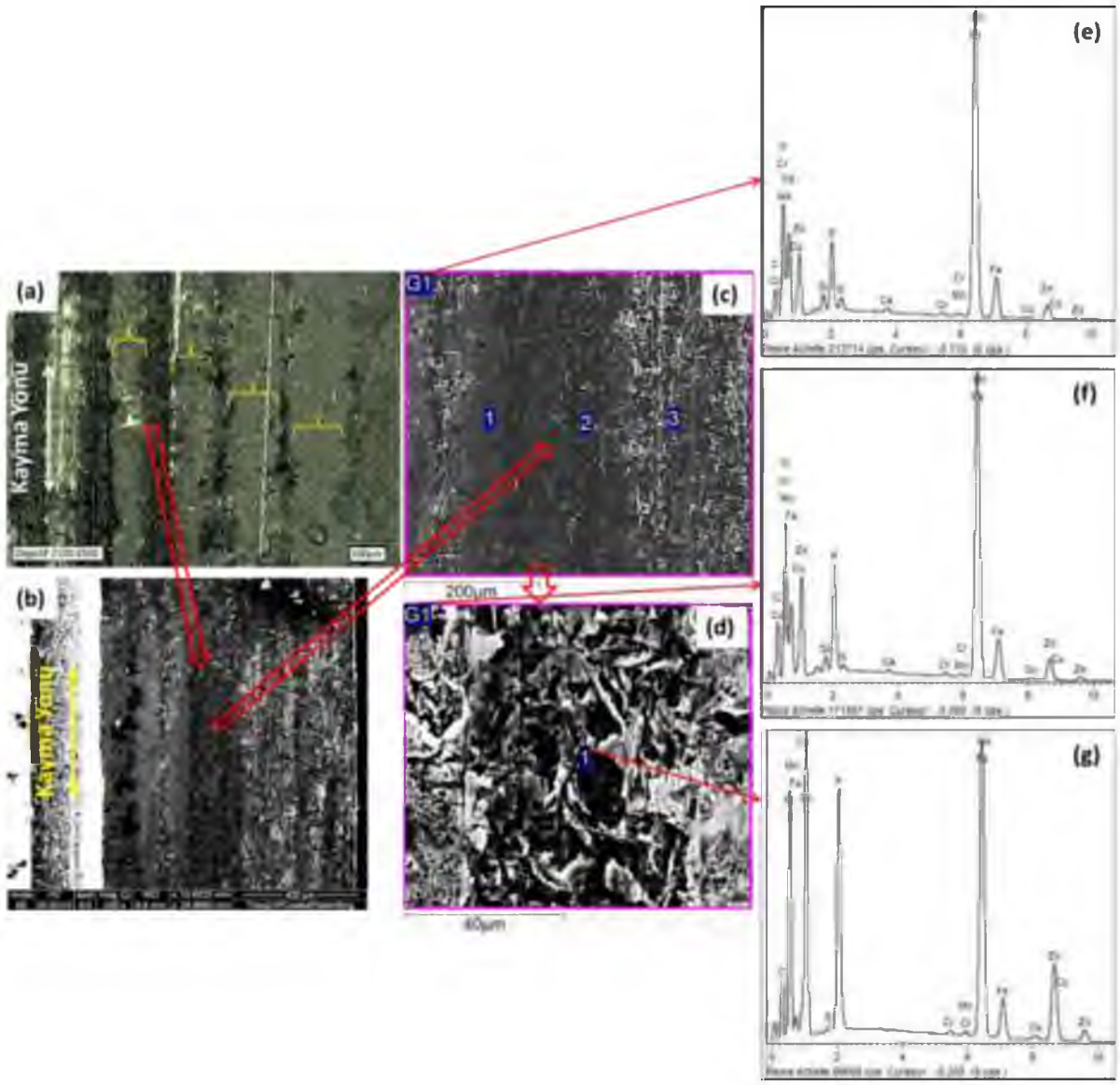
Element	%Masse	%Atomique
C	6.54	16.82
N	2.22	4.9
O	17.77	34.29
Si	1.56	1.71
P	2.52	2.51
S	3.37	3.25
Ca	0.92	0.71
Mn	0.58	0.33
Fe	62.15	34.36
Zn	2.36	1.12
Total	100	



Şekil 37. Nitrürlenmiş 2. segman'ın altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 35'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 37, Nitrürlenmiş 2. segman'ın altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 36'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. % kütlesel ve atomik olarak Zn, Ca, S ve P gibi yağ katkı elementlerinin tesbiti yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu belirtmektedir. 3D yüzey pürüzlülüğü detaylı incelendiğinde 1.061/2=0.530µm mertebesindedir.

Çinko Fosfat (ZnP) Kaplı Segman ve Silindir Çifti – Tribometre Testi



Şekil 38. Çinkofosfat kaplı 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Bu testte Şekil 38 (a)'da sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsündeki sarı oklarla gösterilen halıya benzeyen birbirine paralel çizgiler arasında kırmızı oklar takip edilerek SEM-Şekil 38 (b), (c) ve (d)'de homojen plastik şekil değiştirmeye bağlı abrazyon aşınma mekanizmasını göstermekte ve yüzeyin aktive edilmesi ile koruyucu Tribofilm tabakası oluştuğunu göstermektedir.

(e) G1

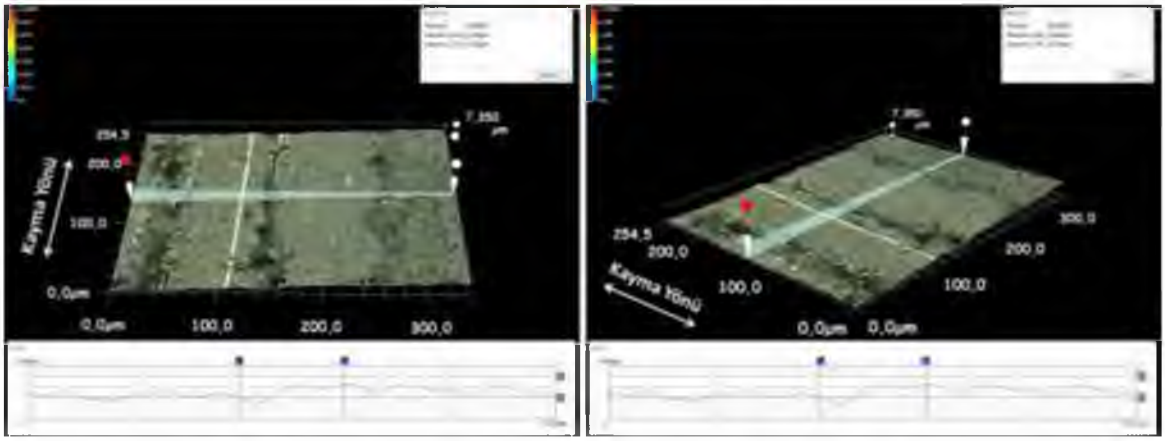
Element	%Masse	%Atomique
C	13.85	32.32
O	17.76	31.11
Si	1.07	1.07
P	4.45	4.03
S	0.79	0.69
Ca	0.31	0.21
Cr	0.3	0.16
Mn	0.45	0.23
Fe	54.78	27.49
Cu	0.59	0.26
Zn	5.66	2.42
Total	100	

(f) G1

Element	%Masse	%Atomique
C	20.21	40.73
O	21.26	32.16
Si	0.7	0.6
P	5.25	4.1
S	0.26	0.2
Ca	0.17	0.1
Cr	0.35	0.16
Mn	0.41	0.18
Fe	43.33	18.78
Cu	0.56	0.21
Zn	7.5	2.78
Total	100	

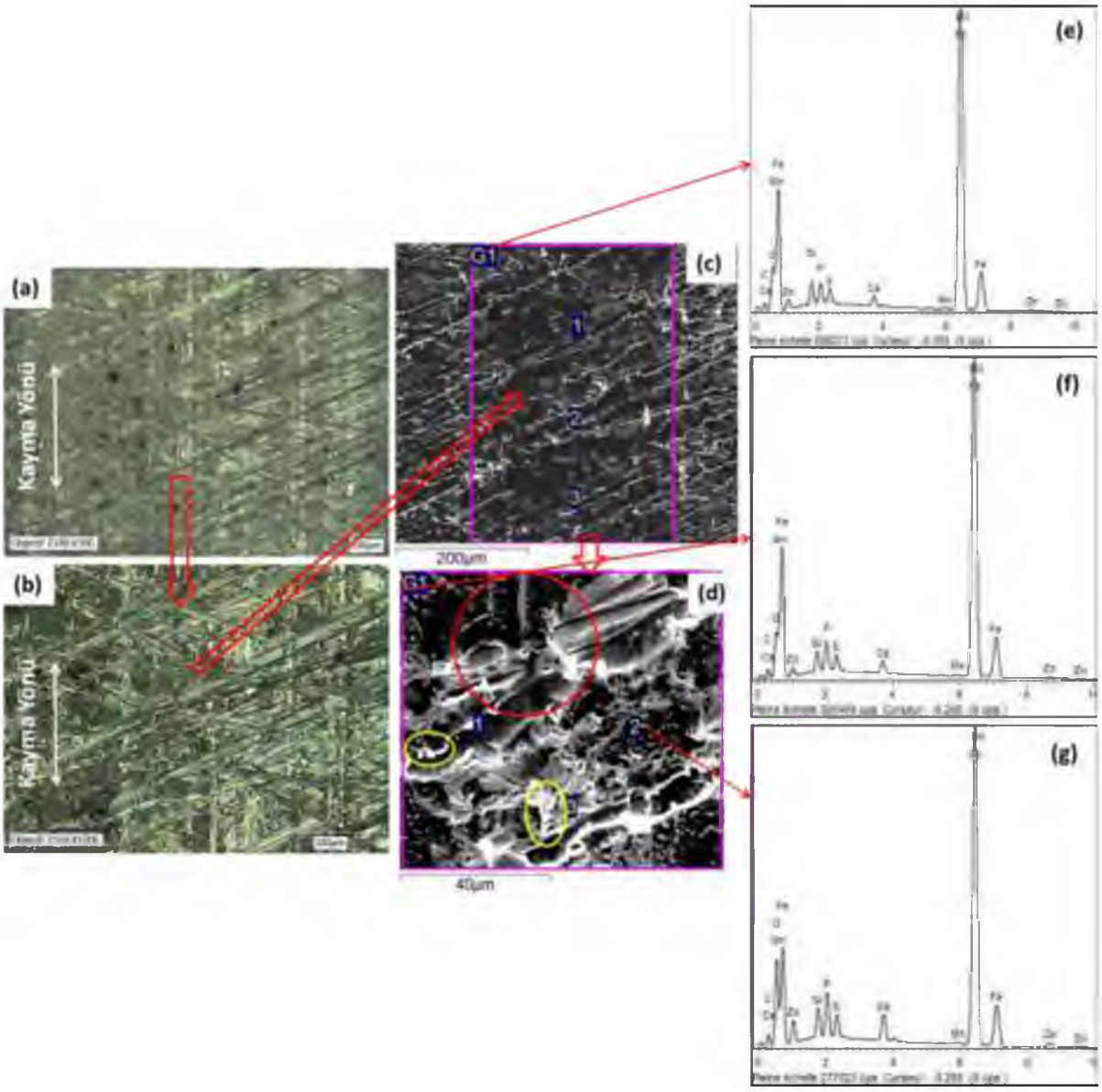
(g) 1

Element	%Masse	%Atomique
C	17.96	36.06
O	24.89	37.51
Si	0.21	0.18
P	8.26	6.43
Cr	0.28	0.13
Mn	0.32	0.14
Fe	28.74	12.41
Cu	0.79	0.3
Zn	18.53	6.83
Total	100	



Şekil 39. Çinkofosfat kaplı 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 37'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 39 çinkofosfat kaplı 2. segman'ın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 38'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. % kütlesel ve atomik olarak Zn, Ca, P ve S gibi yağ katkı elementlerinin tesbiti yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu göstermektedir. Ölçülen Zn ve P oranı oldukça yüksektir. 3D yüzey pürüzlülüğü detaylı hesaplandığında 5.404/2=2.702µm mertebesindedir.



Şekil 40. Çinkofosfat kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 40 (a), (b) ve (c)'de gösterilen çinkofosfat kaplı 2. Segman altında çalışan silindir yüzeyi kayma yönünde kırmızı okların gösterdiği alanda abrazif izlerle honlama işleme çizgileri çapraz karşılaşarak aralarında katkı maddeleri yüzeyi korumuştur. Şekil 40 (d)'de bu çakışma detaylı olarak gözükmekte ve kırmızı halkada gösterildiği gibi honlama çizgisi abrazif aşınmayı durdurmuştur. Delamination yani yüzeydeki tabakaların parçalanması, adeta öğütülmesi sonucunda oksit partiküllerinin honlama yivlerinin arasında kalan bölgelerde birikmesi sarı halka içinde gösterilmiştir.

(e) G1

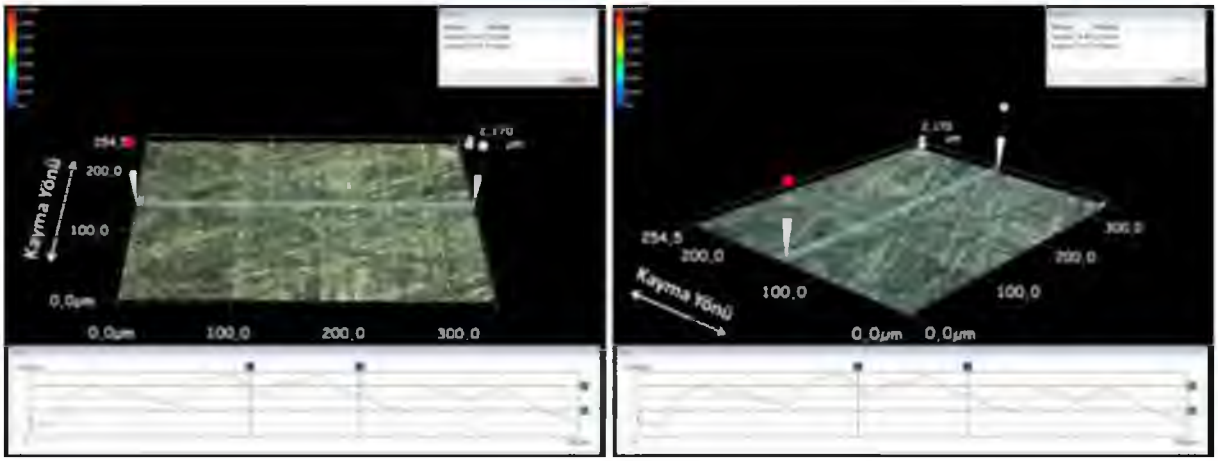
Element	%Masse	%Atomique
C	6.03	18.85
O	8.73	20.47
Si	2.17	2.9
P	2.09	2.54
S	1.36	1.59
Ca	0.98	0.92
Mn	0.46	0.32
Fe	77	51.74
Zn	1.17	0.67
Total	100	

(f) G1

Element	%Masse	%Atomique
C	6.32	19.62
O	8.62	20.11
Si	1.84	2.44
P	2.7	3.25
S	1.24	1.45
Ca	1.03	0.96
Mn	0.56	0.38
Fe	76.55	51.13
Zn	1.13	0.65
Total	100	

(g) 2

Element	%Masse	%Atomique
C	6.95	18.84
O	15.86	32.3
Si	2.08	2.41
P	3.42	3.6
S	1.65	1.68
Ca	2.07	1.68
Mn	0.41	0.24
Fe	65.48	38.21
Zn	2.09	1.04
Total	100	

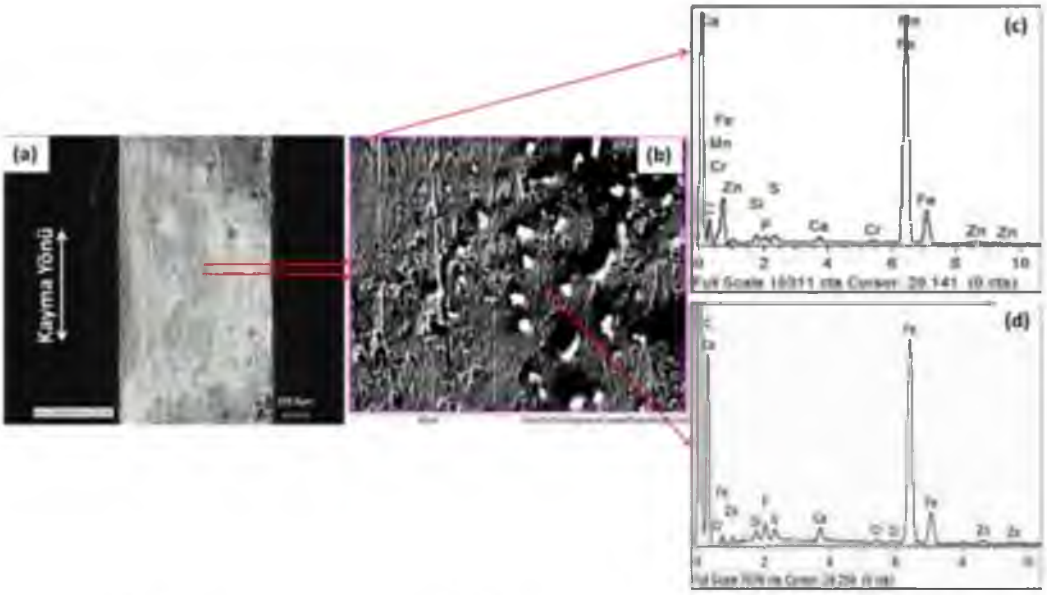


Şekil 41. Çinkofosfat kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 39'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 41. çinkofosfat kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 40'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. % kütlesel ve atomik olarak Zn, Ca, S ve P gibi yağ katkı elementlerinin tesbiti yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu göstermektedir. 3D yüzey pürüzlülüğü detaylı incelendiğinde 0.3µm mertebesindedir.

Segmanın çinkofosfat kaplı olması sebebiyle gerek segman ve gerekse silindir yüzeyinde oluşan tribofilmde Zn ve P yoğunluğu net bir şekilde X-Ray verilerinde görülmektedir. İstatistiksel olarak incelendiğinde diğer testlerden yüksek miktarda görülmektedir.

CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) Direk Sentez Yöntemi Grafen Kaplı Segman Ve Silindir Çifti – Tribometre Testi

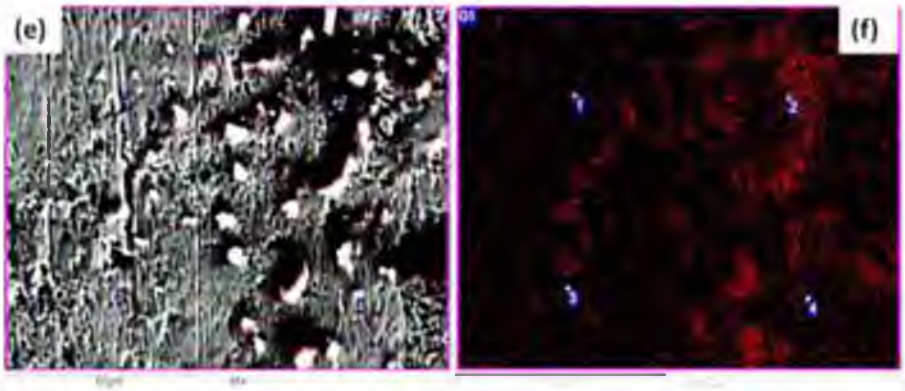


(c) G1

Element	Weight%	Atomic%
C K	16.19	57.37
Si K	0.51	0.78
P K	0.45	0.61
S K	0.44	0.59
Ca K	0.41	0.44
Cr K	0.32	0.26
Mn K	0.23	0.18
Fe K	51.27	39.08
Zn K	1.05	0.69
Totals	70.88	

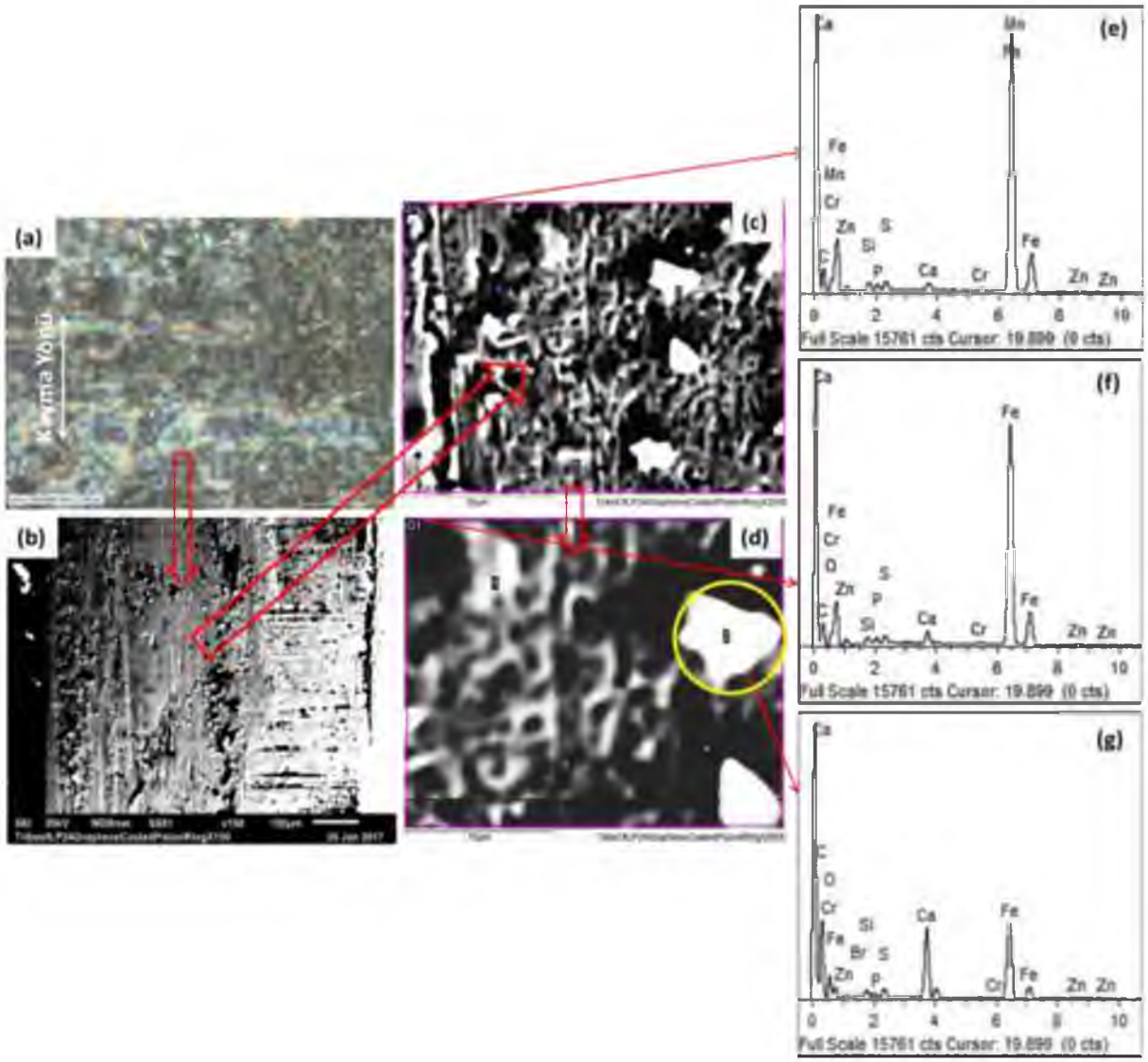
(d) 2

Element	Weight%	Atomic%
C K	39.16	86.66
Si K	0.26	0.24
P K	0.57	0.49
S K	0.35	0.29
Ca K	0.52	0.35
Cr K	0.17	0.08
Fe K	24.12	11.48
Zn K	0.99	0.4
Totals	66.14	



Şekil 42. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b) S.E.M. (c), (d) X-Ray analizleri ve G1 ve 2 noktalarındaki element dağılımı, (e) Genel haritalama (mapping), (f) Karbon haritalama (mapping).

Şekil 42 Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası düşük büyütmede S.E.M., X-Ray analizi ve G1 ve 2 noktalarındaki element dağılımı, Genel haritalama (mapping) ve Karbon haritalamayı (mapping) göstermektedir. Burada grafenin yapısı içinde bulunan C'nun motor yağı içerisinde bulunan Zn, P, Ca ve S katkı maddesi elementleri ile beraber hareket edip karışarak, kaynaşarak yüzeyde koruma etkinliğinin yarattığı tesbit edilmiştir. Şekil 42 (e) genel haritalamada tüm elementleri, Şekil 42 (f)'de ise kırmızı renkle gösterilen karbon'un yoğunlaştığı alanları göstermektedir.



Şekil 43. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 43 (a)'daki optik mikroskop görüntüsü, Şekil 42 (a)'dakine göre daha yüksek büyütmede alınmıştır. Şekil 42 (a)'da segmanın sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsü renklidir. Renkler katıklardan kaynaklanmakta, yeterli yüzey bozunması sayesinde

katkı maddelerinin sürtünen yüzeylerinde koruyucu film tabakası oluştuğunu göstermektedir. Şekil 42 (c)'de kayma yönünde oluşan abrazif çizgileri göstermektedir. Kaplamadaki grafen önemli rol oynamış, yapısı içinde bulunan C'nun motor yağı içerisinde bulunan Zn, P, Ca ve S katkı maddesi elementleri ile beraber hareket edip karışarak, kaynaşarak yüzeyde koruma etkinliğinin yarattığı tesbit edilmiştir. Şekil 43 (d), görüntüsünü beyaz renkle veren ve sarı halka içinde gösterilen gösterilen şekil değiştirmiş ve katıklar ile karışmış grafen yapısını göstermektedir.

(e) G1

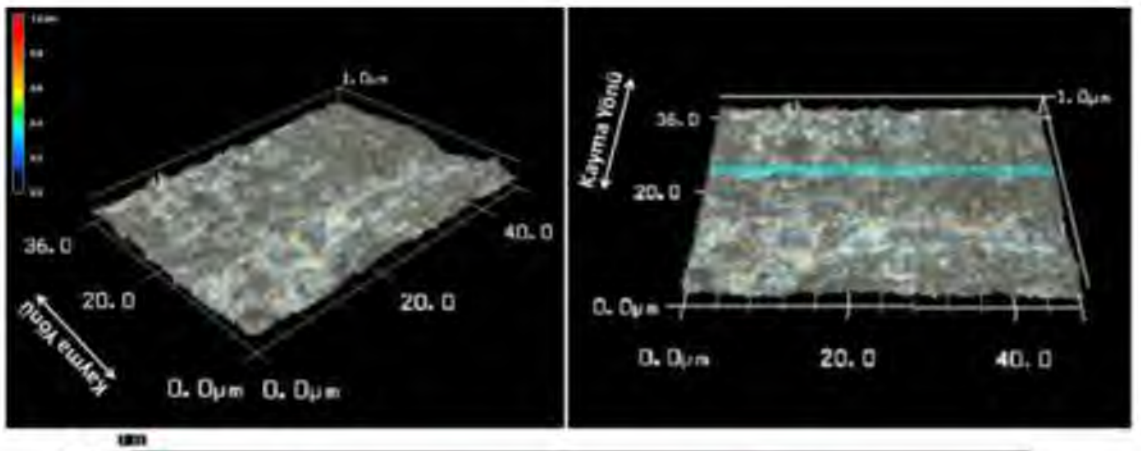
Element	Weight%	Atomic%
C K	13.45	54.52
Si K	0.46	0.8
P K	0.33	0.52
S K	0.44	0.67
Ca K	0.47	0.57
Cr K	0.36	0.33
Mn K	0.2	0.18
Fe K	47.77	41.64
Zn K	1.03	0.77
Totals	64.52	

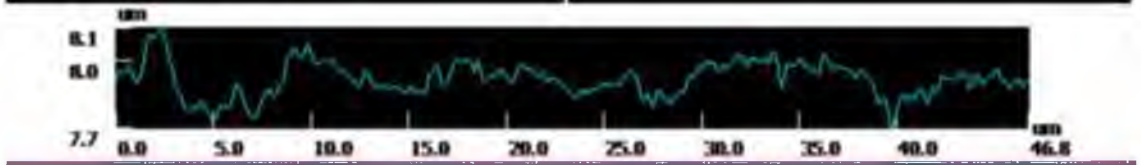
(f) G1

Element	Weight%	Atomic%
C K	12.15	50.67
O K	2.67	8.37
Si K	0.36	0.65
P K	0.32	0.52
S K	0.4	0.62
Ca K	0.78	0.98
Cr K	0.28	0.27
Fe K	41.39	37.14
Zn K	1.03	0.79
Totals	59.39	

(g) 2

Element	Weight%	Atomic%
C K	26.94	67.69
O K	9.86	18.6
Si K	0.31	0.34
P K	0.2	0.19
S K	0.44	0.42
Ca K	5.21	3.92
Cr K	0.17	0.1
Fe K	15.71	8.49
Zn K	0.38	0.18
Br L	0.2	0.07
Totals	59.42	

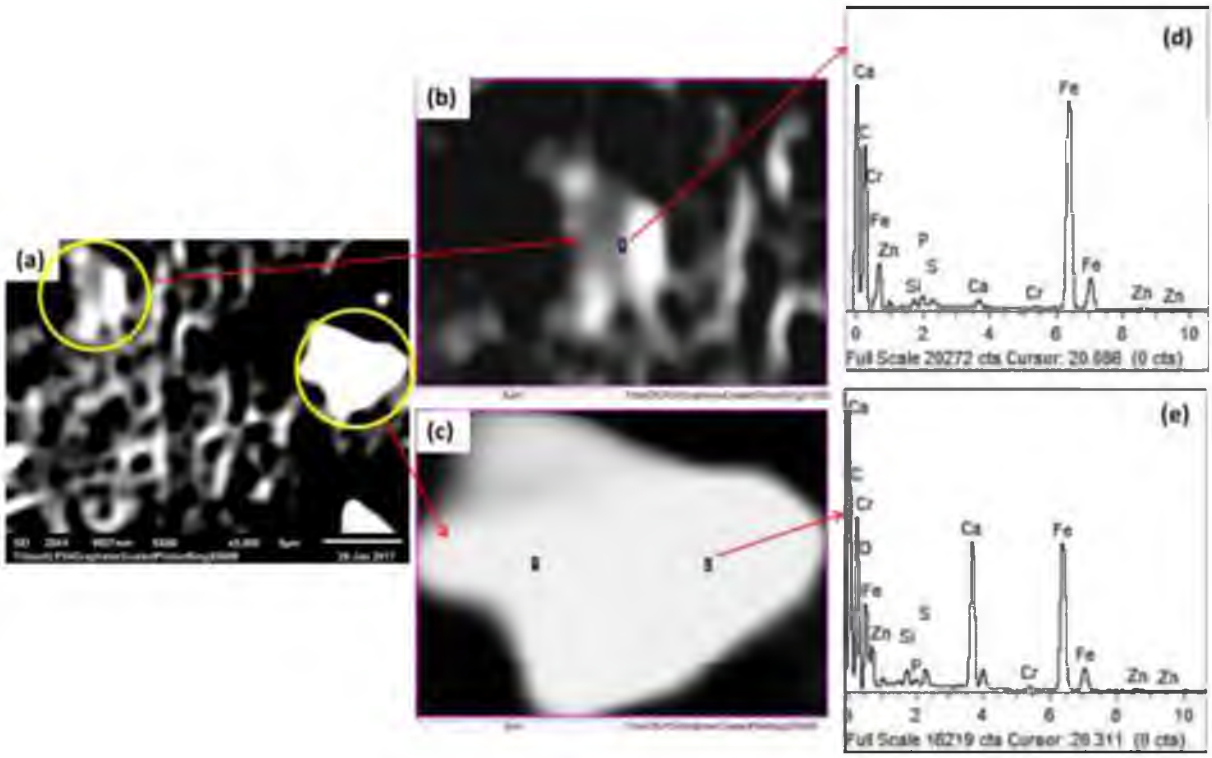




	Horz. dist.	Rp	Rv	Rt	Rz	Rc	Ra	Rq
All	46.8um	0.2um	0.2um	0.4um	0.4um	0.2um	0.1um	0.1um
Seg.1								

Şekil 44. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 43'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 44 Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 43'deki X-Ray analizi verilerini ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Bu segman ile yapılan birçok tekrarlı testlerde temas ettiği alanda sürtünme sonucunda % kütlesel ve atomik olarak grafenin karbon'u yanında Zn, Ca, P ve S gibi yağ katkı elementlerinin tesbiti yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu göstermektedir. 3D yüzey pürüzlülüğü 0.1µm yani 100nm mertebesindedir.



Şekil 45. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 43 (d)'deki görüntüsünü beyaz renkle veren ve sarı halkalar içinde gösterilen grafenin X10000 gibi yüksek büyütmedeki (a), (b) ve (c) SEM, (d) ve (e) X-Ray analizleri.

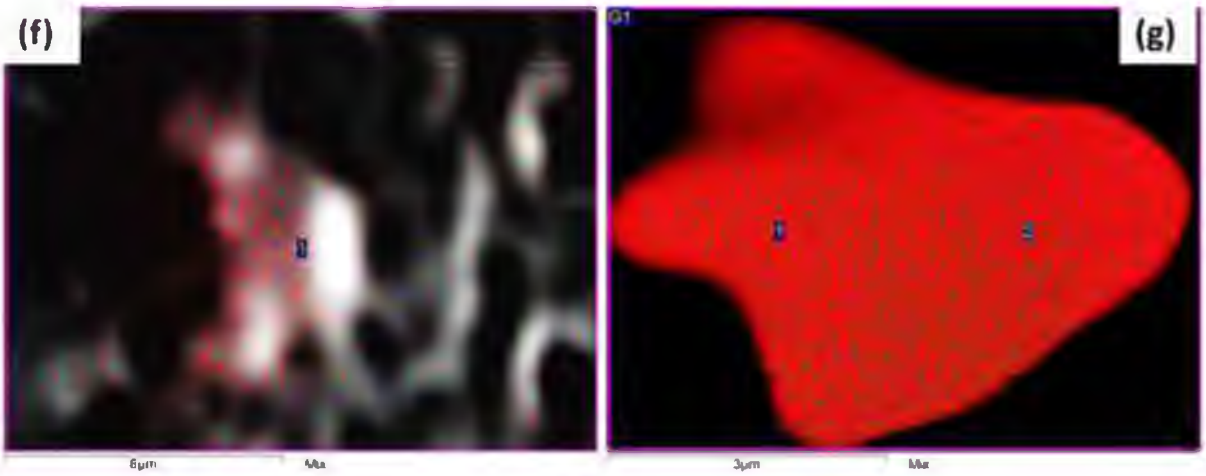
Şekil 45, Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 43 (d)'deki görüntüsünü beyaz renkle veren ve sarı halkalar içinde gösterilen grafenin X10000 gibi yüksek büyütmedeki SEM ve X-Ray analizlerini göstermektedir.

(d) G1

Element	Weight%	Atomic%
C K	28.7	67.34
Si K	0.5	0.5
P K	0.51	0.46
S K	0.56	0.49
Ca K	0.45	0.32
Cr K	0.36	0.19
Mn K	0.25	0.13
Fe K	59.24	29.9
Zn K	1.54	0.66
Totals	92.11	

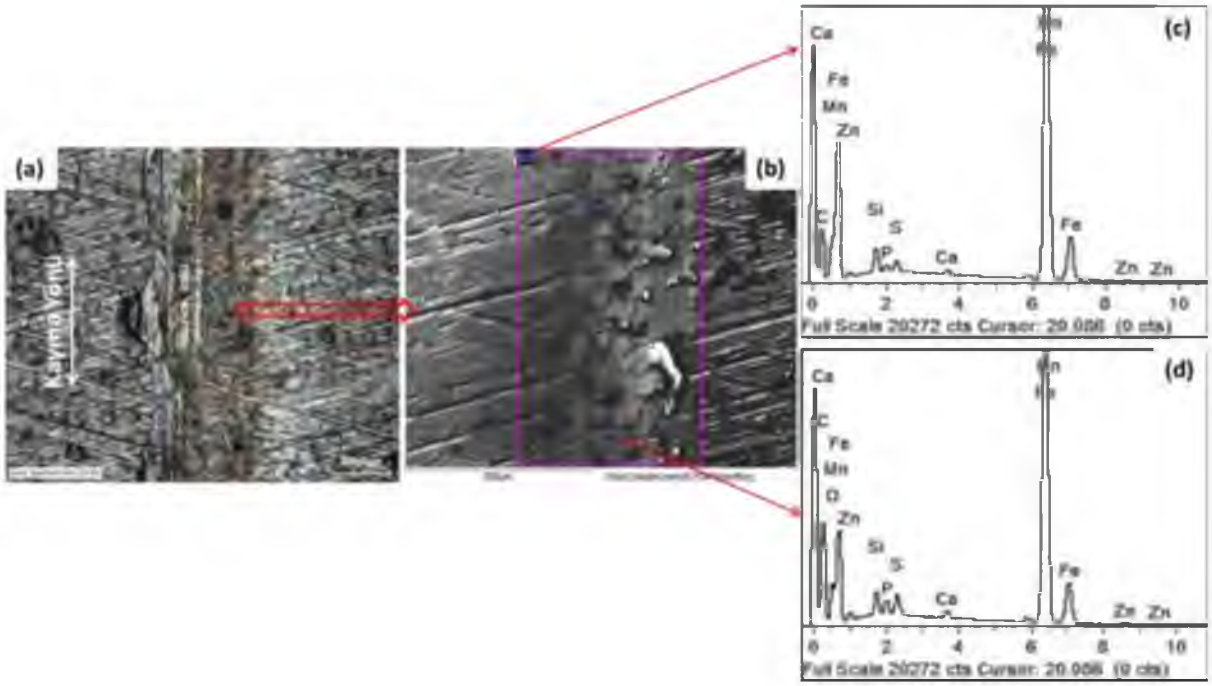
(e) 2

Element	Weight%	Atomic%
C K	54.1	60.72
O K	32.24	27.16
Si K	0.77	0.37
P K	0.37	0.16
S K	0.81	0.34
Ca K	10.88	3.66
Cr K	0.34	0.09
Fe K	30.36	7.33
Zn K	0.8	0.16
Totals	130.68	



Şekil 46. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 45 (b) ve (c)'deki G1 ve 2 noktalarındaki element dağılımı, (f) Genel haritalama (mapping), (f) Karbon haritalama (mapping).

Şekil 46, Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 45 (b) ve (c)'deki G1 ve 2 noktalarındaki element dağılımını, genel haritalama (mapping) ve karbon haritalama (mapping)'lerini göstermektedir. Genel haritalama, sürtünme esnasında, grafen kaplamanın yüzeyi koruduğunu, grafenin yapısı içinde bulunan C'nun motor yağı içerisinde bulunan Zn, P, Ca ve S katkı maddesi elementleri ile birlikte çalışarak karışması suretiyle yüzeyde koruma etkinliğini yarattığı tesbit edilmiştir. Şekil 46 (f) ise daha yüksek büyütmede görüntülenen Şekil 45 (c)'deki grafenin kırmızı renkle gösterilen karışımda atomik olarak % 70'lere varan karbondan oluştuğunu göstermektedir.



Şekil 47. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın altında çalışan silindirin 60N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b) S.E.M, (c) ve (d) X-Ray analizi.

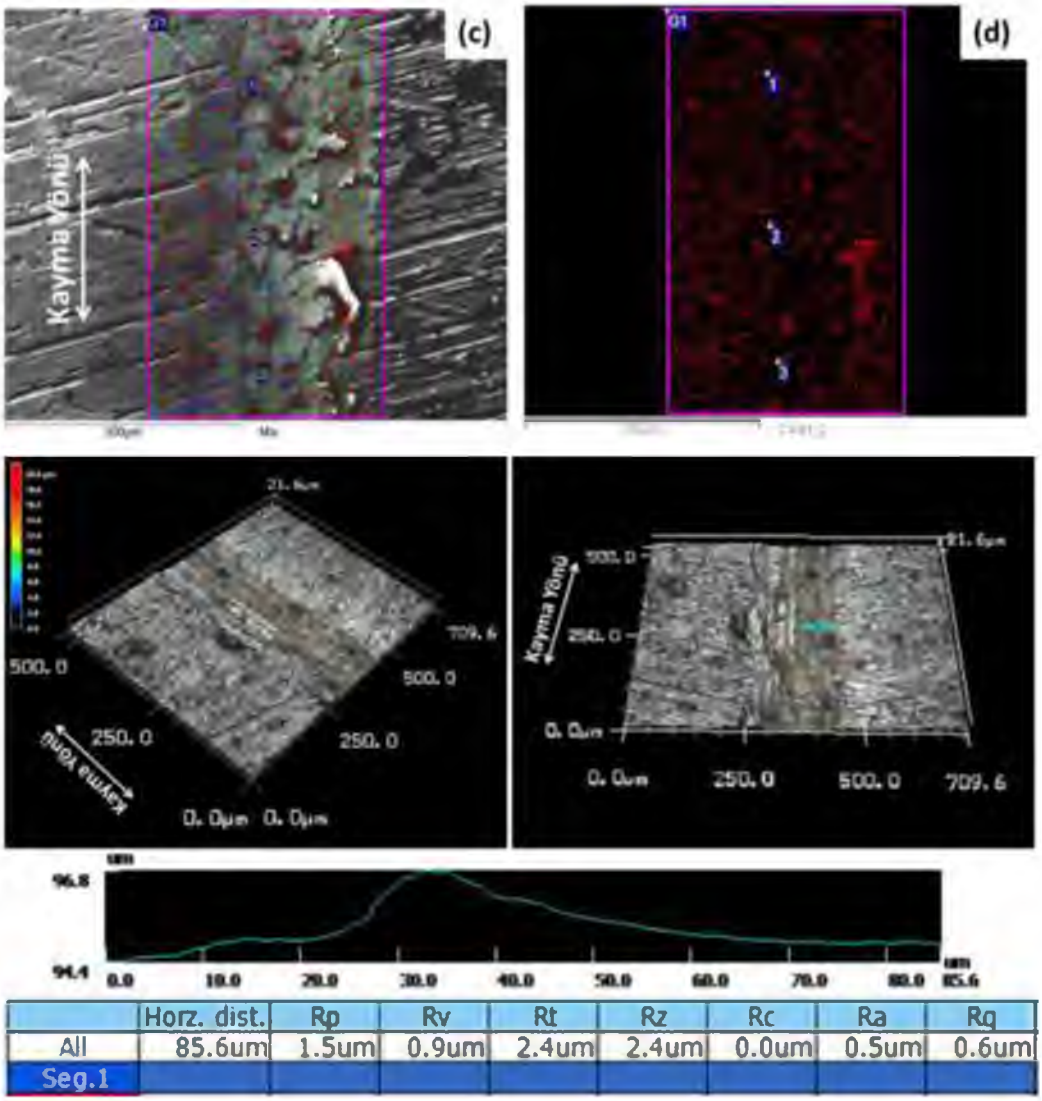
Düşük büyütmede ölçülen Şekil 47 (a)'da sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsü renklidir. Renkler katıklardan kaynaklanmakta, yeterli yüzey bozunması sayesinde katkı maddelerinin sürtünen yüzeylerinde koruyucu film tabakası oluştuğunu göstermektedir. Motor yağı katkı maddelerinin yüzeyde koruma tabakası niteliğinde Tribofilm oluşturabilmesi için iki ana proses bulunmaktadır. Bunlar Mekanik ve Kimyasal prosestir. Yüzey bozunması Mekanik proses ile meydana gelir. Bu da Kimyasal reaksiyonu tetikler ve oluşturur. Sınır yağlama şartları altında bu reaksiyon, termik aktivasyon (sıcaklığın) da etkisi ile katkı maddesi tabakasını oluşturmaya yardım eder. Malzeme, pürüzsüz ve düzgün, geniş çaplı temas alanı, mükemmel aktive edilmiş yüzey için uygun yeterli yüzey bozunması tüm aşınma pistini koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşturmaktadır. Şekil 47 (a)'daki yüzeyin SEM görüntüsü Şekil 47 (b)'de düşük büyütmede gösterilmiştir. Bu yüzey pürüzsüz ve düzgün, geniş çaplı temas alanı, mükemmel aktive edilmiş yüzeydir ve koruyucu film tabakası oluşmuştur.

(c) G1

Element	Weight%	Atomic%
C K	32.39	65.18
Si K	1.77	1.52
P K	0.47	0.37
S K	0.76	0.58
Ca K	0.43	0.26
Mn K	0.67	0.3
Fe K	73.05	31.62
Zn K	0.5	0.19
Totals	110.04	

(d) 3

Element	Weight%	Atomic%
C K	52.18	65.85
O K	13.19	12.49
Si K	1.57	0.85
P K	1.09	0.53
S K	1.32	0.62
Ca K	0.61	0.23
Mn K	0.69	0.19
Fe K	70.13	19.03
Zn K	0.86	0.2
Totals	141.63	

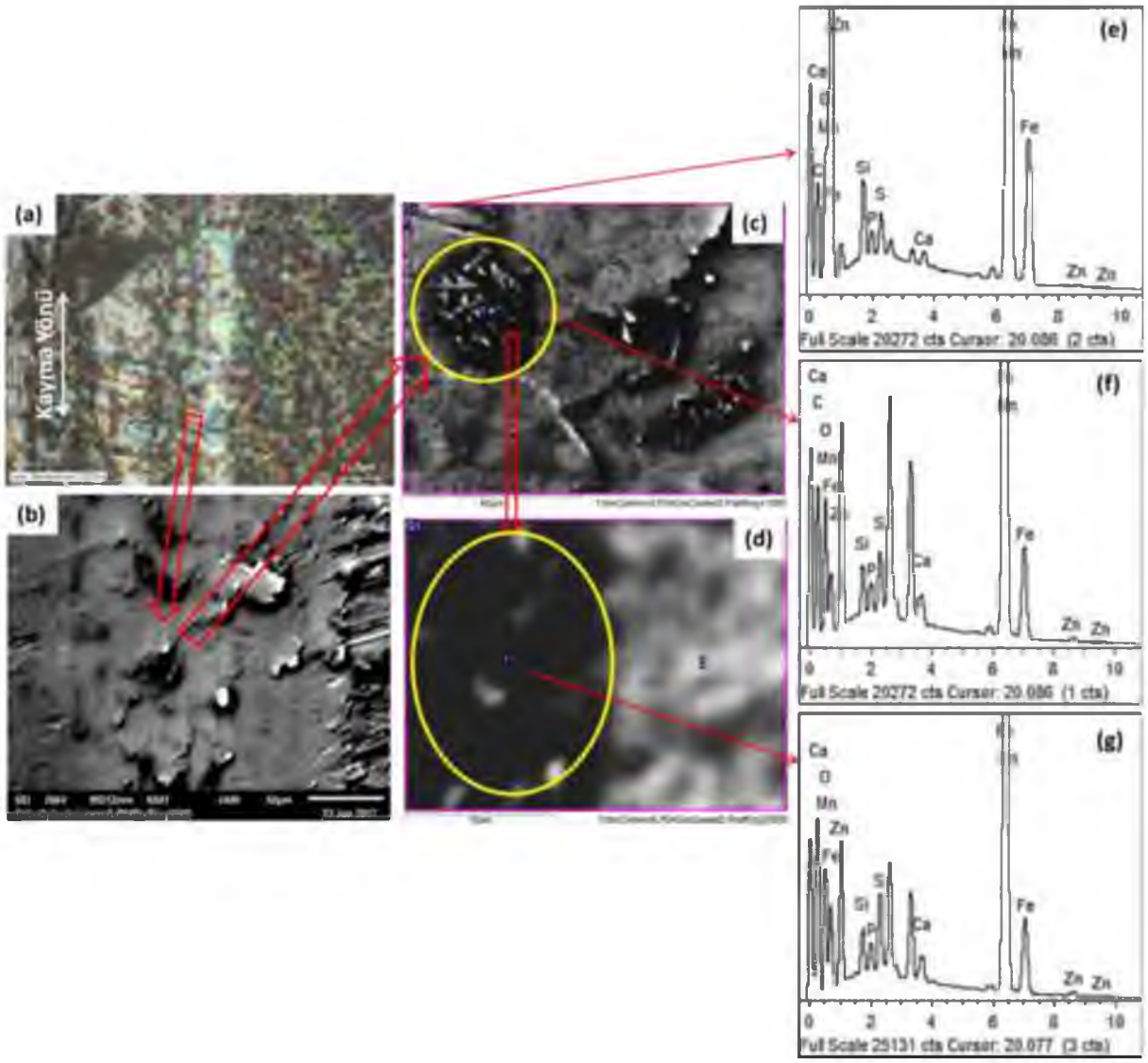


	Horz. dist.	Rp	Rv	Rt	Rz	Rc	Ra	Rq
All	85.6um	1.5um	0.9um	2.4um	2.4um	0.0um	0.5um	0.6um
Seg.1								

Şekil 48. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 47 (b)'deki G1 ve 3 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element

dağılımı,(c) Genel haritalama (mapping), (d) Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 48 Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 47 (b)'deki G1 ve 3 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, Genel haritalama (mapping), Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Şekil 27'deki kaplamasız segmana göre yapılan testlerde % atomik olarak C miktarı ortalama %25'lerden % 65'lere çıkarak grafenin varlığı ve diğer Zn, P, Ca ve S gibi katıklar ile karışarak yüzeyde koruyucu tabaka oluşturduğu Şekil 48 (c)'deki genel haritalama ile tesbit edilmiştir. Şekil 48 (d)'deki kırmızı alanlarını gösteren Karbon haritalaması Grafenin varlığını net bir şekilde göstermektedir. Üç boyutlu görüntüde kısa yeşil çizgi ile gösterilen aşınma izi üzerinde ölçülen ortalama yüzey pürüzlülüğü 0.5 µm yani 500nm mertebesindedir.



Şekil 49. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın altında çalışan silindirin 60N, 100°C'de tribometre testi sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 49, Şekil 47'ye göre daha büyük büyütmede Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın altında çalışan silindirin 60N, 100°C'de tribometre testi sonrası Optik Mikroskop, S.E.M ve X-Ray analizilerini göstermektedir. Şekil 49 (a)'da kayma yönünde sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsü renkli olup bu renkler katıklardan kaynaklanmaktadır. Segmanın silindir üzerinde yarattığı ve homojen dağılım gösteren aşınma izi üzerinde abrazif çizgiler arasınsa bulunan Şekil 49 (c) ve (d)'de sarı renkli halka içinde gösterilen siyah lekeler grafen parçacıkları olup yüzeyde diğer katıklarla birlikte tribofilm koruyucu tabaka oluşturmuştur.

(e) G1

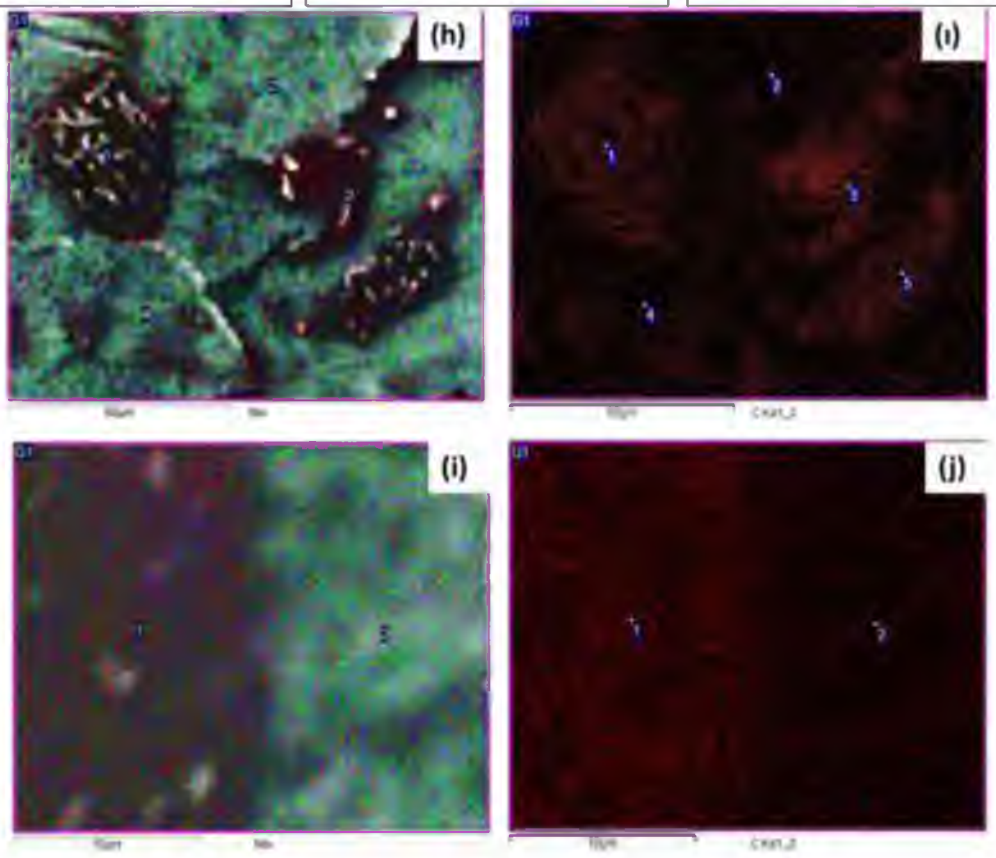
Element	Weight%	Atomic%
C K	71.47	45.34
O K	30.92	14.72
Si K	6.44	1.75
P K	2.19	0.54
S K	3.55	0.84
Ca K	1.27	0.24
Mn K	2.27	0.31
Fe K	264.36	36.06
Zn K	1.62	0.19
Totals	384.1	

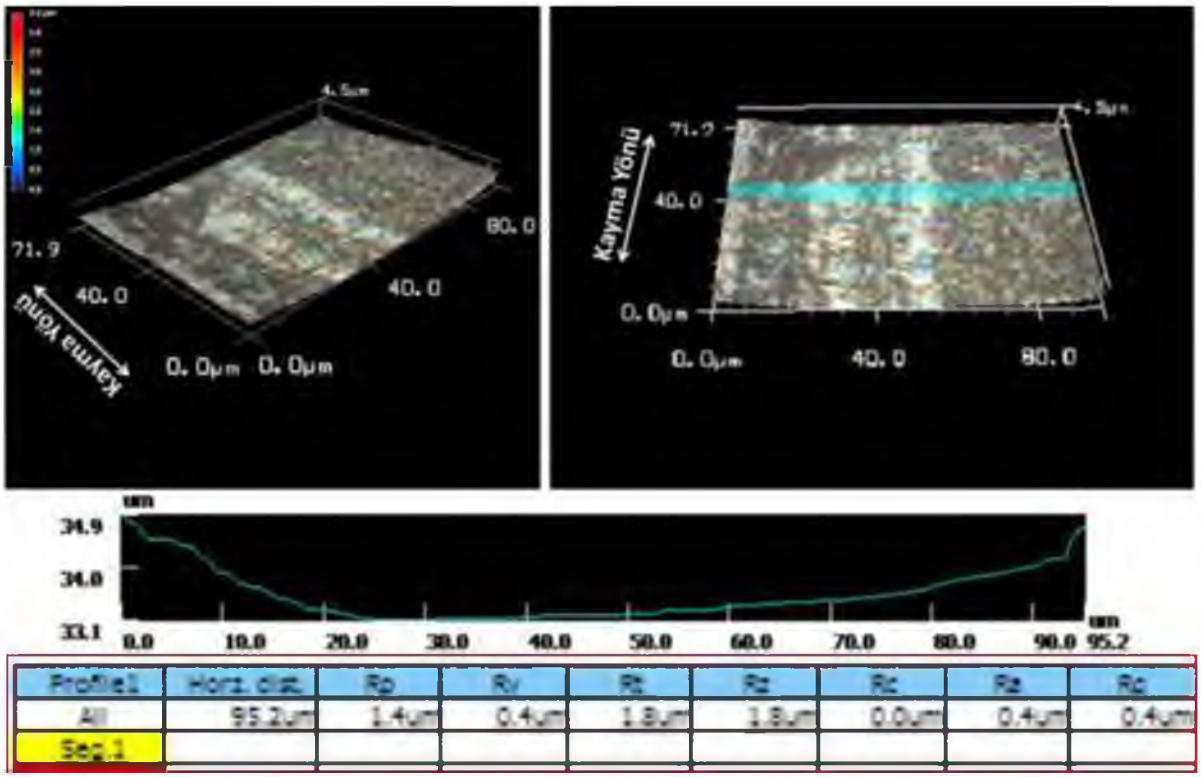
(f) 1

Element	Weight%	Atomic%
C K	95.21	54.63
O K	45.85	19.75
Si K	3.83	0.94
P K	2.54	0.57
S K	5.84	1.26
Ca K	2.29	0.39
Mn K	1.8	0.23
Fe K	178.1	21.98
Zn K	2.53	0.27
Totals	337.99	

(g) 1

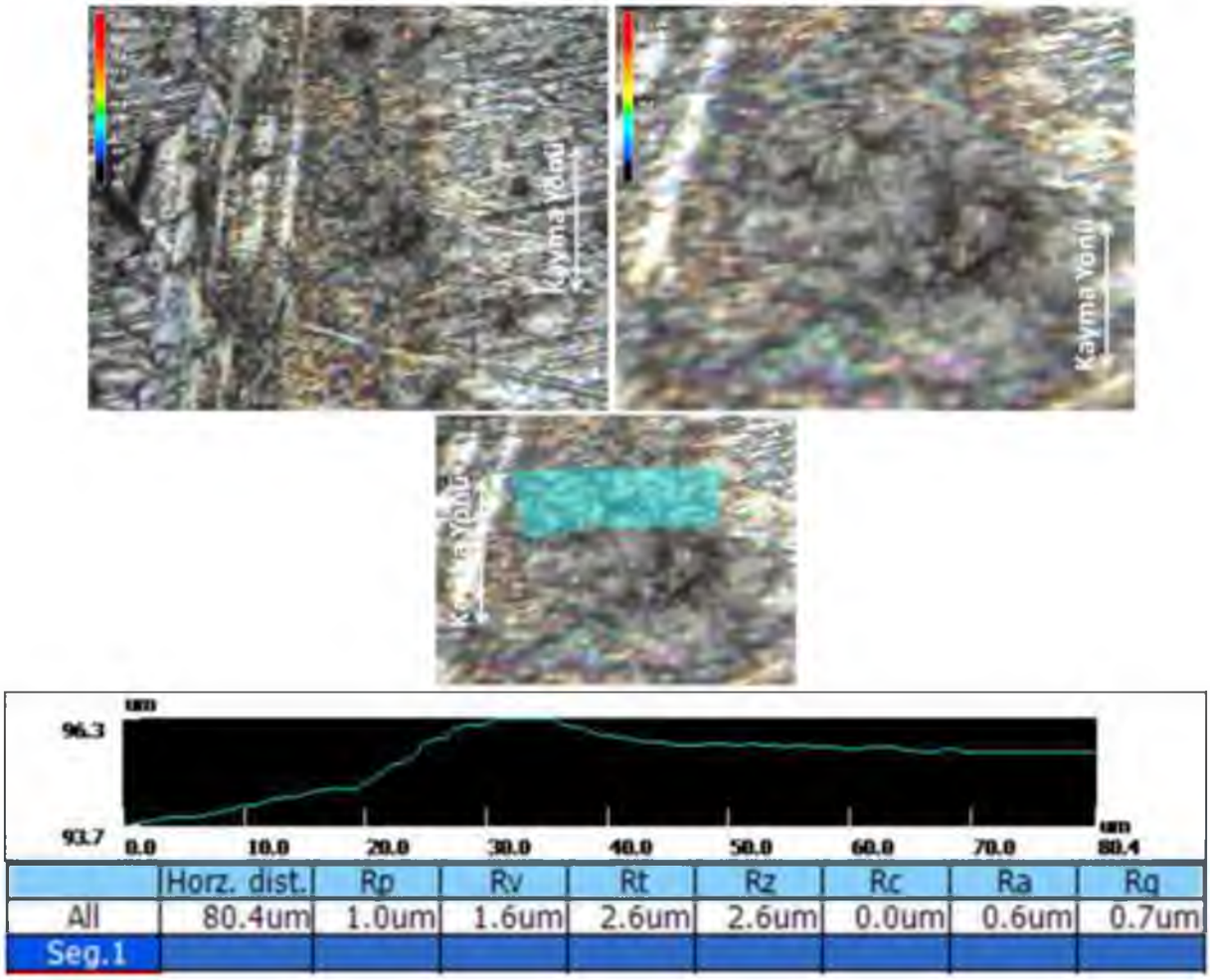
Element	Weight%	Atomic%
C K	129.41	59
O K	56.28	19.26
Si K	4.32	0.84
P K	3.03	0.54
S K	8.57	1.46
Ca K	2.97	0.41
Mn K	1.37	0.14
Fe K	184.7	18.11
Zn K	2.92	0.24
Totals	393.59	





Şekil 50. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 49 (c) ve (d)'deki G1 ve 1 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, (h) (i) Genel haritalama (mapping), (ı) (j) Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 50, Şekil 48'e göre daha büyük büyütmede Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası Şekil 49 (c) ve (d)'deki G1 ve 1 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, Genel haritalama (mapping), Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyası göstermektedir. Genel haritalamada, Şekil 50 (h) ve (i), Şekil 49 (c) ve (d)'de sarı renkli halka içinde gösterilen grafen parçacıklarının diğer katıklar ile karıştığını, küçük bir mikro alanda dahi % atomik olarak C miktarının ortalama %50'lerde olup diğer Zn, P, Ca ve S gibi katılar ile karışarak yüzeyde koruyucu tabaka oluşturduğu tesbit edilmiştir. Şekil 50 (ı) ve (j) ise Karbon haritalamadaki kırmızı adacıkların Grafenin yoğunluğunu önemli derecede göstermektedir. Üç boyutlu görüntüde uzun yeşil çizgi ile gösterilen aşınma izi üzerinde ölçülen ortalama Tribofilm yüzey pürüzlülüğü 0.4 µm yani 400nm mertebesindedir.



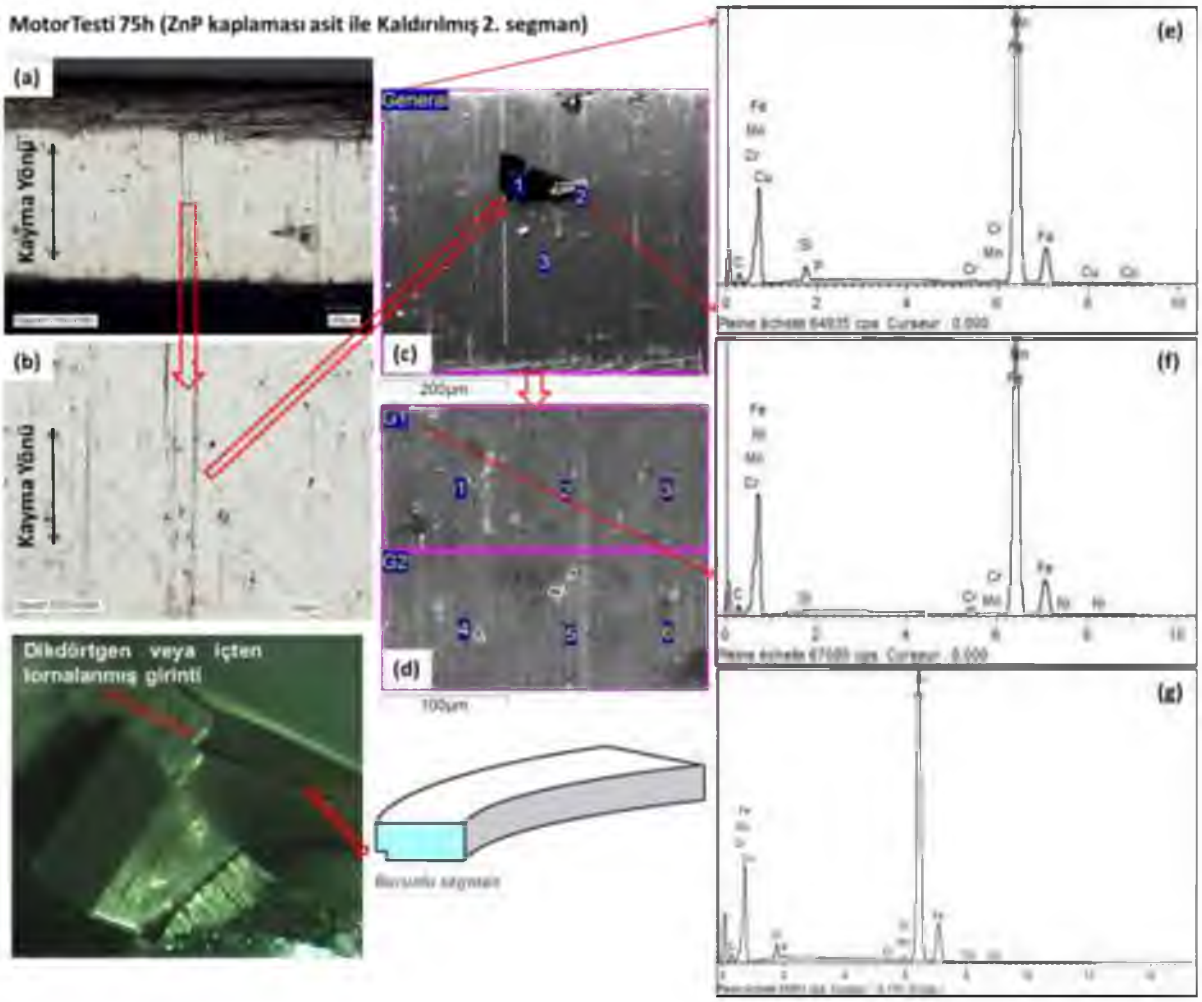
	Horz. dist.	Rp	Rv	Rt	Rz	Rc	Ra	Rq
All	80.4um	1.0um	1.6um	2.6um	2.6um	0.0um	0.6um	0.7um
Seg.1								

Şekil 51. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası aşınma izinin optik mikroskobu ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 51, Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası aşınma izinin optik mikroskobu ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Katkı maddeleri ile karışan Grafen koruyucu tabakası üzerinden alınan uzun yeşil çizgi ile gösterilen Tribofilm yüzey pürüzlülüğü 0.6 µm yani 600nm mertebesindedir.

3.4.2 Motor Testleri

Kaplamasız (Kaplaması Asit yoluyla kaldırılmış) Segman ve Silindir Çifti – Motor Testi



Şekil 52. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Honda GX 270 motoruna ait kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman motordaki ZnP (çinko fosfat) kaplı segmanla yer değiştirilerek 75h süreyle ömür testi deneyine tabi tutulmuştur. Bu segman Burunlu segman tipi olup yağ sıyırma fonksiyonlu 2. kompresyon segmanıdır. Bu tip segmanlar çift fonksiyona sahiptir. Gaz sızdırmazlığı sağlanırken kompresyon segmanını ve yağ filmi ayarlanırken yağ sıyırma segmanını desteklerler. Burunlu segmanda segmanın çalışma yüzeyinin alt kenarı, gaz sızdırmazlığının yanında yağ sıyırma etkisine de sahip olan dikdörtgen veya içten tornalanmış girinti ile donatılmıştır. Girinti, sıyrılan yağın yağ karterine geri gitmeden önce içinde toplanabildiği belli bir hacmi

oluşturur. Burunlu segman birçok motor modelinde ikinci kompresyon segmanı olarak kullanılmaktadır.

Şekil 52 (a) ve (b) sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsüdür. Renkli görüntü yoktur ve katkı maddelerinin koruyucu film tabakası oluşmamıştır. Şekil 52 (c) ve (d) ise segmanın SEM görüntüleri olup kayma yönünde birbirine paralel abrazyon çizgileri net bir şekilde görülmektedir. SEM görüntülerine bağlı 52 (e), (f) ve (g)'de katkı maddeleri tesbit edilmemiştir. Bunun anlamı sınır yağlama şartları altında gerekli reaksiyon koşulları oluşmamış, abrazyon aşınmasının (abrazif çizgilerin) pürüzsüz ve düzgün, mükemmel aktive edilmiş uygun yüzey koşulları için yeterli yüzey bozunması sağlamadığından sürtünen yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşmamıştır.

SEM analizi esnasında ve aynı anda X-Ray speklerinde tanımlanan G (genel), 1, 2, 3, 4 gibi rakamlar ise noktasal X-Ray'dir. Ayrıca G (genel) G1, G2 gibi farklı alanları çerçeve içine alarak yüzeydeki elementleri belirlemektedir.

(e) General

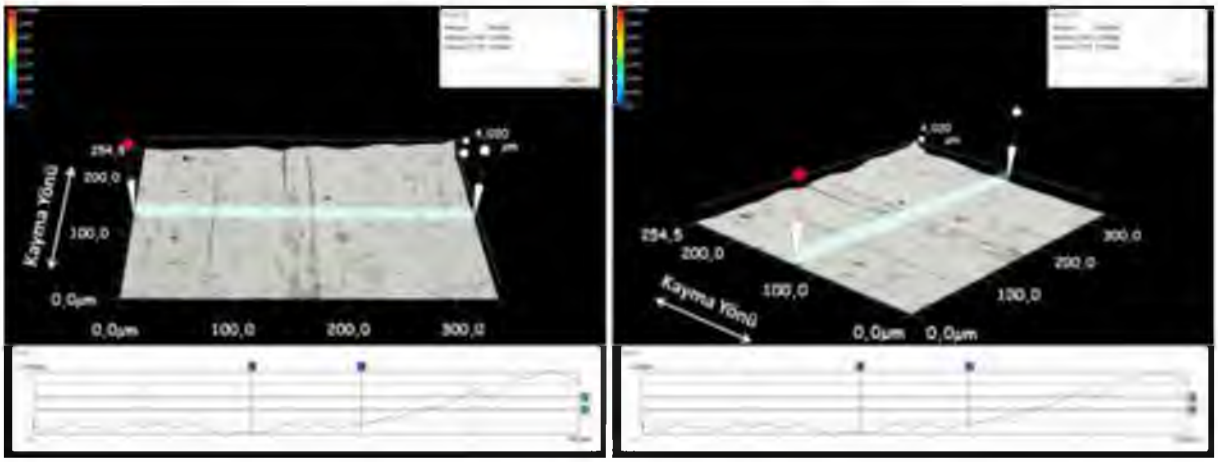
Element	%Mass	%Atomic
C	15.45	45.19
Si	2.36	2.95
P	0.37	0.42
Cr	0.3	0.2
Mn	0.53	0.34
Fe	80.44	50.59
Cu	0.56	0.31
Total	100	

(f) 2

Element	%Mass	%Atomic
C	14.78	44.48
Si	0.47	0.61
Cr	1.04	0.72
Mn	0.33	0.22
Fe	83.26	53.9
Ni	0.12	0.08
Total	100	

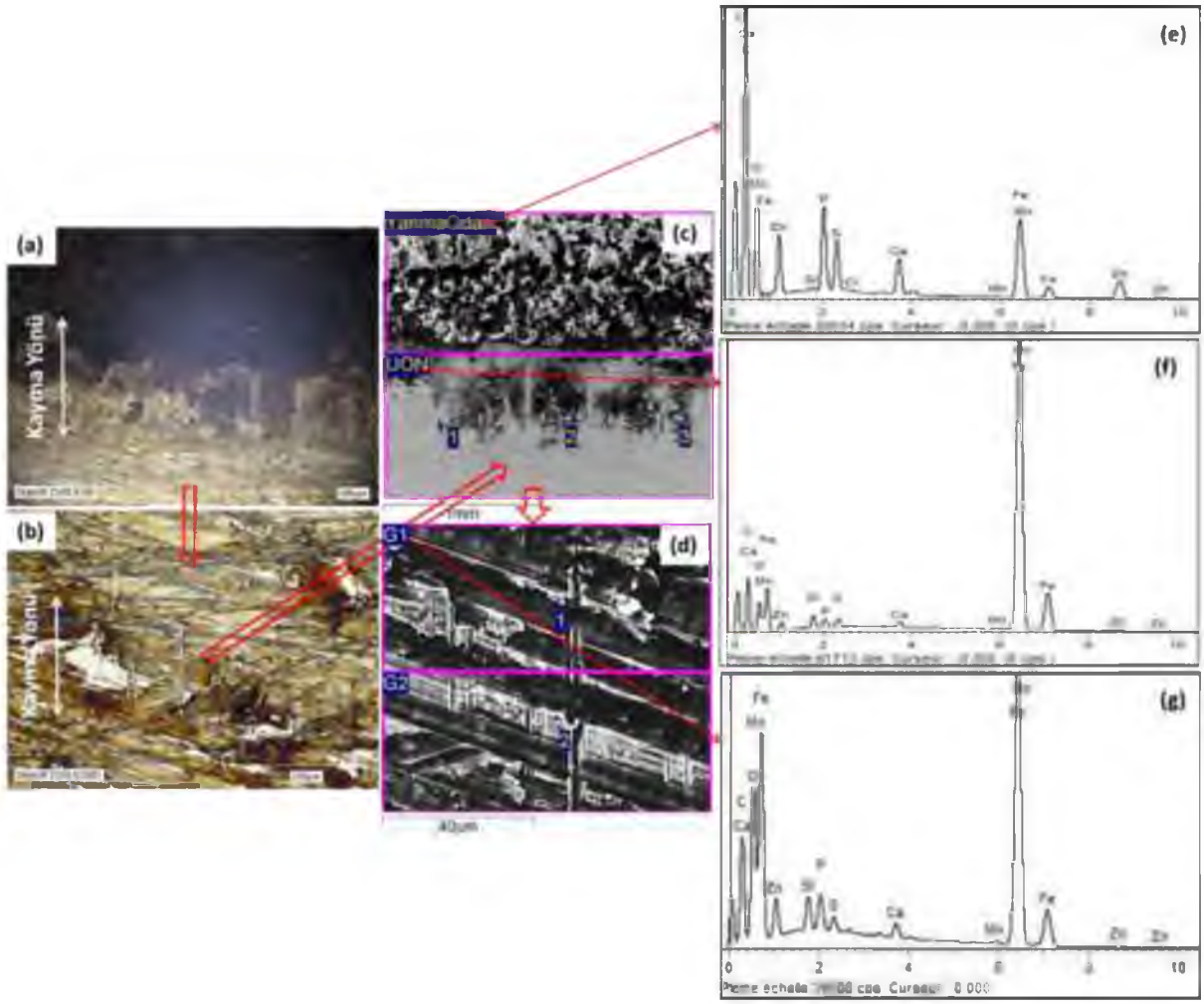
(g) G1

Element	%Mass	%Atomic
C	12.81	39.84
Si	2.45	3.26
P	0.47	0.56
Cr	0.3	0.22
Mn	0.58	0.4
Fe	82.85	55.41
Cu	0.53	0.31
Total	100	



Şekil 53. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası Şekil 52'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 53 kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası Şekil 52'deki X-Ray analizi verilerini ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Temas ettiği alanda sürtünme sonucunda % kütlesel ve atomik olarak Fe, Mn, Si Cr gibi segman malzemesindeki elementler tesbit edilmiştir. 3D yüzey pürüzlülüğü 0.693/2= 0.346µm mertebesindedir.



Şekil 54. Kaplaması kaldırılmış 2. Segman ile çalışan Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 54 (a) ve (c)'de üst koyu renkli kısım yanma odası, alt kısım ÜÖN'nın optik ve SEM görüntülerini vermektedir. Motorda yanma sonucu oluşan karbon birinkintileri kalsiyum başta olmak üzere, kalsiyum sülfat, kurum, oksidasyon sonucu reçine ve lak (vernik) teşekkülü, kalsiyum karbonat ve çeşitli katkı maddeleri yanma odasında ve piston üzerinde birikmektedir. Şekil 54 (e) spektrasında Zn, P, S, Ca ve Cl pikleri yüksek mertebededir.

Motorlarda en fazla sürtünme-aşınma sıkıştırma stroku sonunda yanma başlangıcında Üst Ölü Noktada piston, segman ile silindir cidarı arasında meydana geldiği bilinmektedir. Burada

sızdırmazlığın sağlanması sınır yağlama koşullarında oluşmaktadır. Şekil 54 (b) ve (d) ise ÜÖN'nın optik ve SEM görüntülerini vermektedir. Silindir yüzeyi kayma yönünde kırmızı okların gösterdiği alanda abrazif izlerle honlama işleme çizgileri çapraz karşılaşarak aralarında katkı maddeleri yüzeyi korumuştur. Dolayısı ile sınır yağlama şartları altında gerekli reaksiyon koşulları oluşmuş, abrazyon aşınmasının (abrazif çizgilerin) pürüzsüz ve düzgün, mükemmel aktive edilmiş uygun yüzey koşulları için yeterli yüzey bozunması sağlandığından sürtünen yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşmuştur.

(e) Yanma Odası

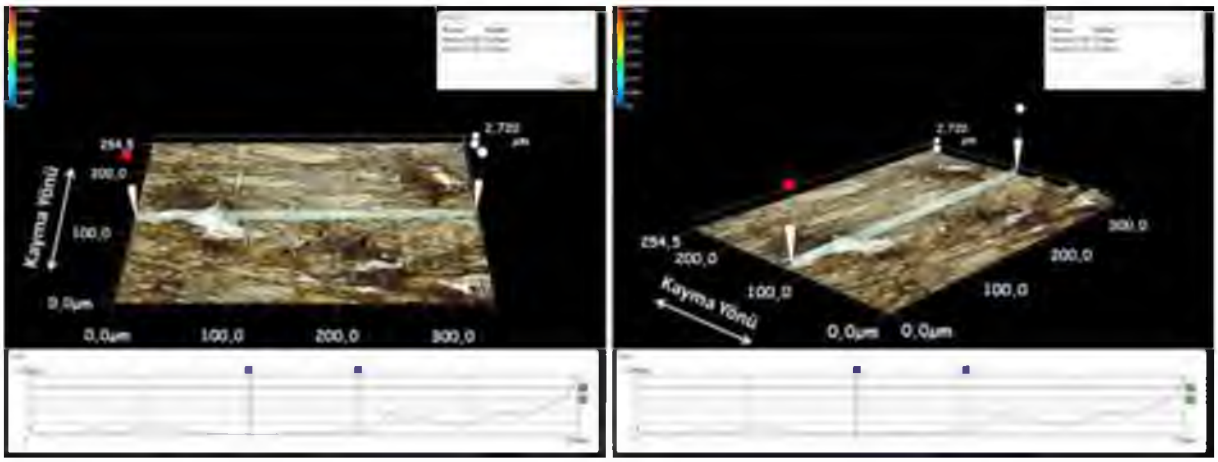
Element	%Mass	%Atomic
C	60.59	72.99
O	24.78	22.41
Si	0.1	0.05
P	2.37	1.11
S	1.39	0.63
Cl	0.08	0.03
Ca	1.21	0.44
Mn	0.08	0.02
Fe	6.34	1.64
Zn	3.06	0.68
Total	100	

(f) ÜÖN

Element	%Mass	%Atomic
C	34.34	62.49
O	11.34	15.49
Si	0.93	0.73
P	0.65	0.46
S	0.55	0.38
Ca	0.39	0.21
Mn	0.34	0.13
Fe	50.81	19.89
Zn	0.65	0.22
Total	100	

(g) G1

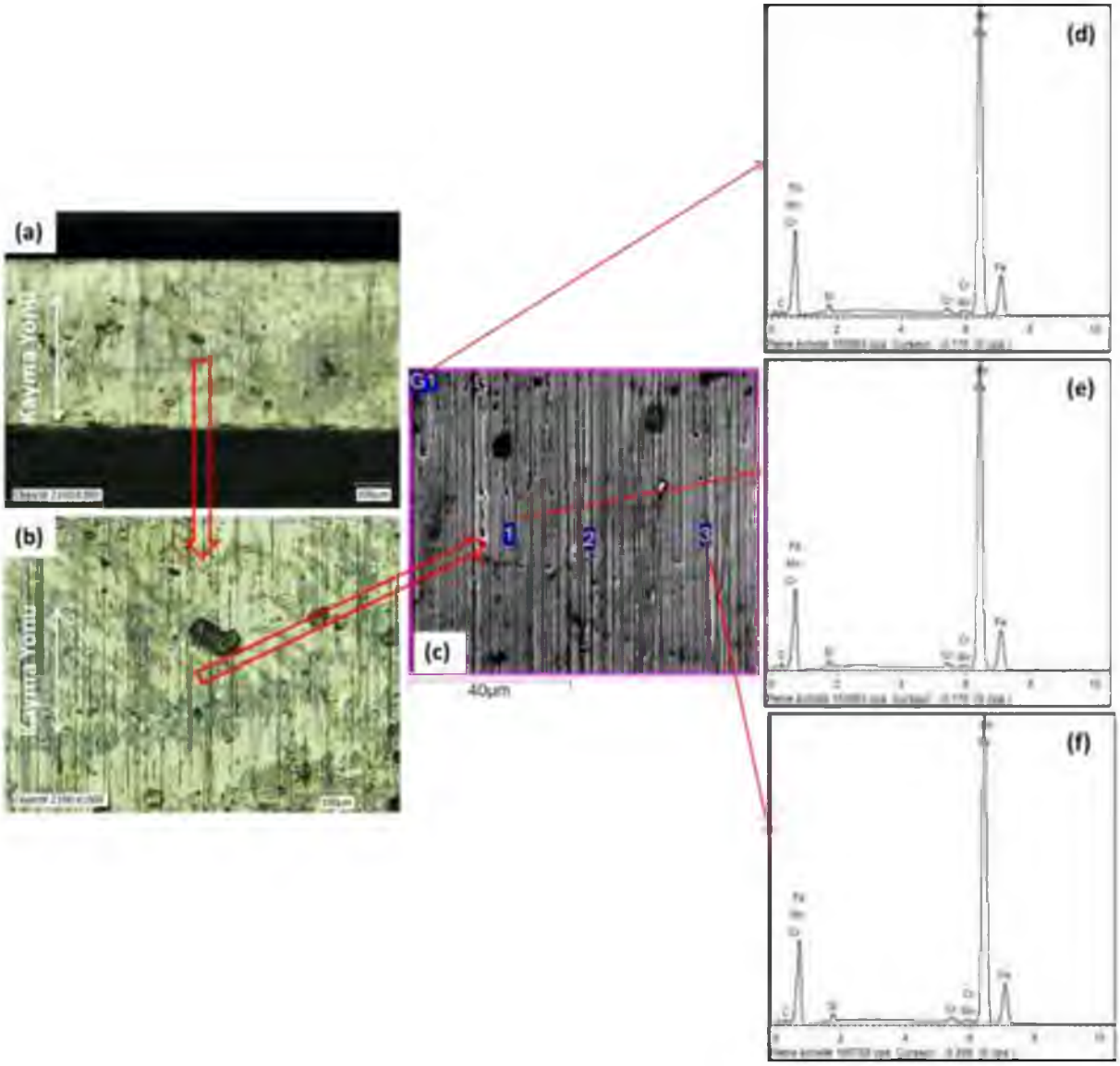
Element	%Mass	%Atomic
C	19.64	44.27
O	12.84	21.74
Si	1.26	1.21
P	1.54	1.35
S	0.64	0.54
Ca	0.83	0.56
Mn	0.48	0.24
Fe	58.07	28.15
Zn	4.7	1.95
Total	100	



Şekil 55. Kaplaması kaldırılmış 2. Segman ile çalışan Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 54'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 55 kaplaması kaldırılmış 2. Segman ile çalışan Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 53'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Temas ettiği alanda sürtünme sonucunda % kütlesel ve atomik olarak Zn, P, S ve Ca gibi yağ katkı elementlerinin tesbiti yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu göstermektedir. Şekil 54 (f) ve (g) speklerindeki Zn, P oranları oldukça yüksektir. 3D yüzey pürüzlülüğü 0.768/2=0.384µm mertebesindedir.

Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik ticari motor yağına katılması) (1. Gelişme raporunda CVD Grafen Kaplama başarısızdır, *B planı* uygulanmıştır) – Motor Testi



Şekil 56. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) S.E.M, (d), (e) ve (f) X-Ray analizi.

Şekil 56 (a) ve (b) sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsüdür. Renkli görüntü yoktur ve katkı maddelerinin koruyucu film tabakası oluşmamıştır. Testin bitiminde grafen nanopartikül ile çalışmış numuneler iso-propanol ile yıkanarak kurutulmuş ve yüzey analizi yapılmıştır. Bu numunelerin heptan veya hegzan ile yıkanması sakıncalı olup yüzey hasarına neden olmaktadır. Yüzey ultrasonik temizleme cihazında iso-propanol ile yıkanıp kurutulmasına rağmen Grafen nanopartikülleri yapışık bir şekilde kalmaktadır. Şekil 56 (c) ise

segmanın SEM görüntüsü olup kayma yönünde birbirine paralel belirgin abrazyon çizgileri net bir şekilde görülmektedir. SEM görüntüsüne bağlı Şekil 56 (d), (e) ve (f)'de katkı maddeleri tesbit edilmemiştir. Bunun anlamı sınır yağlama şartları altında gerekli reaksiyon koşulları oluşmamış, abrazyon aşınmasının (abrazif çizgilerin) pürüzsüz ve düzgün, mükemmel aktive edilmiş uygun yüzey koşulları için yeterli yüzey bozunması sağlamadığından sürtünen yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşmamıştır.

(d) G1

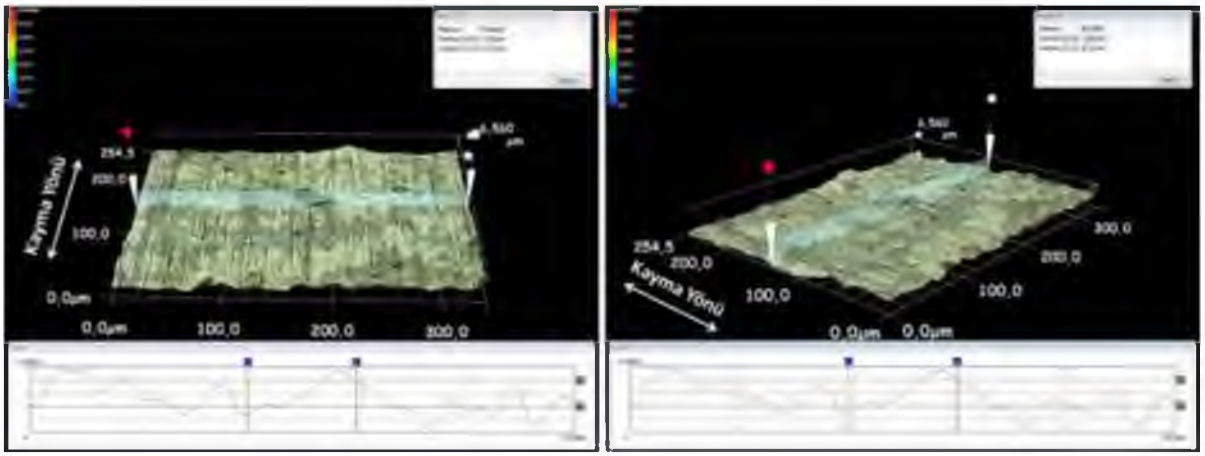
Element	%Mass	%Atomic
C	6.94	25.43
Si	1.49	2.33
Cr	0.71	0.6
Mn	0.68	0.55
Fe	90.18	71.09
Total	100	

(e) 1

Element	%Mass	%Atomic
C	11.14	36.49
Si	1.27	1.78
Cr	0.67	0.51
Mn	0.63	0.45
Fe	86.28	60.77
Total	100	

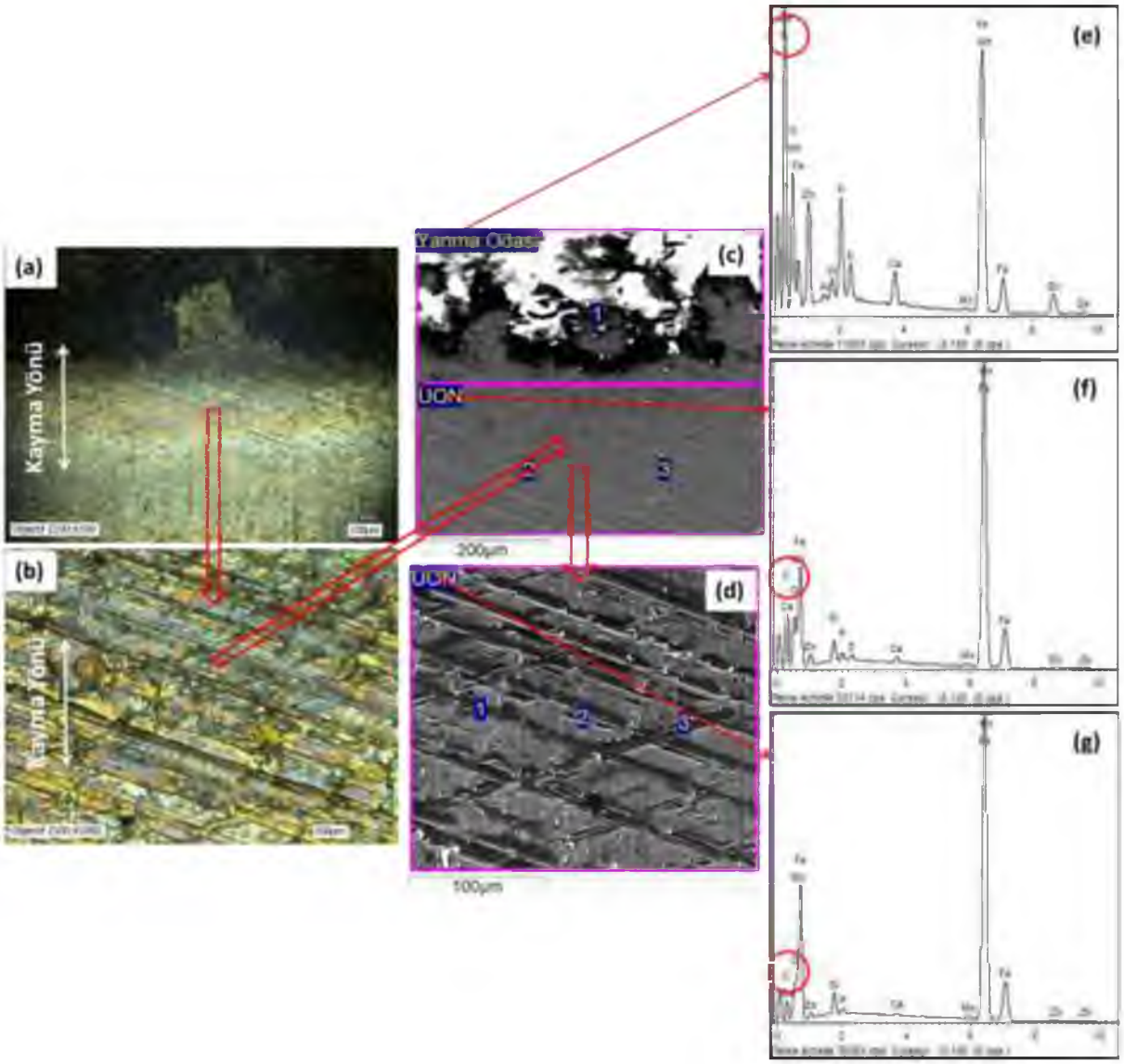
(f) 3

Element	%Mass	%Atomic
C	7.17	26.14
Si	1.35	2.1
Cr	0.77	0.65
Mn	0.72	0.57
Fe	89.99	70.54
Total	100	



Şekil 57. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası Şekil 56'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 57 Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası Şekil 56'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Temas ettiği alanda sürtünme sonucunda % kütlesel ve atomik olarak Fe, Mn, Si, Cr ve doğal olarak C gibi segman malzemesindeki elementler tesbit edilmiştir. 3D yüzey pürüzlülüğü 3.148µm mertebesindedir.



Şekil 58. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 58 (a) ve (c)'de üst koyu renkli kısım yanma odası, alt kısım ÜÖN'nın optik ve SEM görüntülerini vermektedir. Yanma odası incelendiğinde Şekil 58 (e) spektrasında Zn, P, S, Ca ve bilhassa kırmızı halkalar ile gösterilen C pikleri yüksek mertebededir.

Şekil 58 (b) ve (d) ise ÜÖN'nın optik ve SEM görüntülerini vermektedir. Sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsü renklidir. Renkler katıklardan kaynaklanmakta, yeterli yüzey bozunması sayesinde katkı maddelerinin sürtünen yüzeylerinde koruyucu film tabakası oluştuğunu göstermektedir. Silindir yüzeyi kayma yönünde kırmızı okların gösterdiği alanda abrazif izlerle honlama işleme çizgileri çapraz karşılaşarak aralarında katkı maddeleri yüzeyi korumuştur. Dolayısı ile sınır yağlama şartları altında gerekli reaksiyon koşulları oluşmuş,

abrazyon aşınmasının (abrazif çizgilerin) pürüzsüz ve düzgün, mükemmel aktive edilmiş uygun yüzey koşulları için yeterli yüzey bozunması sağlandığından sürtünen yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşmuştur.

(e) Yanma Odası

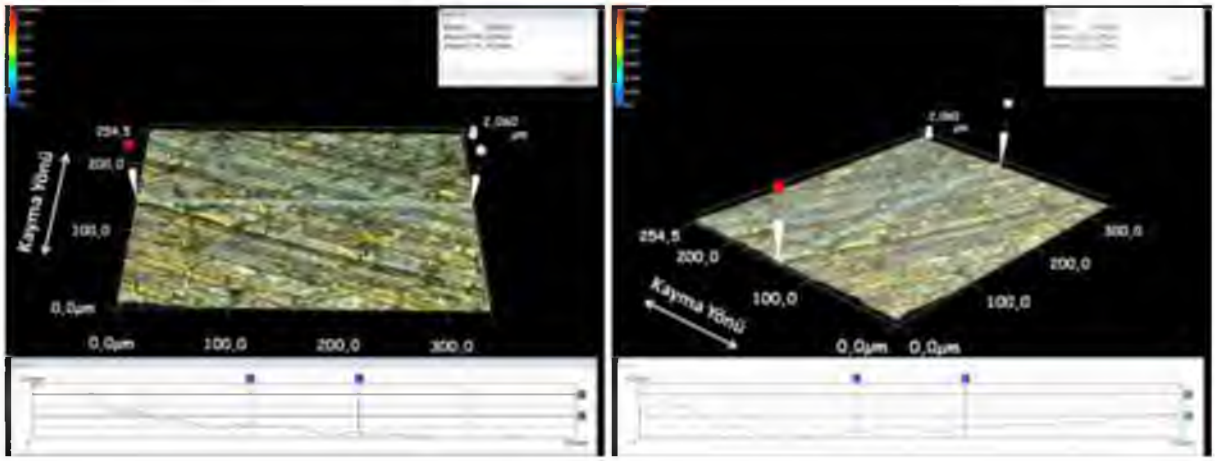
Element	%Mass	%Atomic
C	47.4	67.98
O	19.19	20.66
Al	0.14	0.09
Si	0.5	0.31
P	2.8	1.55
S	0.96	0.52
Ca	1.11	0.48
Mn	0.16	0.05
Fe	23.47	7.24
Zn	4.27	1.12
Total	100	

(f) ÜÖN

Element	%Mass	%Atomic
C	24.41	52.15
O	10.61	17.02
Si	1.37	1.26
P	0.53	0.44
S	0.36	0.29
Ca	0.45	0.29
Mn	0.42	0.2
Fe	61.13	28.09
Zn	0.71	0.28
Total	100	

(g) ÜÖN

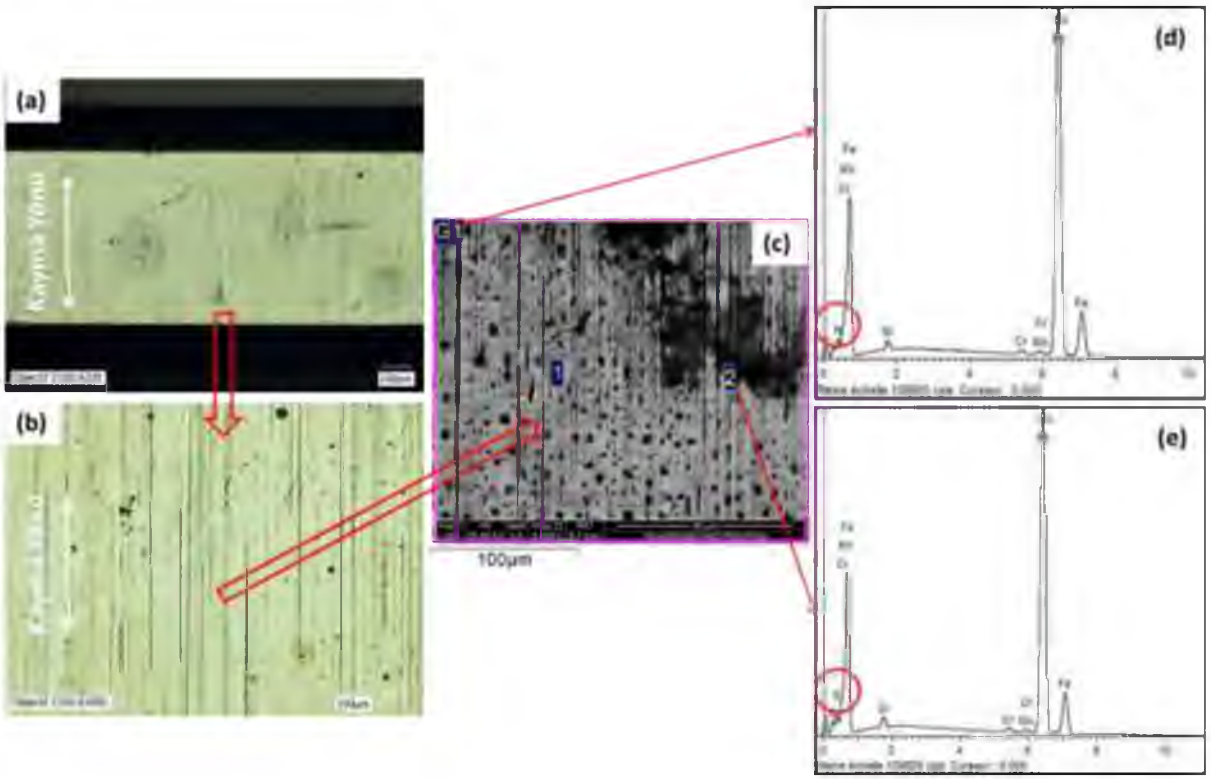
Element	%Mass	%Atomic
C	13.24	36.5
O	7.22	14.94
Si	1.94	2.29
P	0.48	0.51
Ca	0.32	0.27
Mn	0.46	0.28
Fe	75.87	44.98
Zn	0.47	0.24
Total	100	



Şekil 59. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 58'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 59 grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 58'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Temas ettiği alanda sürtünme sonucunda % kütlesel ve atomik olarak C, Zn, P (yüksek miktarda), S ve Ca gibi yağ katkı elementlerinin tesbiti yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu göstermektedir. 3D yüzey pürüzlülüğü 0.726/2=0.363µm mertebesindedir.

Nitrür Kaplı Segman ve Silindir Çifti – Motor Testi



Şekil 60. Nitrürlenmiş 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) S.E.M, (d), (e) ve (f) X-Ray analizi.

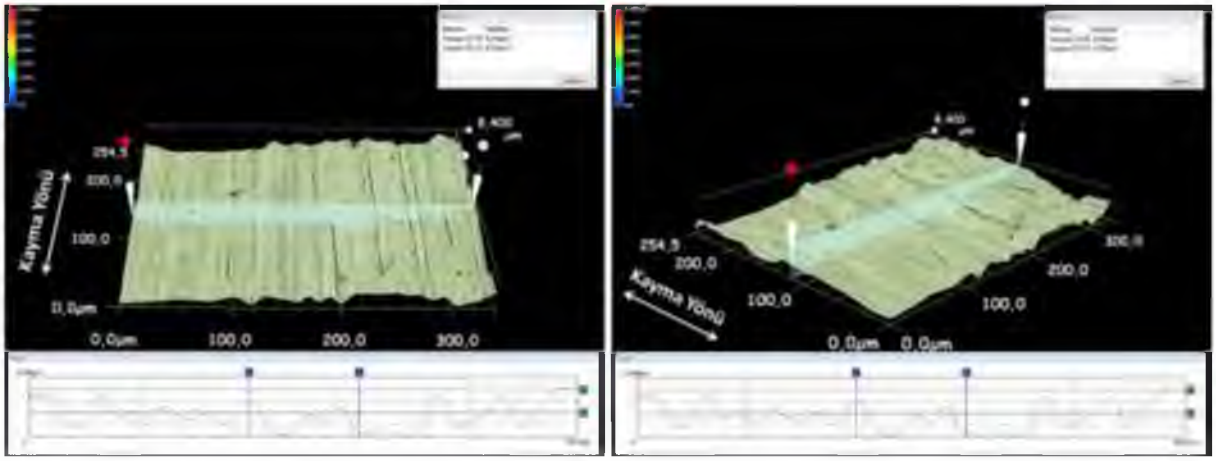
Şekil 60 (a) ve (b) sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsüdür. Renkli görüntü yoktur ve katkı maddelerinin koruyucu film tabakası oluşmamıştır. Motorlarda en fazla sürtünme-aşınma sıkıştırma stroku sonunda yanma başlangıcında Üst Ölü Noktada piston, segman ile silindir cidarı arasında meydana geldiği bilinmektedir. Burada sızdırmazlığın sağlanması sınır yağlama koşullarında oluşmaktadır. Şekil 60 (c) ise segmanın SEM görüntüsü olup kayma yönünde birbirine paralel belirgin abrazyon çizgileri net bir şekilde görülmektedir. SEM görüntüsüne bağlı Şekil 60 (d) ve (e) X-Ray'lerinde katkı maddeleri tesbit edilmemiş olup kırmızı halkalarda gösterilen malzemeye bağlı azot piki belirlenmiştir. Bunun anlamı sınır yağlama şartları altında gerekli reaksiyon koşulları oluşmamış, abrazyon aşınmasının (abrazif çizgilerin) pürüzsüz ve düzgün, mükemmel aktive edilmiş uygun yüzey koşulları için yeterli yüzey bozunması sağlamadığından sürtünen yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşmamıştır. Literatür bilgisine göre direk temasta ve yağ açlığından dolayı oluşması gereken Tribofilm tabakaları yerel yüksek basınç ve sıcaklık altında sıyrılıp atılarak yüzeyden kazınmıştır.

(d) G1

Element	%Mass	%Atomic
N	5.59	18.94
Si	0.96	1.62
Cr	0.6	0.55
Mn	0.71	0.61
Fe	92.14	78.28
Total	100	

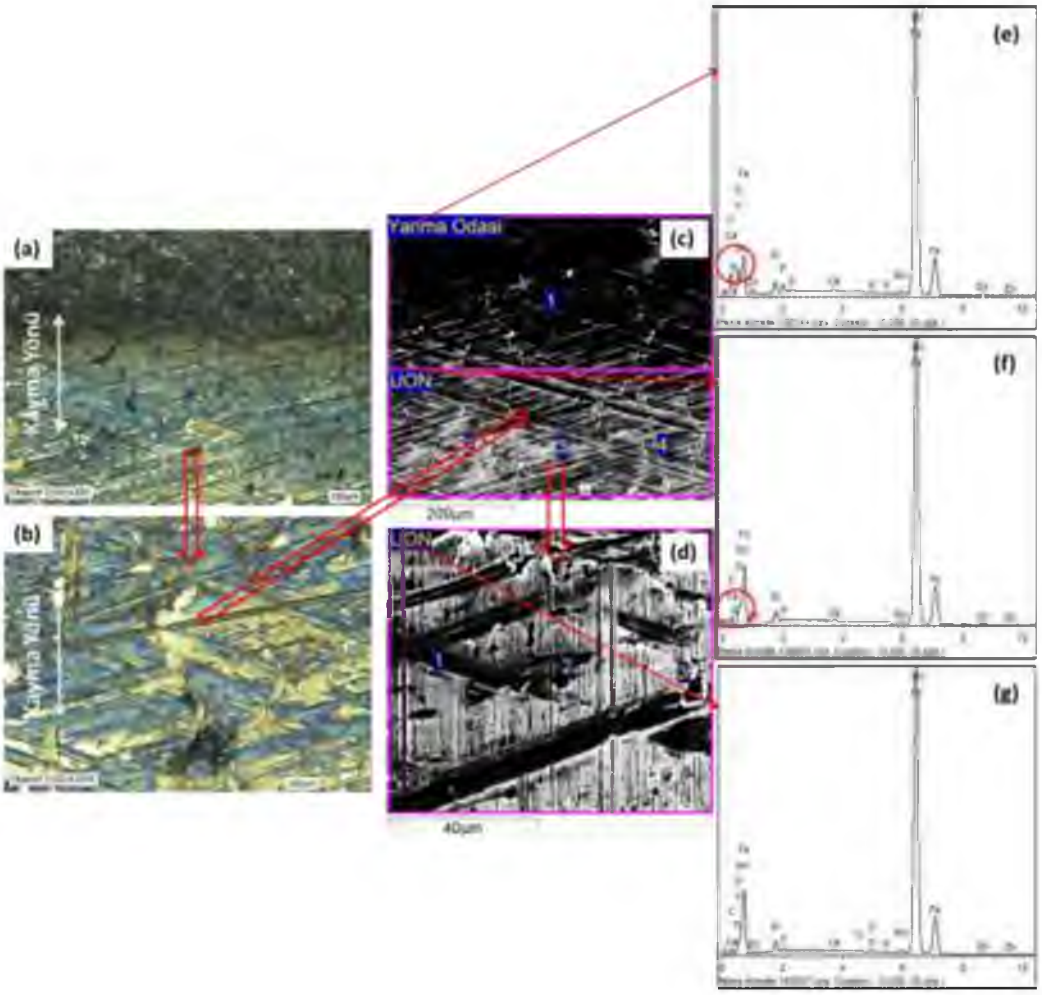
(e) 2

Element	%Mass	%Atomic
C	8.4	23.99
N	10.47	25.62
Si	0.92	1.12
Cr	0.53	0.35
Mn	0.64	0.4
Fe	79.05	48.53
Total	100	



Şekil 61. Nitrürlenmiş 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası sonrası Şekil 60'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 61 nitrürlenmiş 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası sonrası Şekil 60'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Temas ettiği alanda sürtünme sonucunda % kütlesel ve atomik olarak Fe, Mn, Si Cr ve doğal olarak N gibi segman malzemesindeki elementler tesbit edilmiştir. 3D yüzey pürüzlülüğü 6.238/2= 3.119µm mertebesindedir.



Şekil 62. Nitrürlenmiş 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 62 (a) ve (c)'de üst koyu renkli kısım yanma odası, alt kısım ÜÖN'nın optik ve SEM görüntülerini vermektedir. Yanma odası incelendiğinde Şekil 62 (e) spektrasında Zn, P, S, Ca pikleri yüksek mertebededir. Ayrıca N'da tesbit edilmiştir. Şekil 62 (b) ve (d) ise ÜÖN'nın optik ve SEM görüntülerini vermektedir. SEM görüntüsüne bağlı Şekil 62 (e) ve (f) X-Ray'lerinde kırmızı halkalarda gösterilen malzemeye bağlı azot piki belirlenmiştir. Silindir yüzeyi kayma yönünde kırmızı okların gösterdiği alanda abrazif izlerle honlama işleme çizgileri çapraz karşılaşarak aralarında katkı maddeleri yüzeyi korumuştur. Dolayısı ile sınır yağlama şartları altında gerekli reaksiyon koşulları oluşmuş, abrazyon aşınmasının (abrazif çizgilerin) pürüzsüz ve düzgün, mükemmel aktive edilmiş uygun yüzey koşulları için yeterli yüzey bozunması sağlandığından sürtünen yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşmuştur.

(e) Yanma Odası

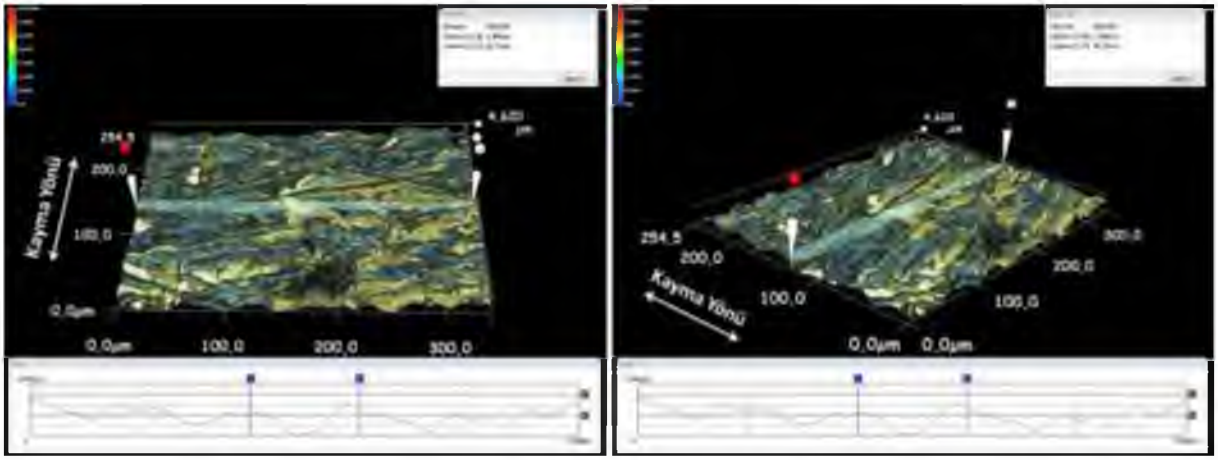
Element	%Mass	%Atomic
C	23.1	49.23
N	0.97	1.77
O	11.61	18.57
Si	1.18	1.08
P	0.74	0.61
S	0.28	0.23
Ca	0.39	0.25
V	0.14	0.07
Mn	0.38	0.18
Fe	60.63	27.79
Zn	0.58	0.23
Total	100	

(f) ÜÖN

Element	%Mass	%Atomic
C	11.29	31.6
N	0.82	1.96
O	8.19	17.21
Si	1.67	2
P	0.44	0.48
Ca	0.17	0.15
Mn	0.46	0.28
Fe	76.75	46.22
Zn	0.22	0.11
Total	100	

(g) ÜÖN

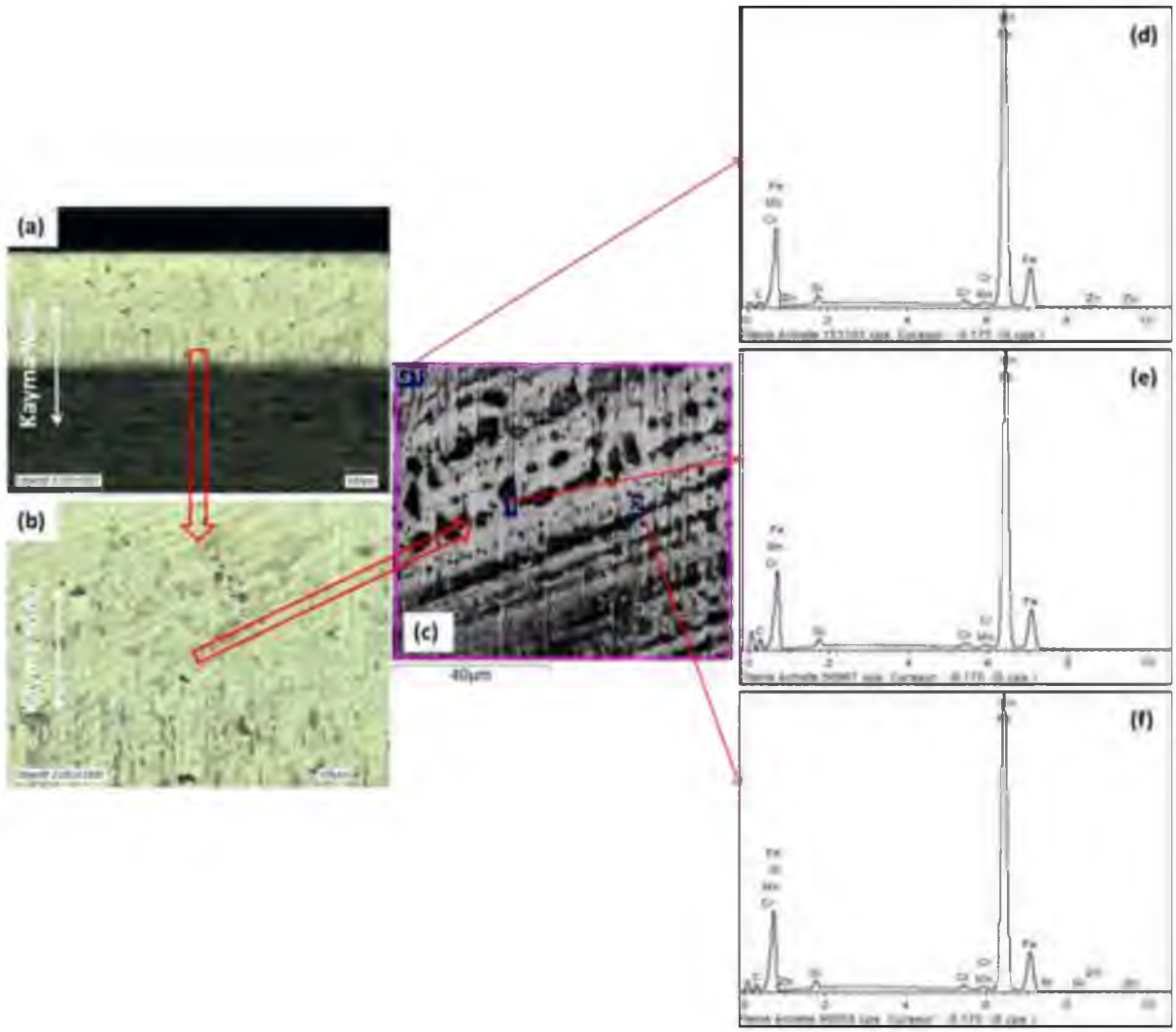
Element	%Mass	%Atomic
C	8.88	27.44
O	6.31	14.63
Si	1.85	2.45
P	0.6	0.72
Ca	0.16	0.15
Ti	0.26	0.2
V	0.18	0.13
Mn	0.5	0.34
Fe	80.98	53.79
Zn	0.26	0.15
Total	100	



Şekil 63. Nitrürlenmiş 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 62'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 63 nitrürlenmiş 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 62'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Temas ettiği alanda sürtünme sonucunda % kütlesel ve atomik olarak Zn, Ca, S ve P gibi yağ katkı elementlerinin yanında N ile tesbiti yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu göstermektedir. 3D yüzey pürüzlülüğü 3.603/2=1.803µm mertebesindedir.

Çinko Fosfat (ZnP) Kaplı Segman ve Silindir Çifti – Motor Testi



Şekil 64. Çinkofosfat kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) S.E.M, (d), (e) ve (f) X-Ray analizi.

Şekil 64 (a) ve (b) sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsüdür. Renkli görüntü yoktur ve katkı maddelerinin koruyucu film tabakası oluşmamıştır. Şekil 64 (c) ise segmanın SEM görüntüsü olup kayma yönünde birbirine paralel belirgin abrazyon çizgileri net bir şekilde görülmektedir. SEM görüntüsüne bağlı Şekil 64 (d), (e) ve (f)'de katkı maddeleri tesbit edilmemiştir. Bunun anlamı sınır yağlama şartları altında gerekli reaksiyon koşulları oluşmamış, abrazyon aşınmasının (abrazif çizgilerin) pürüzsüz ve düzgün, mükemmel aktive edilmiş uygun yüzey koşulları için yeterli yüzey bozunması sağlamadığından sürtünen yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşmamıştır.

(e) G1

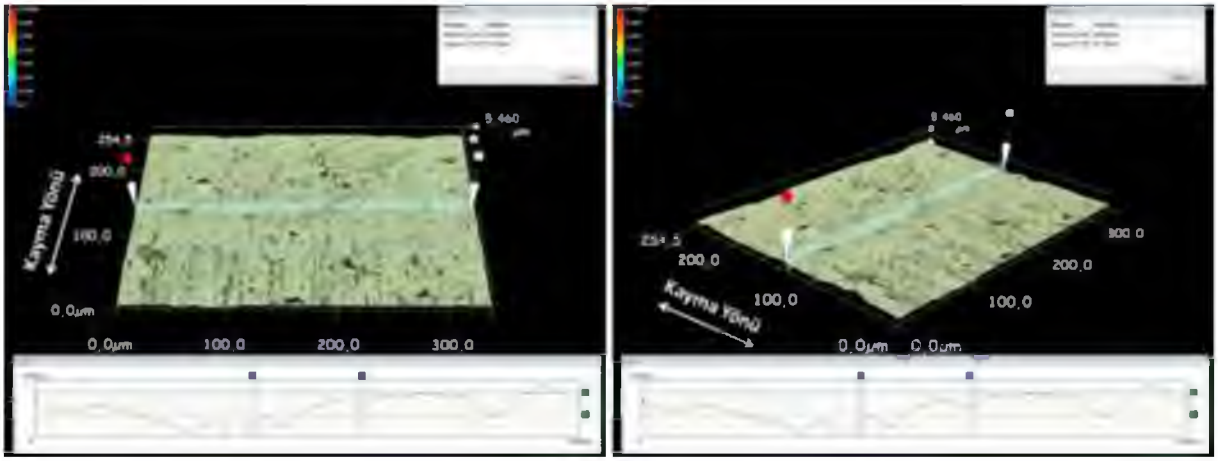
Element	%Mass	%Atomic
C	8.43	29.63
Si	1.57	2.36
Cr	0.7	0.57
Mn	0.64	0.49
Fe	88.37	66.77
Zn	0.28	0.18
Total	100	

(f) 1

Element	%Mass	%Atomic
C	17.02	48.43
Si	1.24	1.51
Cr	0.64	0.42
Mn	0.6	0.37
Fe	80.49	49.26
Total	100	

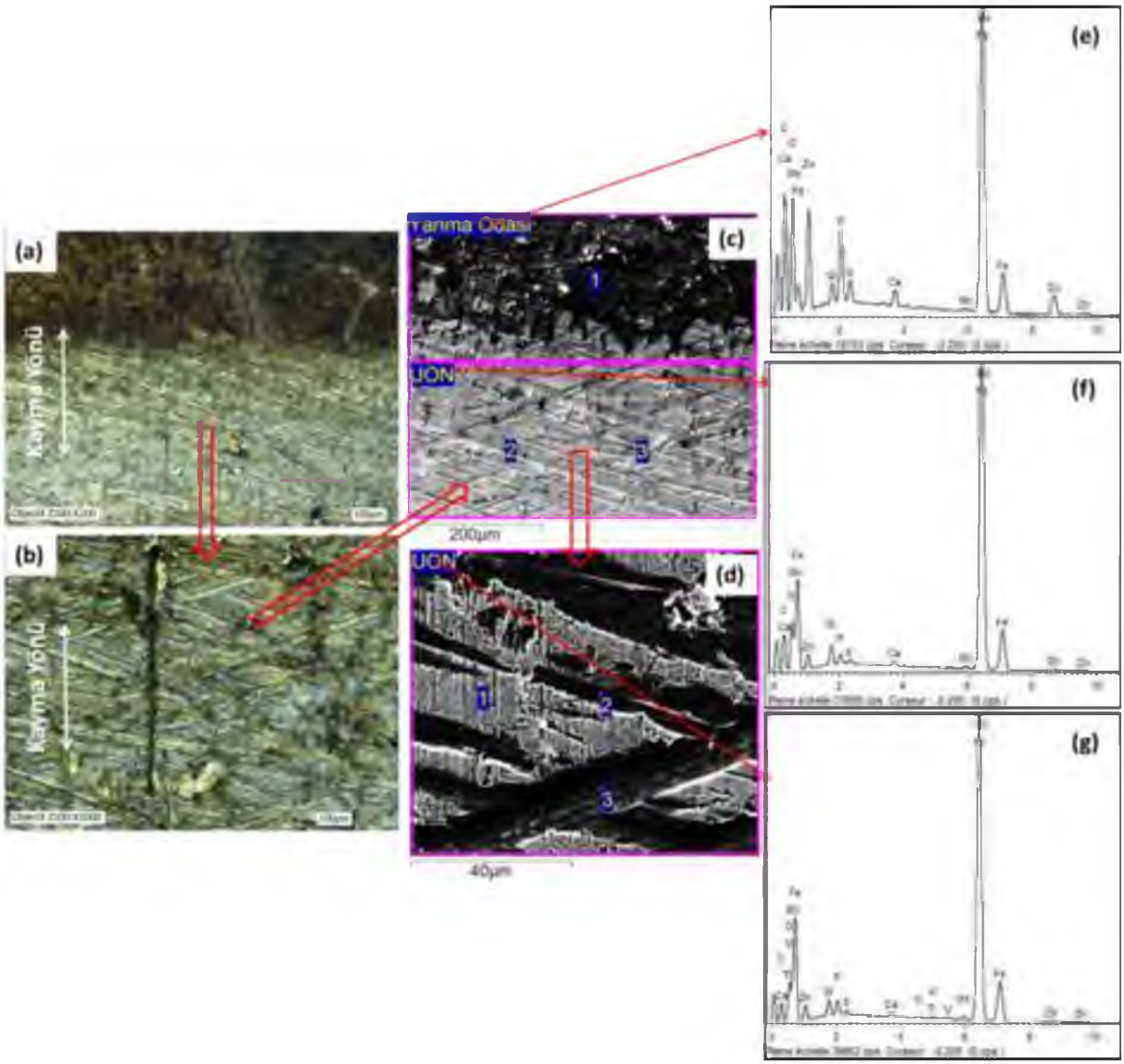
(g) 2

Element	%Mass	%Atomic
C	11.14	36.47
Si	1.36	1.91
Cr	0.64	0.48
Mn	0.64	0.46
Fe	86.01	60.55
Ni	0.11	0.07
Zn	0.1	0.06
Total	100	



Şekil 65. Çinkofosfat kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası Şekil 64'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 65 çinkofosfat kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası Şekil 64'deki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Temas ettiği alanda sürtünme sonucunda % kütlesel ve atomik olarak Fe, Mn, Si Cr ve doğal olarak Zn gibi segman malzemesindeki elementler tesbit edilmiştir. 3D yüzey pürüzlülüğü 2.014/2= 1.007µm mertebesindedir.



Şekil 66. Çinkofosfat kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 66 (a) ve (c)'de üst koyu renkli kısım yanma odası, alt kısım ÜÖN'nın optik ve SEM görüntülerini vermektedir. Yanma odası incelendiğinde Şekil 66 (e) spektrasında Zn, P, S, Ca pikleri yüksek mertebededir.

Şekil 66 (b) ve (d) ise ÜÖN'nın optik ve SEM görüntülerini vermektedir. Silindir yüzeyi kayma yönünde kırmızı okların gösterdiği alanda abrazif izlerle honlama işleme çizgileri çapraz karşılaşarak aralarında katkı maddeleri yüzeyi korumuştur. Dolayısı ile sınır yağlama şartları altında gerekli reaksiyon koşulları oluşmuş, abrazyon aşınmasının (abrazif çizgilerin) pürüzsüz ve düzgün, mükemmel aktive edilmiş uygun yüzey koşulları için yeterli yüzey

bozunması sağlandığından sürtünen yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşmuştur.

(e) Yanma Odası

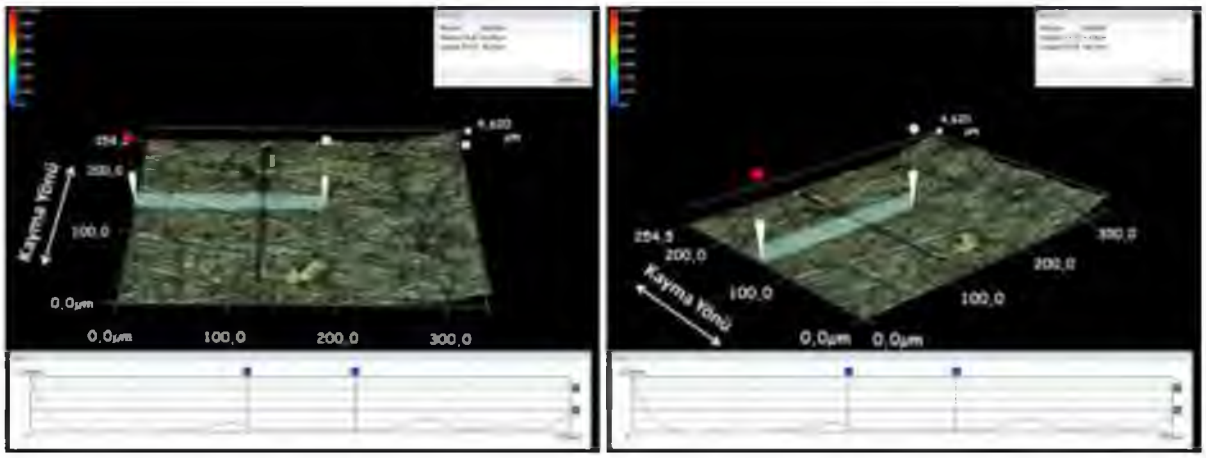
Element	%Mass	%Atomic
C	32.44	56.46
O	18.24	23.83
Si	0.79	0.59
P	3.02	2.04
S	0.87	0.57
Ca	0.78	0.41
Mn	0.26	0.1
Fe	37.9	14.19
Zn	5.7	1.82
Total	100	

(f) ÜÖN

Element	%Mass	%Atomic
C	19.11	45.21
O	9.88	17.55
Si	1.39	1.41
P	0.78	0.72
S	0.29	0.25
Ca	0.32	0.23
Mn	0.41	0.21
Fe	66.82	33.99
Zn	0.99	0.43
Total	100	

(g) ÜÖN

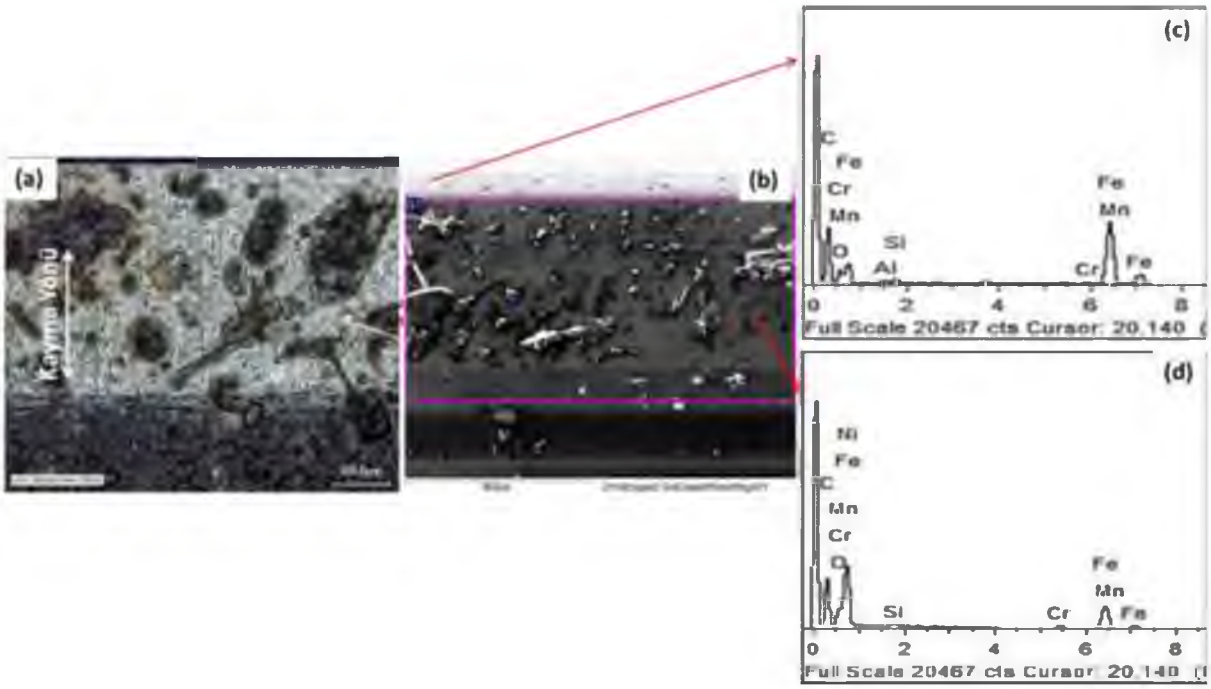
Element	%Mass	%Atomic
C	12.44	34.05
O	8.7	17.89
Si	1.4	1.64
P	1.34	1.42
S	0.33	0.34
Ca	0.37	0.31
Ti	0.2	0.14
V	0.27	0.17
Mn	0.57	0.34
Fe	73.21	43.11
Zn	1.17	0.59
Total	100	



Şekil 67. Çinkofosfat kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 66'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 67 çinkofosfat kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 66'daki X-Ray analizi verileri ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Temas ettiği alanda sürtünme sonucunda % kütlesel ve atomik olarak Zn, P (yüksek miktarda), S ve Ca gibi yağ katkı elementlerinin tesbiti yüzeyde yoğun tribofilm tabakasının oluştuğunu göstermektedir. 3D yüzey pürüzlülüğü 0.323/2=0.161µm mertebesindedir.

CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) Direk Sentez Yöntemi Grafen Kaplı Segman Ve Silindir Çifti – Motor Testi



Şekil 68. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b) S.E.M, (c), (d) X-Ray analizi.

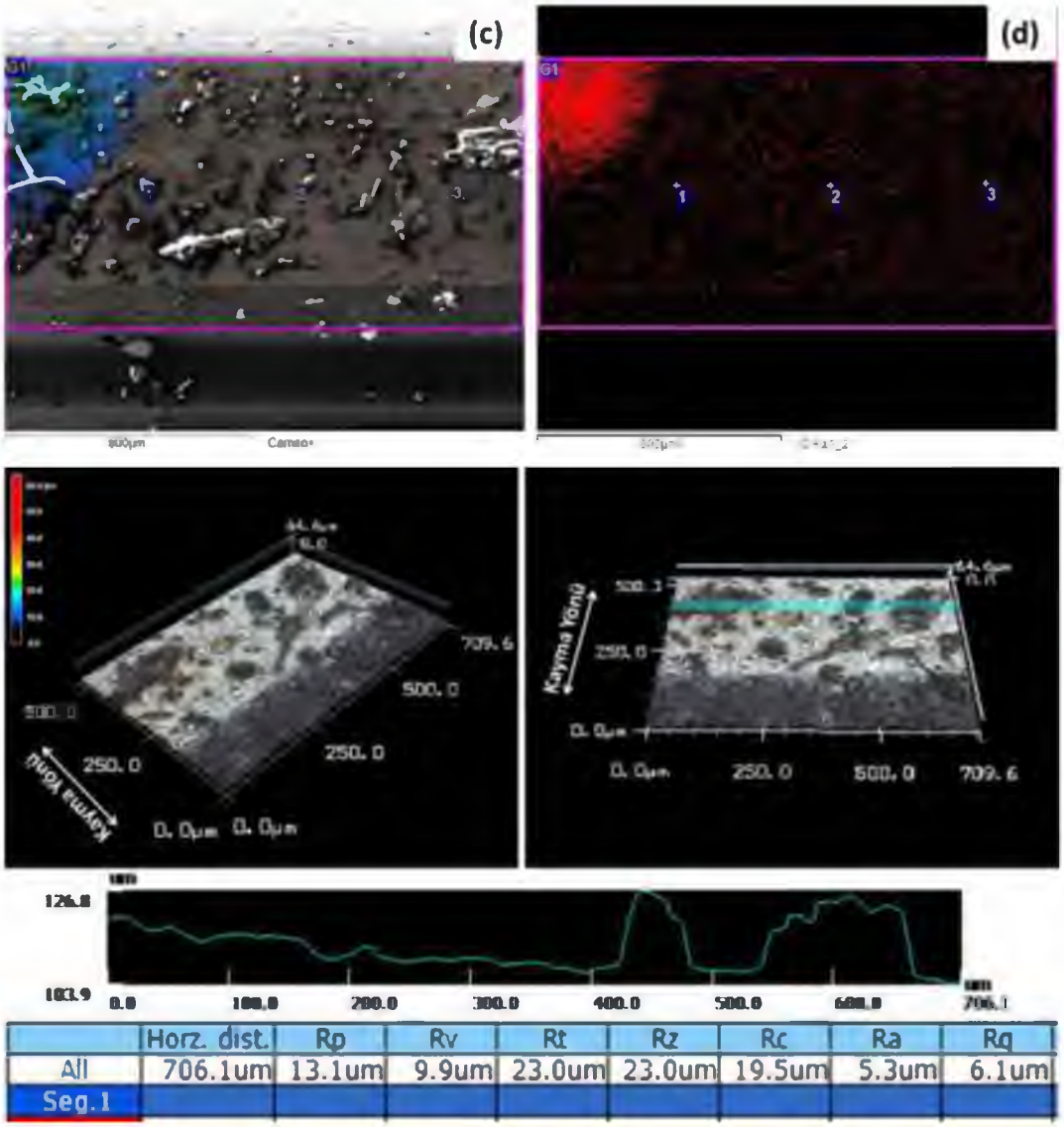
Düşük büyütmede ölçülen Şekil 68 (a) sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsüdür. Burada katkı maddelerinin koruyucu film tabakası oluşmamıştır ancak farklı büyüklükde değişik formlarda partiküllere benzeyen tabakalar bulunmaktadır. Segmanın grafen ile kaplı olması nedeniyle testin bitiminde iso-propanol ile yıkanarak kurutulmuş ve yüzey analizi yapılmıştır. Bu numunelerin heptan veya hegzan ile yıkanması sakıncalı olup yüzey hasarına neden olmaktadır. Yüzey ultrasonik temizleme cihazında iso-propanol ile yıkanıp kurutulmasına rağmen Grafen parçacıkları yapışık bir şekilde kalmaktadır. Kayma yönünde birbirine paralel belirgin abrazyon çizgileri net bir şekilde görülmektedir. Şekil 68 (b) ise segmanın SEM görüntüsü olup SEM görüntüsüne bağlı Şekil 68 (c) ve (d)'de katkı maddeleri tesbit edilmemiştir. Bunun anlamı sınır yağlama şartları altında gerekli reaksiyon koşulları oluşmamış, abrazyon aşınmasının (abrazif çizgilerin) pürüzsüz ve düzgün, mükemmel aktive edilmiş uygun yüzey koşulları için yeterli yüzey bozunması sağlamadığından sürtünen yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşmamıştır.

(c) G1

Element	Weight%	Atomic%
C K	132.81	80.77
O K	25.99	11.86
Si K	2.46	0.64
Cr K	0.99	0.14
Mn K	1.29	0.17
Fe K	49.06	6.42
Totals	212.6	

(d) 2

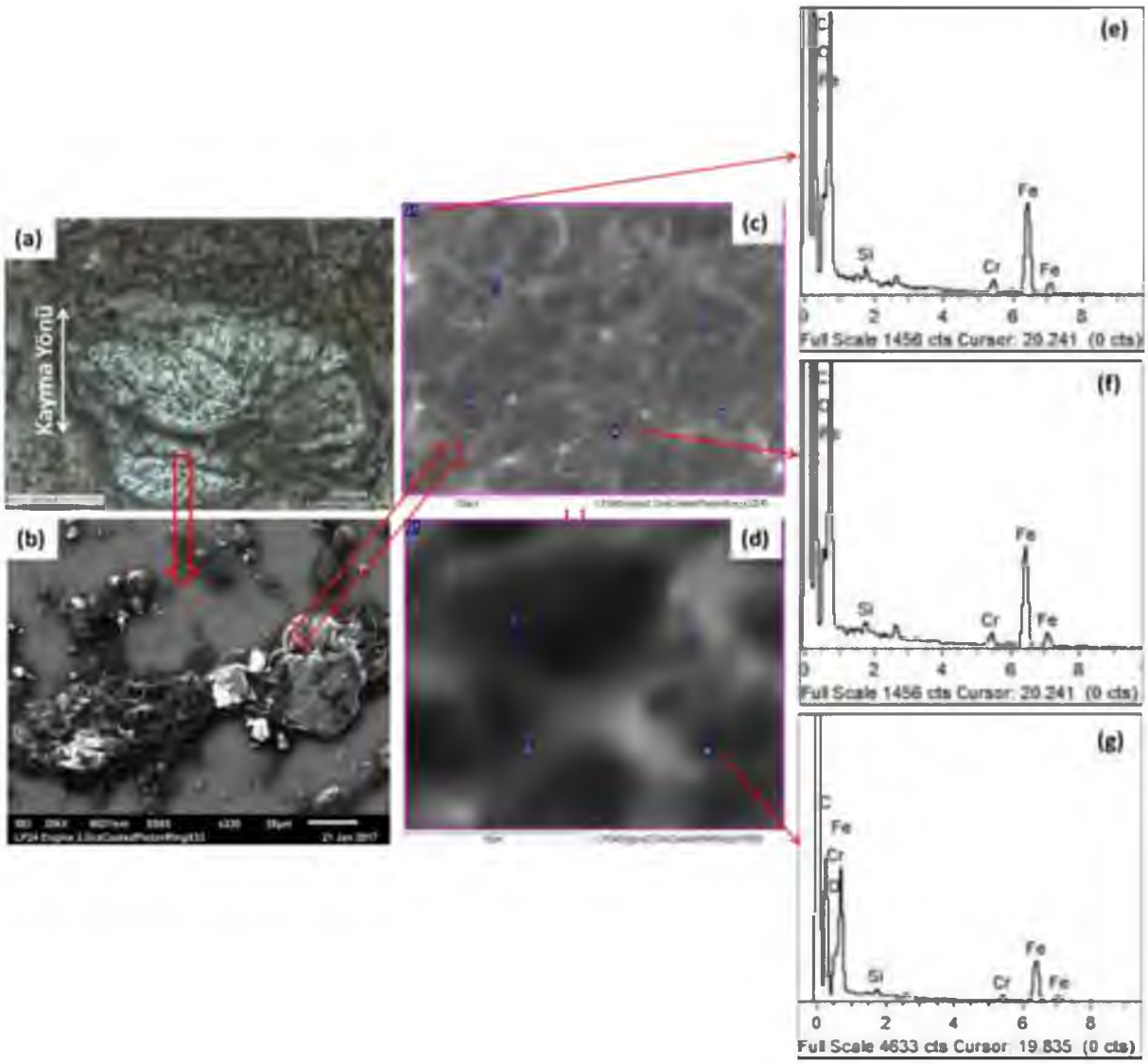
Element	Weight%	Atomic%
C K	213.7	81.38
O K	40.14	11.47
Si K	3.36	0.55
Cr K	1.49	0.13
Mn K	1.88	0.16
Fe K	77.08	6.31
Totals	337.64	



	Horz. dist.	Rp	Rv	Rt	Rz	Rc	Ra	Rq
All	706.1um	13.1um	9.9um	23.0um	23.0um	19.5um	5.3um	6.1um
Seg.1								

Şekil 69. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; Şekil 68'deki G1 ve 2 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, (c) Genel haritalama (mapping), (d) Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 69 Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; Şekil 68'deki G1 ve 2 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, Genel haritalama (mapping), Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Temas ettiği alanda sürtünme sonucunda % kütlesel ve atomik olarak Fe, Mn, Si, Cr ve doğal olarak yüksek miktarda C gibi segman malzemesi ve grafen elementleri Şekil 69 (c)'deki genel haritalama ile tesbit edilmiştir. Şekil 69 (d)'deki kırmızı alanlarını gösteren Karbon haritalaması Grafenin varlığını göstermekte, üç boyutlu görüntüde boylamasına yeşil çizgi ile gösterilen aşınma izi üzerinde ölçülen ortalama yüzey pürüzlülüğü oldukça yüksek değerde 5.3 µm mertebesindedir.



Şekil 70. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; (a) Optik Mikroskop, (b), (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 70, Şekil 68'e göre daha büyük büyütmede Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; Optik Mikroskop, S.E.M ve X-Ray analizilerini göstermektedir. Şekil 69 (a) sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsüdür. Burada katkı maddelerinin koruyucu film tabakası oluşmamıştır ancak grafen tabakası şeklini değiştirmiş olarak görülmekte ve Grafen gövdesi yapışık bir şekilde kalmıştır. Şekil 70 (b) (c) (d) ise segmanın SEM görüntüsü olup SEM görüntüsüne bağlı Şekil 70 (e) (f) ve (g)'de katkı maddeleri tesbit edilmemiş ve gerekli reaksiyon koşulları oluşmadığından yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm meydana gelmemiştir.

(e) G1

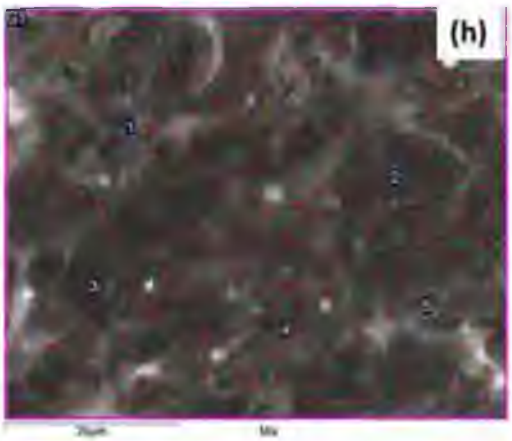
Element	Weight%	Atomic%
C K	5.44	72.93
O K	2.21	22.29
Si K	0.04	0.23
Cr K	0.12	0.37
Fe K	1.45	4.18
Totals	9.26	

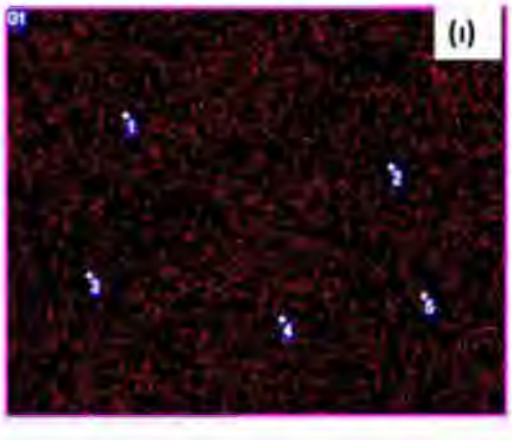
(f) 4

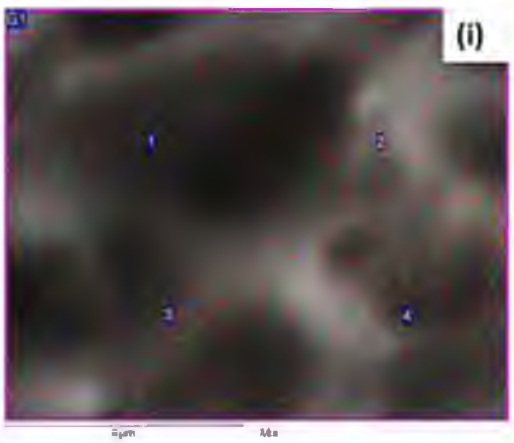
Element	Weight%	Atomic%
C K	5.48	72
O K	2.33	22.96
Si K	0.04	0.24
Cr K	0.11	0.33
Fe K	1.58	4.47
Totals	9.54	

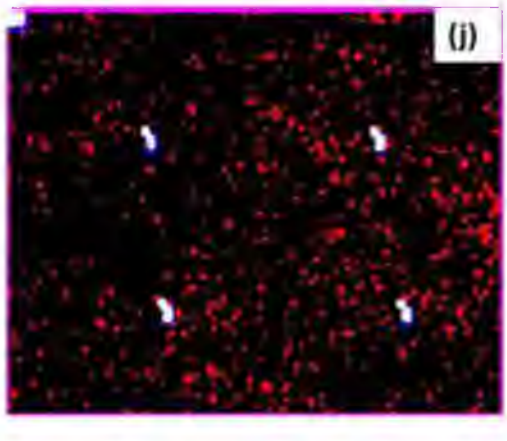
(g) 4

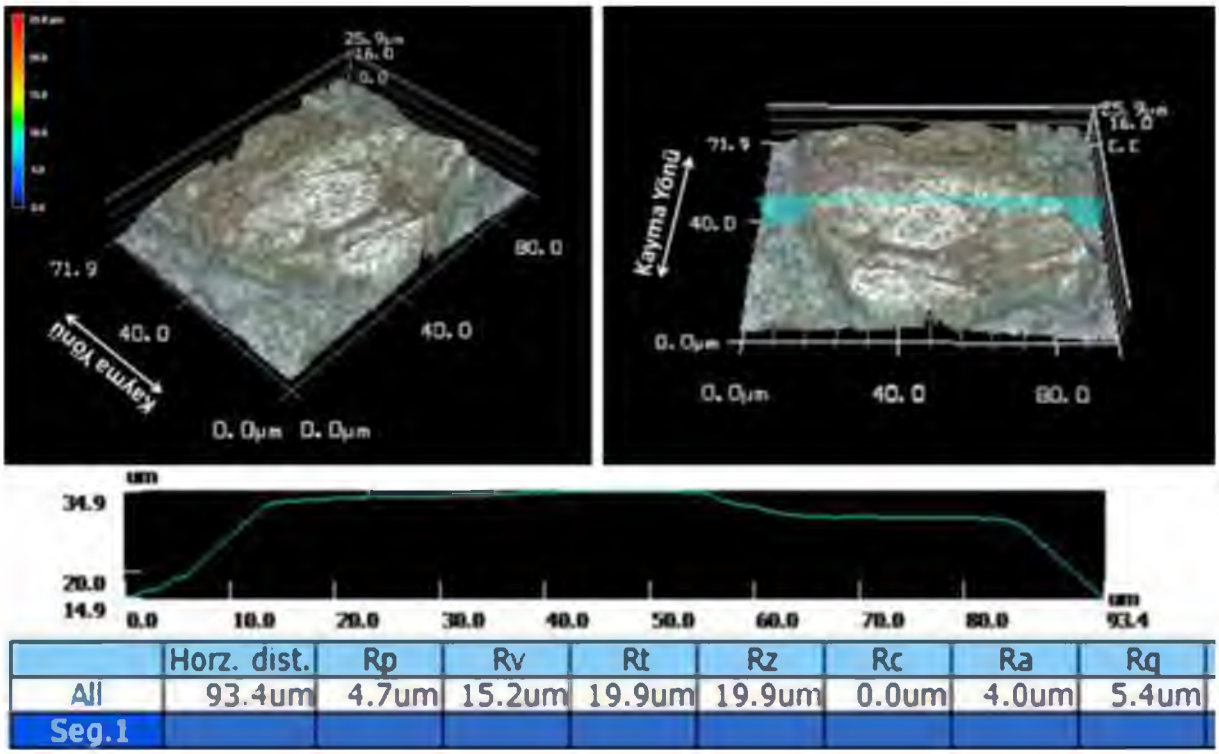
Element	Weight%	Atomic%
C K	7.97	71.73
O K	3.54	23.93
Si K	0.05	0.2
Cr K	0.18	0.38
Fe K	1.95	3.76
Totals	13.7	







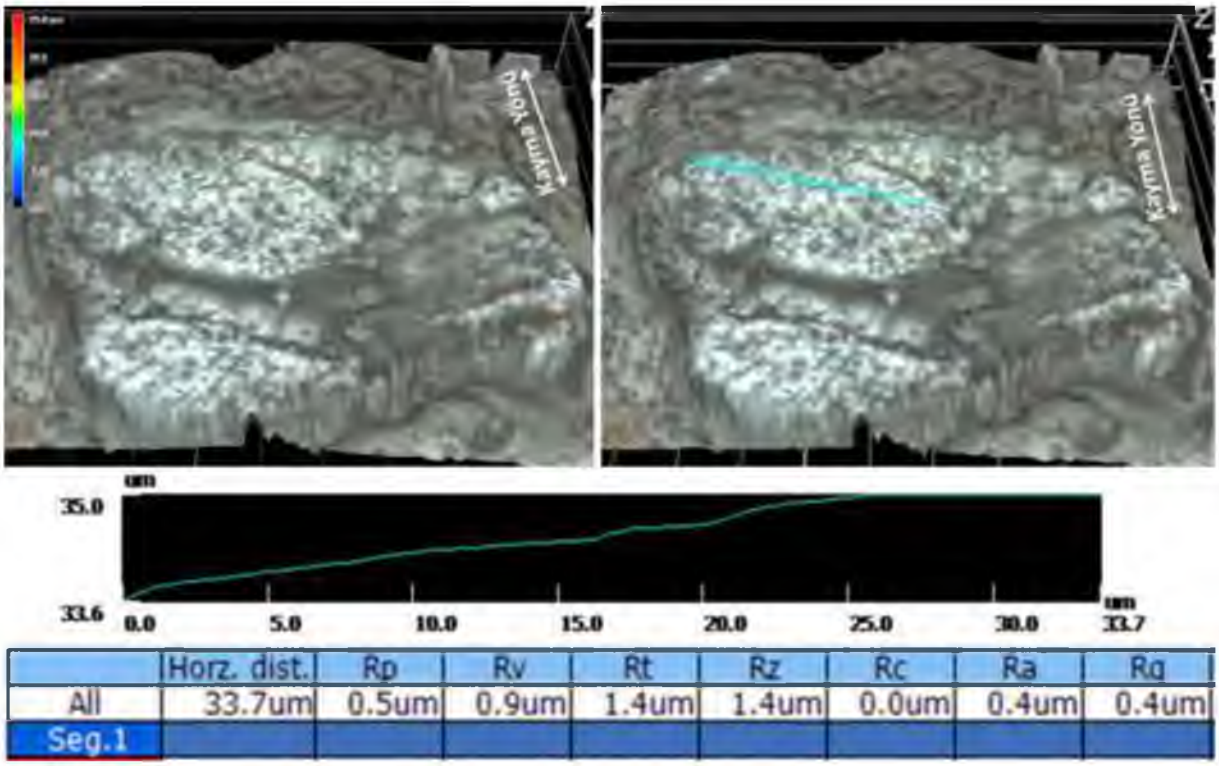




	Horz. dist.	Rp	Rv	Rt	Rz	Rc	Ra	Rq
All	93.4um	4.7um	15.2um	19.9um	19.9um	0.0um	4.0um	5.4um
Seg.1								

Şekil 71. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; Şekil 70 (e) (f) ve (g)'deki G1 ve 4 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, (h) (i) Genel haritalama (mapping), (ı) (j) Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyası.

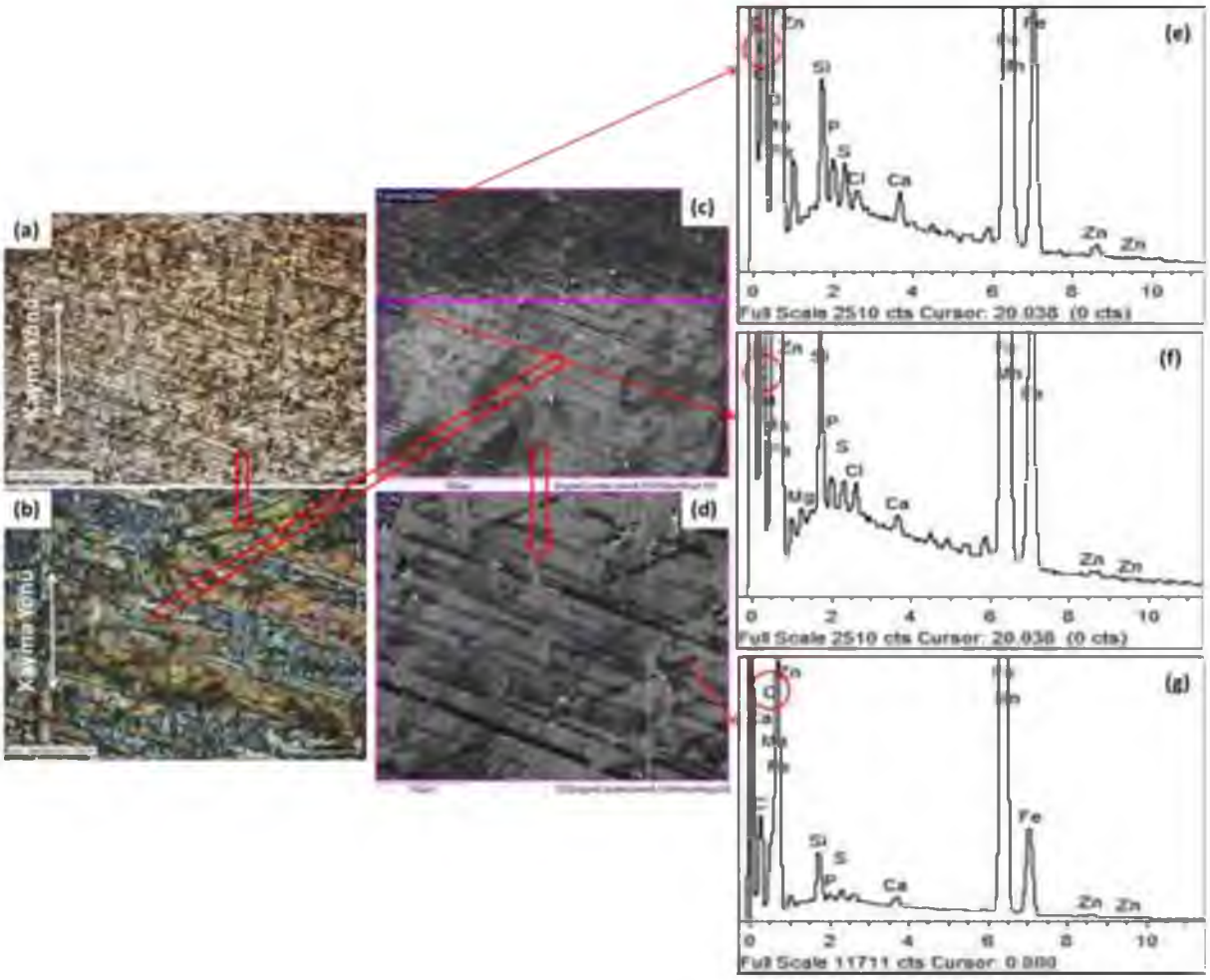
Şekil 71. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; Şekil 70 (e) (f) ve (g)'deki G1 ve 4 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, Genel haritalama (mapping), Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyası göstermektedir. Şekil 71 (h) ve (i)'deki Genel haritalama, Şekil 70 (c) ve (d)'nin SEM görüntülerinden alınmış olup % atomik olarak C miktarın ortalama %70'lerde olup Şekil 71 (ı) ve (j)'deki kırmızı alanlarını gösteren Karbon haritalaması Grafenin yoğunluğunu ve varlığını göstermekte, üç boyutlu görüntüde boylamasına yeşil çizgi ile gösterilen Grafen tabakası üzerinde ölçülen ortalama yüzey pürüzlülüğü oldukça yüksek değerde 4.0µm mertebesindedir.



	Horz. dist.	Rp	Rv	Rt	Rz	Rc	Ra	Rq
All	33.7um	0.5um	0.9um	1.4um	1.4um	0.0um	0.4um	0.4um
Seg.1								

Şekil 72. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası; grafen tabakasının optik mikroskobu ve 3D yüzey topoğrafyası.

Şekil 72, Şekil 71'in büyütülmüş hali olup Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası grafen tabakasının optik mikroskobu ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir. Grafen tabakasının üzerinden alınan yeşil çizgi ile gösterilen yüzey pürüzlülüğü 0.4 µm yani 400nm mertebesindedir.



Şekil 73. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN; (a), (b) Optik Mikroskop, (c) ve (d) S.E.M, (e), (f) ve (g) X-Ray analizi.

Şekil 73 (a) ve (c)'de üst koyu renkli kısım yanma odası, alt kısım ÜÖN'nın optik ve SEM görüntülerini vermektedir. Yanma odası incelendiğinde Şekil 73 (e) spektrasında Zn, P, S, Ca ve C pikleri yüksek mertebededir. Şekil 73 (c)'nin alt kısmı, (b) ve (d) ise ÜÖN'nın optik ve SEM görüntüleri olup SEM görüntüsüne bağlı Şekil 73 (f) ve (g) X-Ray analizlerinde Zn, P, S, Ca ve bilhassa kırmızı halkalar ile gösterilen (Grafen) C katkı maddeleri tesbit edilmiştir.

Silindir yüzeyi kayma yönünde kırmızı okların gösterdiği alanda abrazif izlerle honlama işleme çizgileri çapraz karşılaşarak aralarında katkı maddeleri yüzeyi korumuştur. Dolayısı ile sınır yağlama şartları altında gerekli reaksiyon koşulları oluşmuş, abrazyon aşınmasının (abrazif çizgilerin) pürüzsüz ve düzgün, mükemmel aktive edilmiş uygun yüzey koşulları için yeterli yüzey bozunması sağlandığından sürtünen yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşmuştur.

(e) Yanma Odası

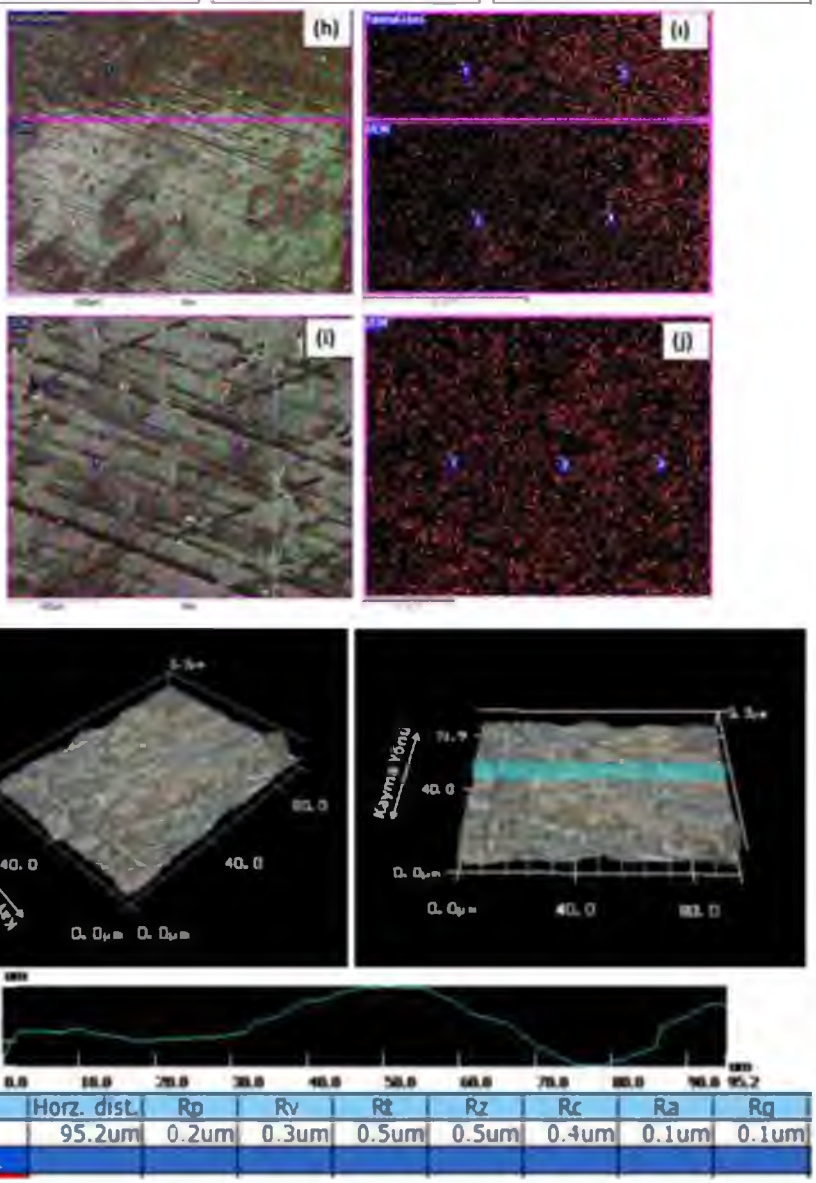
Element	Weight%	Atomic%
C K	28.87	58.49
O K	10.64	16.18
Si K	1.18	1.02
P K	0.47	0.37
S K	0.41	0.31
Cl K	0.21	0.14
Ca K	0.34	0.2
Mn K	0.34	0.15
Fe K	52.48	22.87
Zn K	0.7	0.26
Totals	95.62	

(f) ÜÖN

Element	Weight%	Atomic%
C K	32.22	65.78
Mg K	0.28	0.28
Si K	1.69	1.48
P K	0.36	0.28
S K	0.29	0.22
Cl K	0.28	0.2
Ca K	0.19	0.11
Mn K	0.47	0.21
Fe K	71.35	31.33
Zn K	0.28	0.1
Totals	107.41	

(g) 4

Element	Weight%	Atomic%
C K	29.42	63.94
Si K	1.65	1.53
P K	0.39	0.33
S K	0.38	0.31
Ca K	0.16	0.1
Mn K	0.46	0.22
Fe K	71.23	33.29
Zn K	0.71	0.28
Totals	104.39	



	Horz. dist.	Rp	Rv	Rt	Rz	Rc	Ra	Rq
All	95.2um	0.2um	0.3um	0.5um	0.5um	0.4um	0.1um	0.1um
Seg.1								

Şekil 74. Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 73 (e) (f) ve (g)'deki Yanma Odası, ÜÖN ve 4 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, (h) (i) Genel haritalama (mapping), (ı) (j) Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyası.

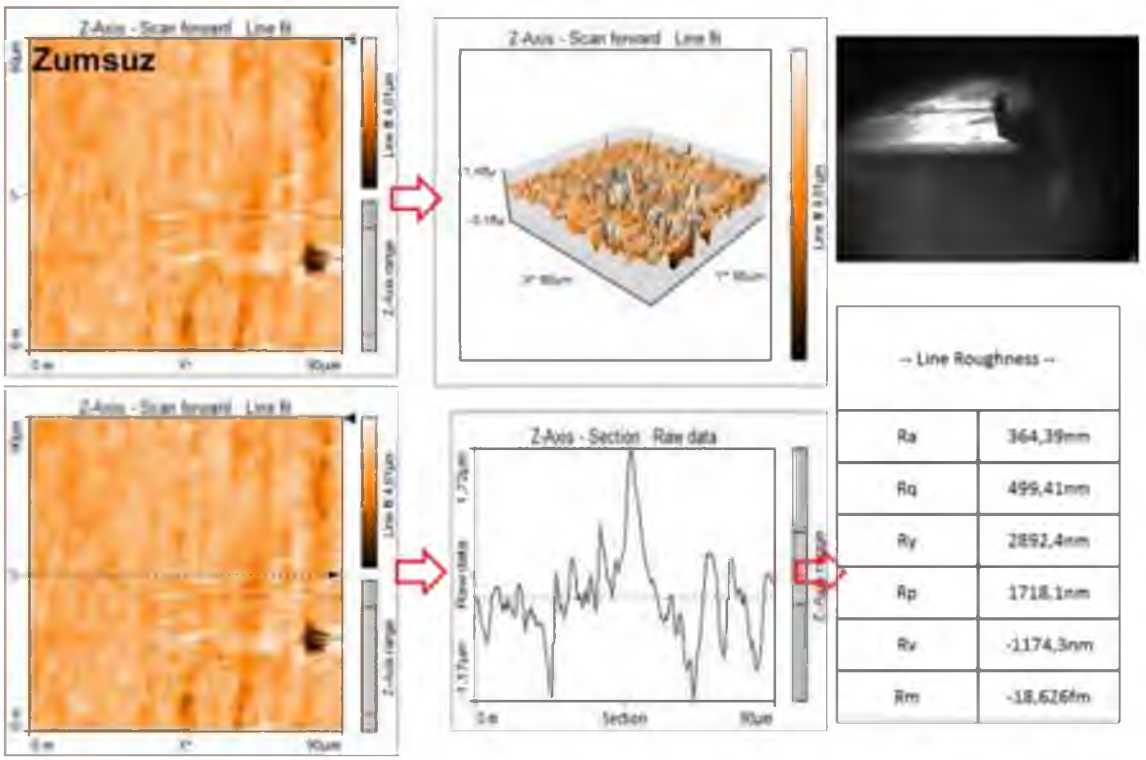
Şekil 74, Honda GX270 motoruna ait Grafen kaplı 2. Segmanın Motor testi (75h) sonrası silindir ÜÖN'nın Şekil 73 (e) (f) ve (g)'deki Yanma Odası, ÜÖN ve 4 noktalarındaki X-Ray analizi verileri element dağılımı, Genel haritalama (mapping), Karbon haritalama (mapping) ve 3D yüzey topoğrafyasını göstermektedir.

Şekil 74 (h) ve (i)'deki Genel haritalama, Şekil 73 (c) ve (d)'nin SEM görüntülerinden alınmış olup Yanma Odası, ÜÖN ve 4 noktalarında Zn, P Ca ve S katkı maddeleri ile birlikte % atomik olarak C miktarın ortalama %60'larda ölçülmüş, Şekil 74 (ı) ve (j)'deki kırmızı alanlarını gösteren Karbon haritalaması Grafenin yoğunluğunu ve varlığını göstermekte, üç boyutlu görüntüde boylamasına yeşil çizgi ile gösterilen ÜÖN'da ölçülen ortalama renkli Tribofilm yüzey pürüzlülüğü oldukça düşük değerde 0.1 µm yani 100nm mertebesindedir.

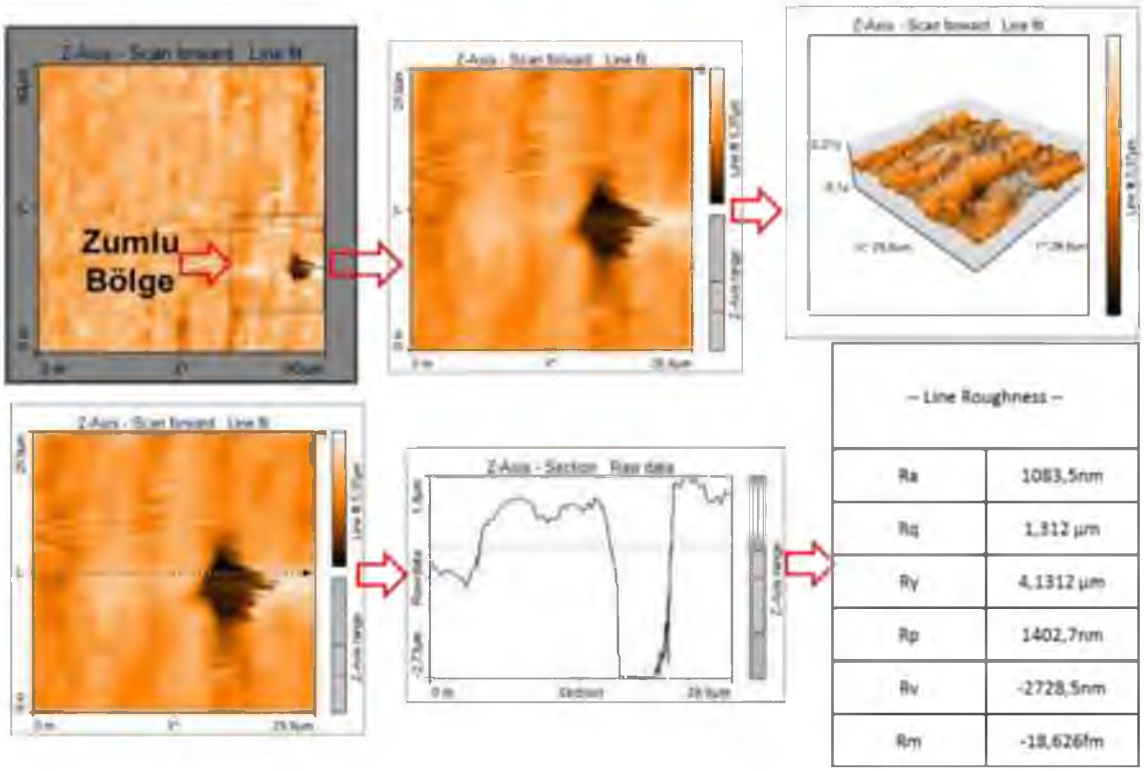
3.5 Projede Kullanılan Segmanların Ve Silindirlerin Test Öncesi Ve Sonrası Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizleri

Tüm segman ve silindirlerin birimimize alına Atomik Kuvvet Mikroskobunda 2D (90µmX90µm) ve 3D (90µmX90µm) boyuttaki yüzey analizleri, çizgi halinde yüzey pürüzlülükleri ve değerleri ölçülmüştür. 2D içinde kare içinde tekrar küçük bir bölge alınıp yaklaşık (30µmX30µm) zumlanmış AFM analizleri yapılıp çizgi halinde yüzey pürüzlülükleri ve değerleri ölçülmüştür.

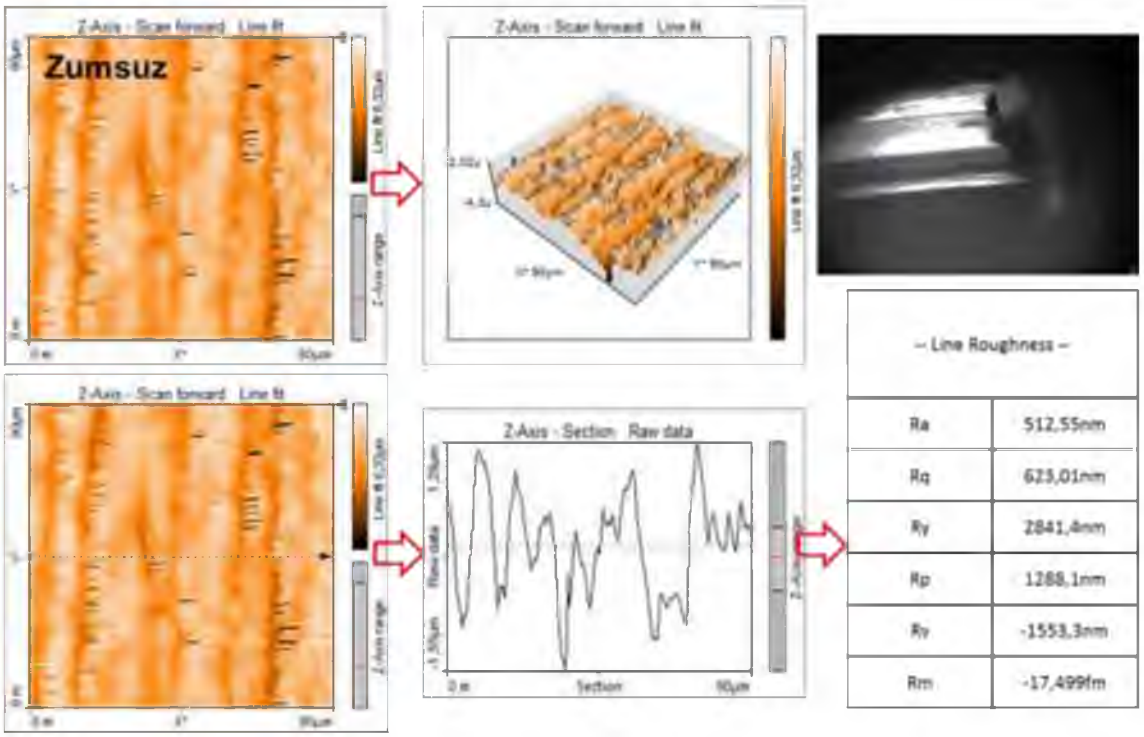
3.5.1 Test Öncesi Kullanılmamış Segmanlar ve Silindirin AFM Analizleri



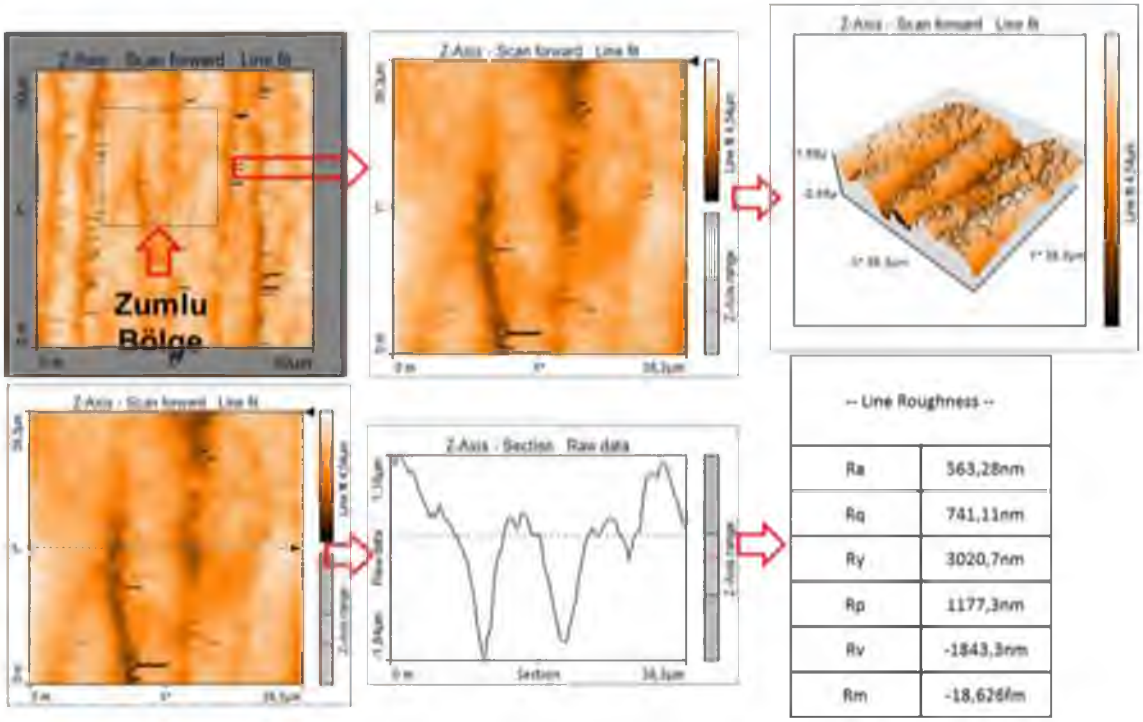
Şekil 75. Kaplamasız (Kaplaması Asit Yoluyla Kaldırılmış 2. Segman)'ın test öncesi zumsuz AFM analizi.



Şekil 76. Kaplamasız (Kaplaması Asit Yoluyla Kaldırılmış 2. Segman)'ın test öncesi zumlu bölgenin AFM analizi.

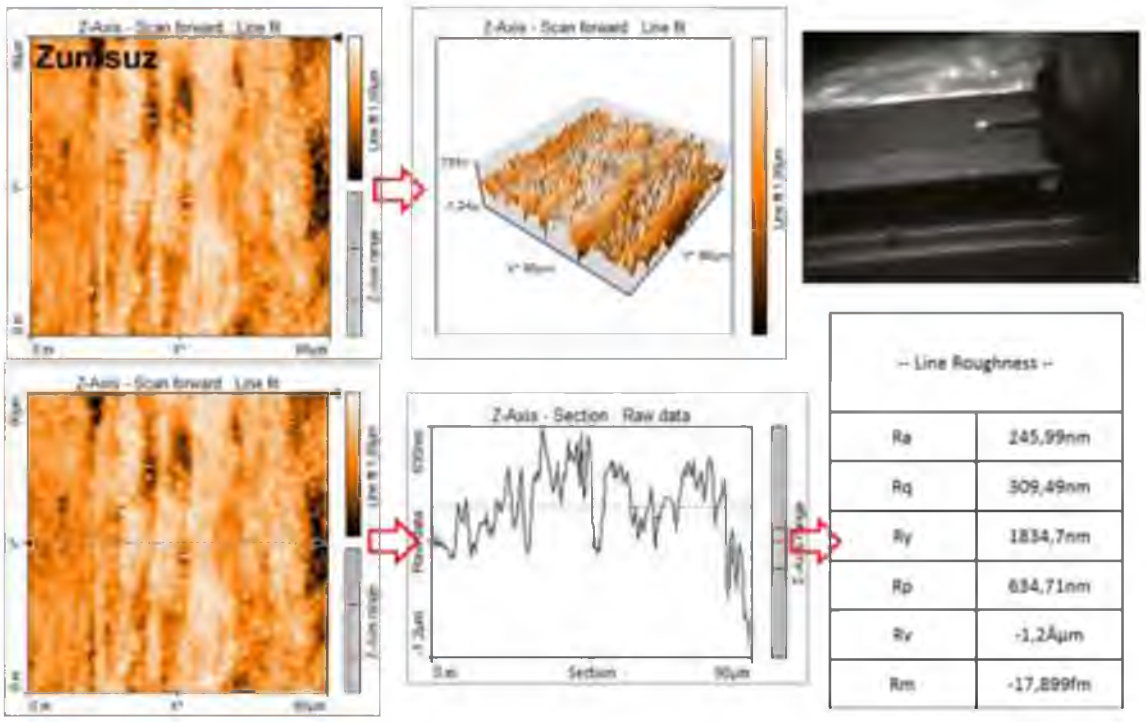


Şekil 77. Nitrür kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumsuz AFM analizi.



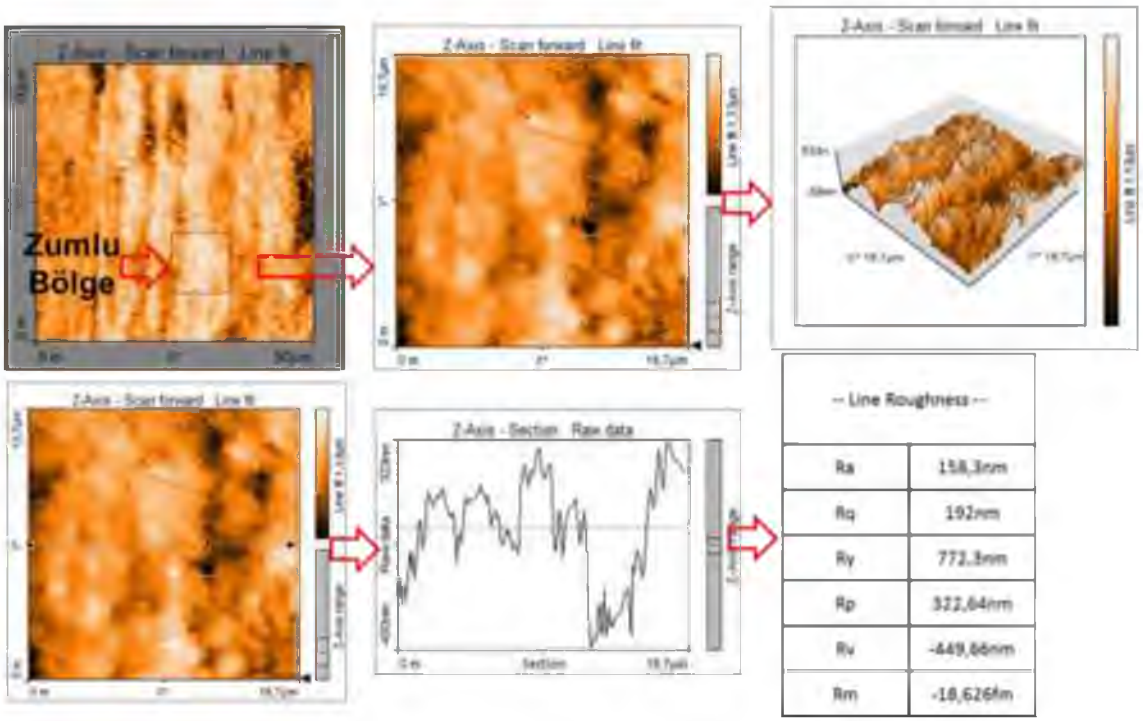
-- Line Roughness --	
Ra	563,28nm
Rq	741,11nm
Ry	3020,7nm
Rp	1177,3nm
Rv	-1843,3nm
Rm	-18,626fm

Şekil 78. Nitrür kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumlu AFM analizi.

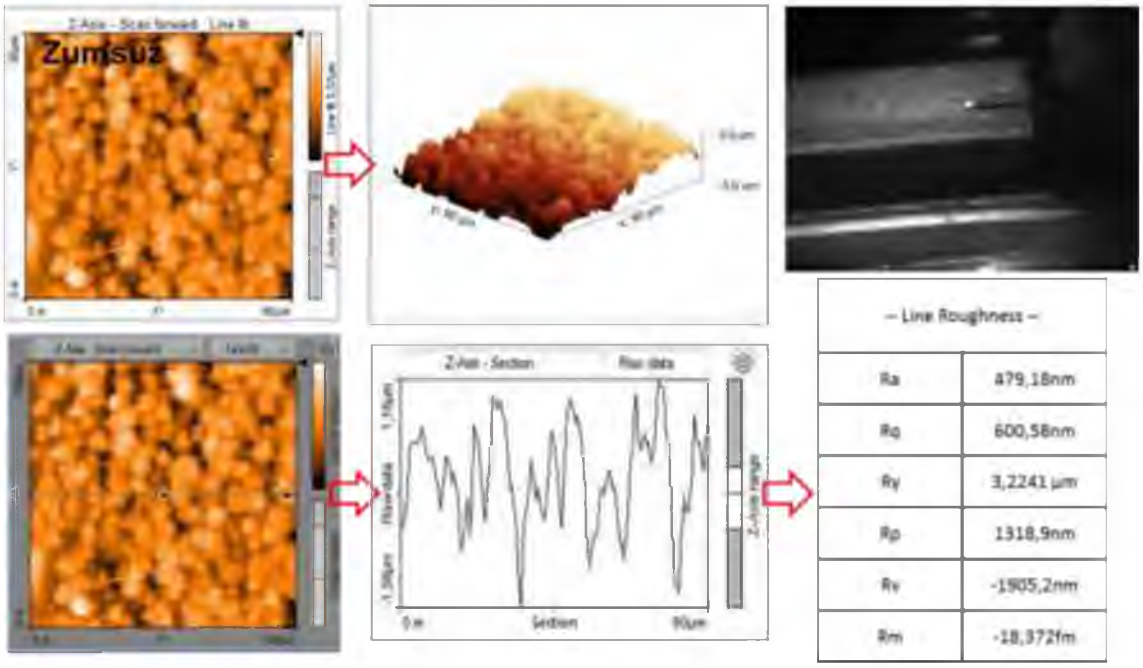


-- Line Roughness --	
Ra	245,99nm
Rq	309,49nm
Ry	1834,7nm
Rp	634,71nm
Rv	-1,2Åµm
Rm	-17,899fm

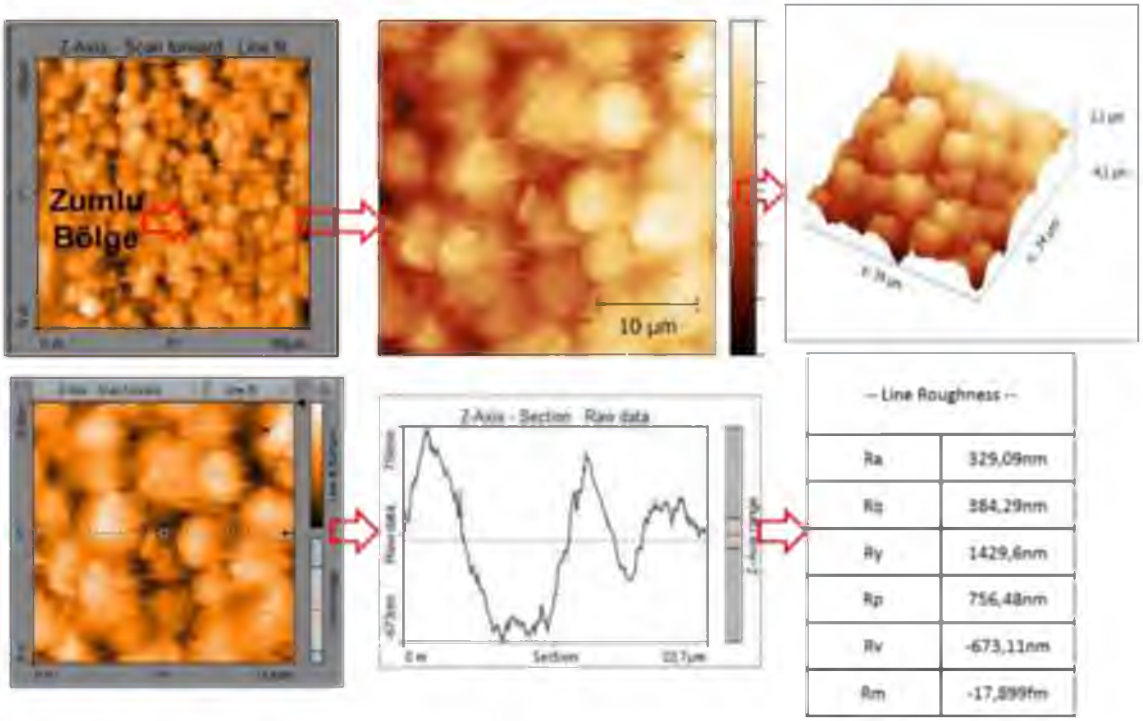
Şekil 79. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumsuz AFM analizi.



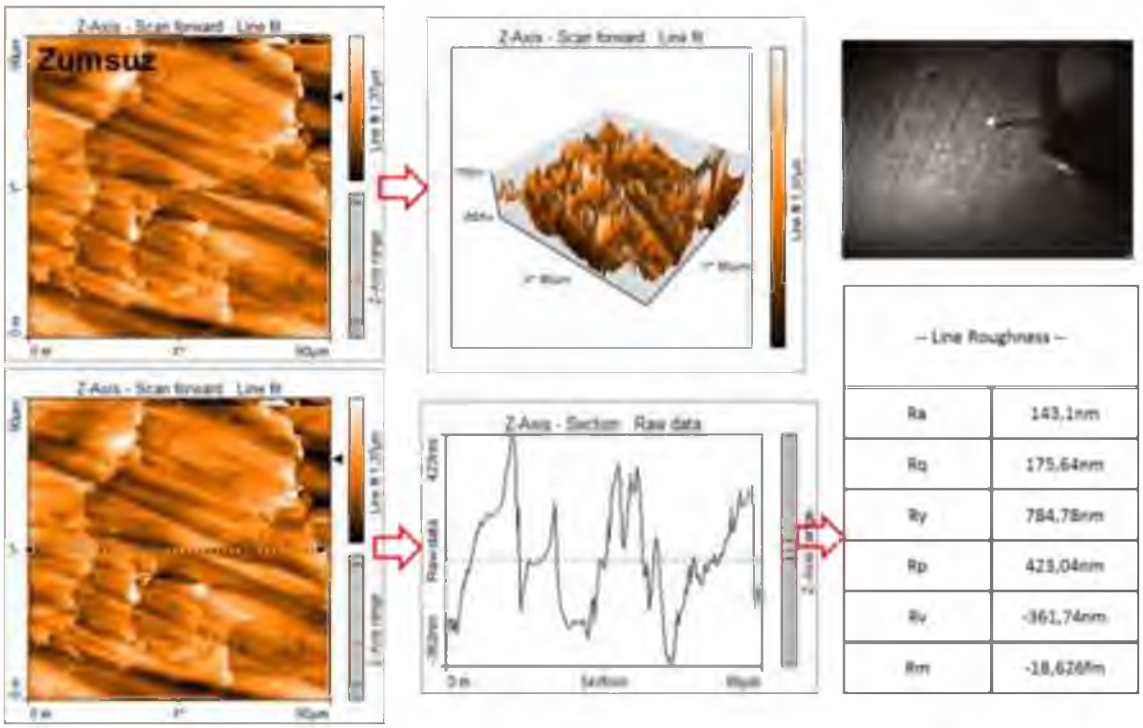
Şekil 80. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumlu AFM analizi.



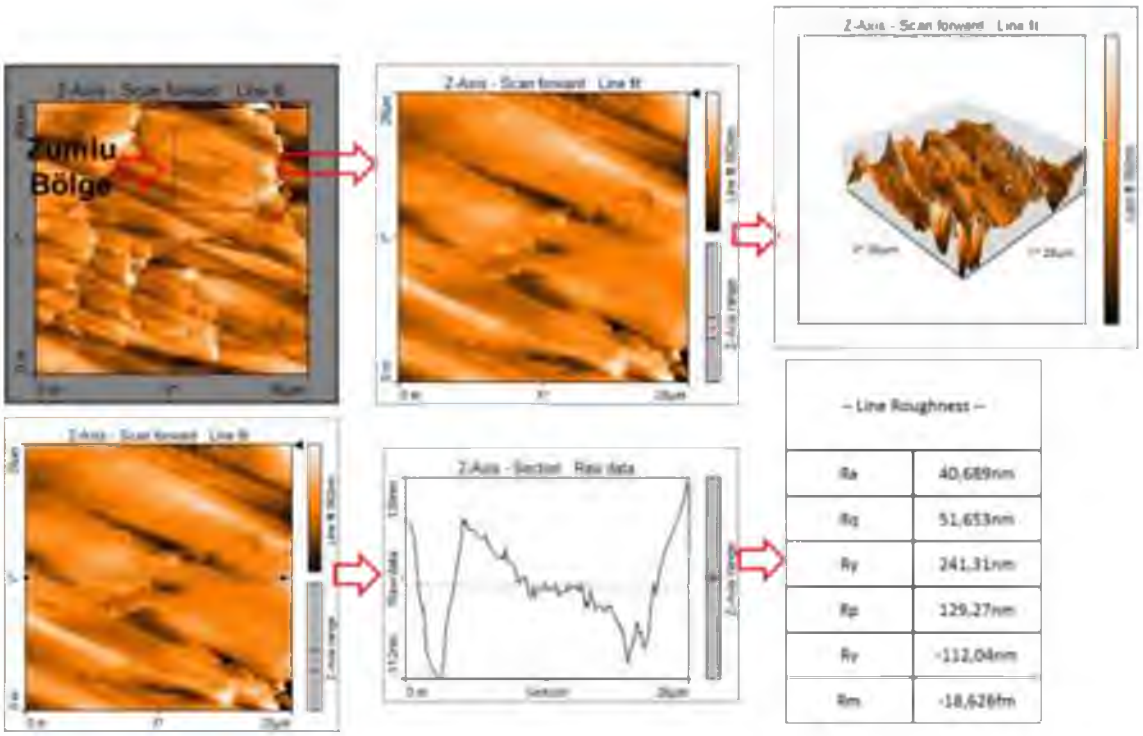
Şekil 81. CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumsuz AFM analizi.



Şekil 82. CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın test öncesi zumlu AFM analizi.



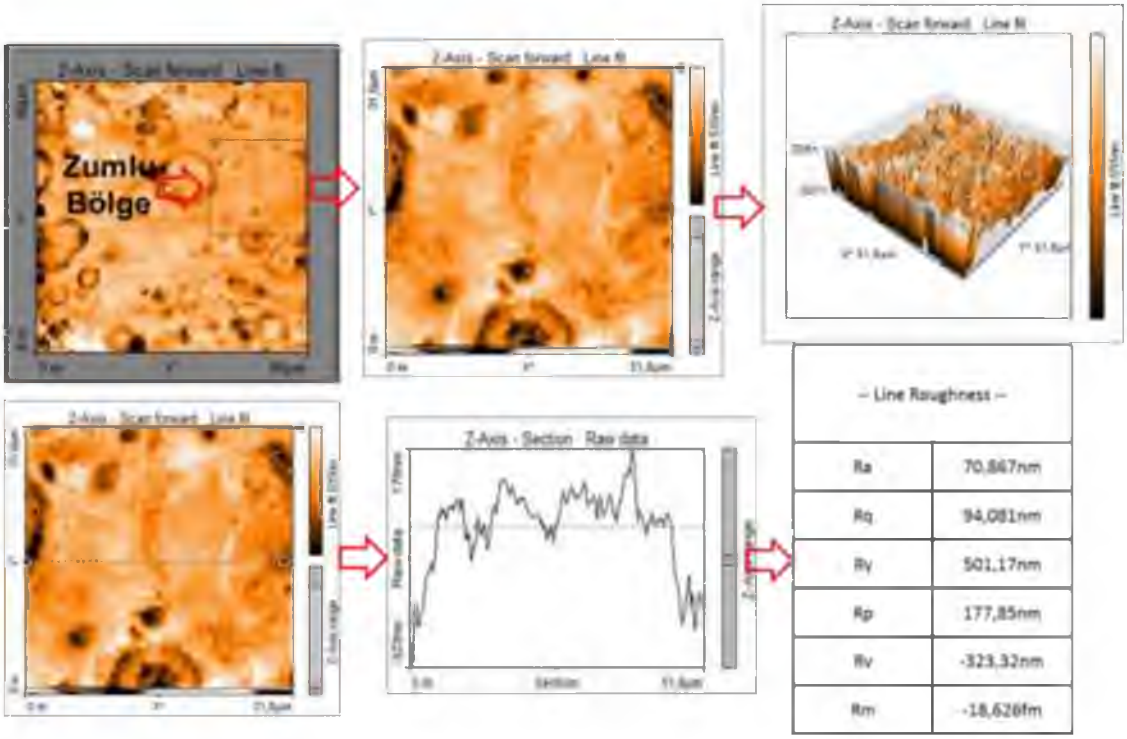
Şekil 83. Honda GX270 Silindirin test öncesi zumsuz AFM analizi.



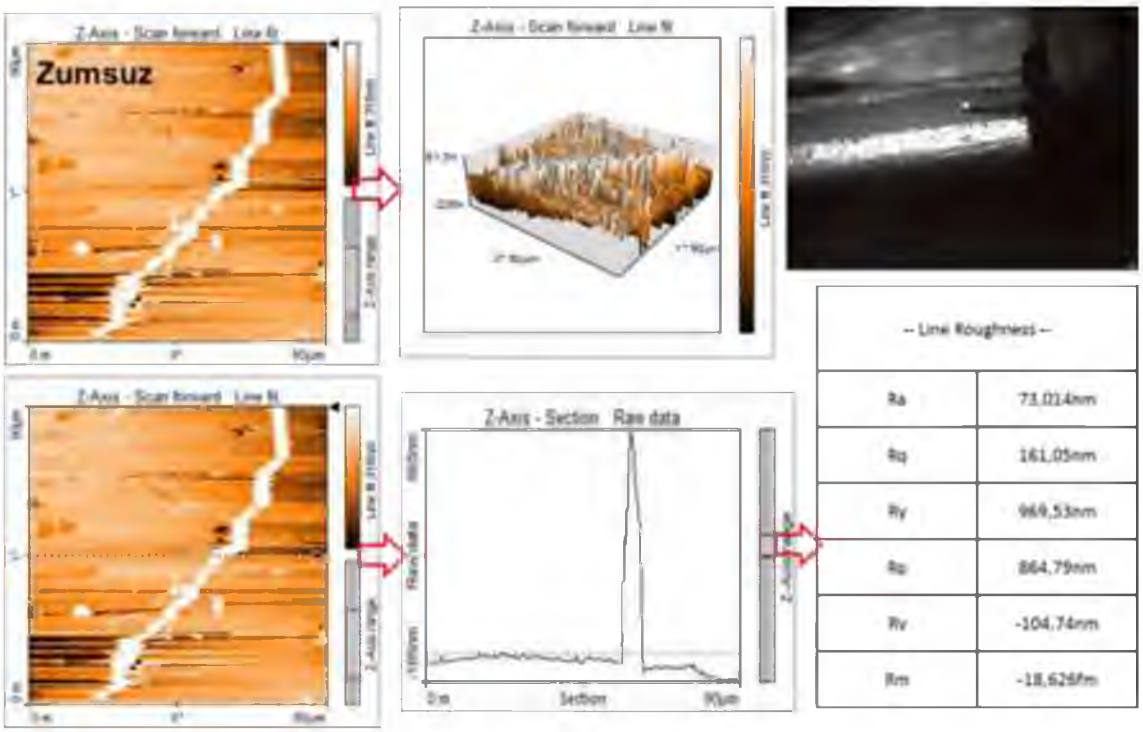
Şekil 84. Honda GX270 Silindirin test öncesi zumlu AFM analizi.

Şekil 75'den Şekil 84'e kadar Test Öncesi Kullanılmamış Segmanlar ve Silindirin AFM Analizlerini vermektedir. Burada esas olarak ölçülen Ortalama pürüzlülük değerleri önem taşımaktadır. Sırasıyla 364nm, 1083nm, 563nm, 245nm, 158nm, 479nm, 329nm, 143nm ve 40nm değerleri görülmektedir.

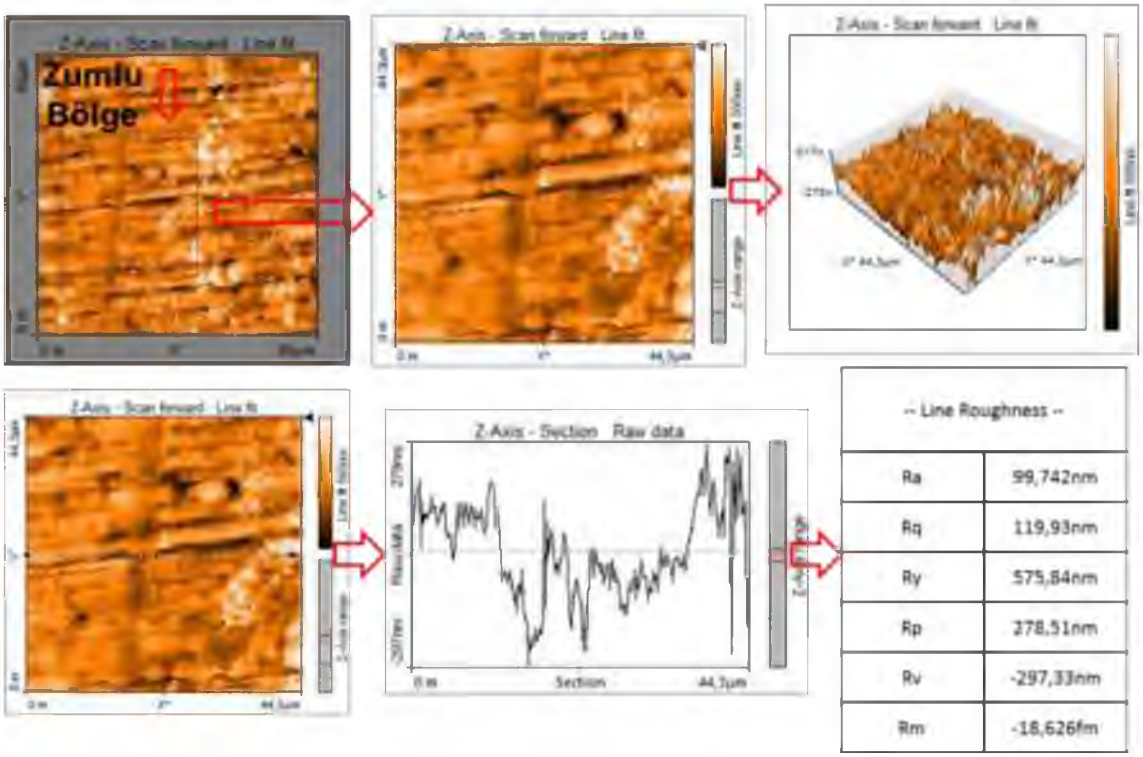
3.5.2 Tribometre ve Motor Testi Sonrası Segmanların AFM Analizleri



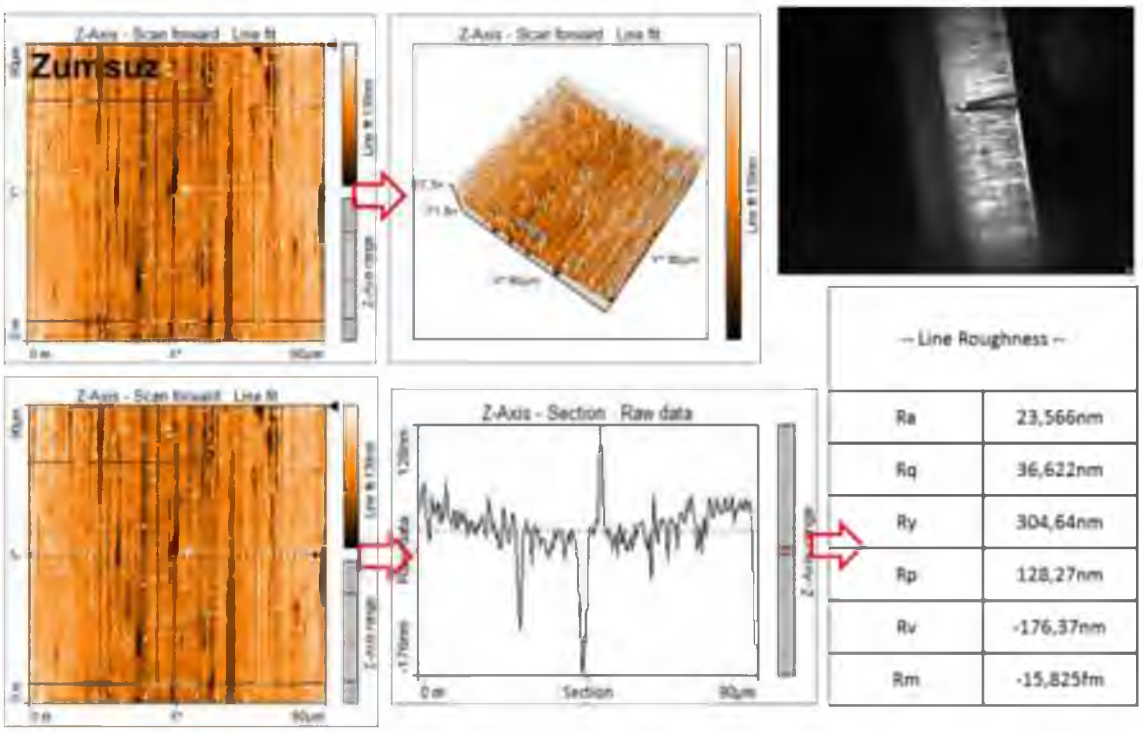
Şekil 85. Kaplamasız (Kaplaması Asit Yoluyla Kaldırılmış 2. Segman)'ın Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi.



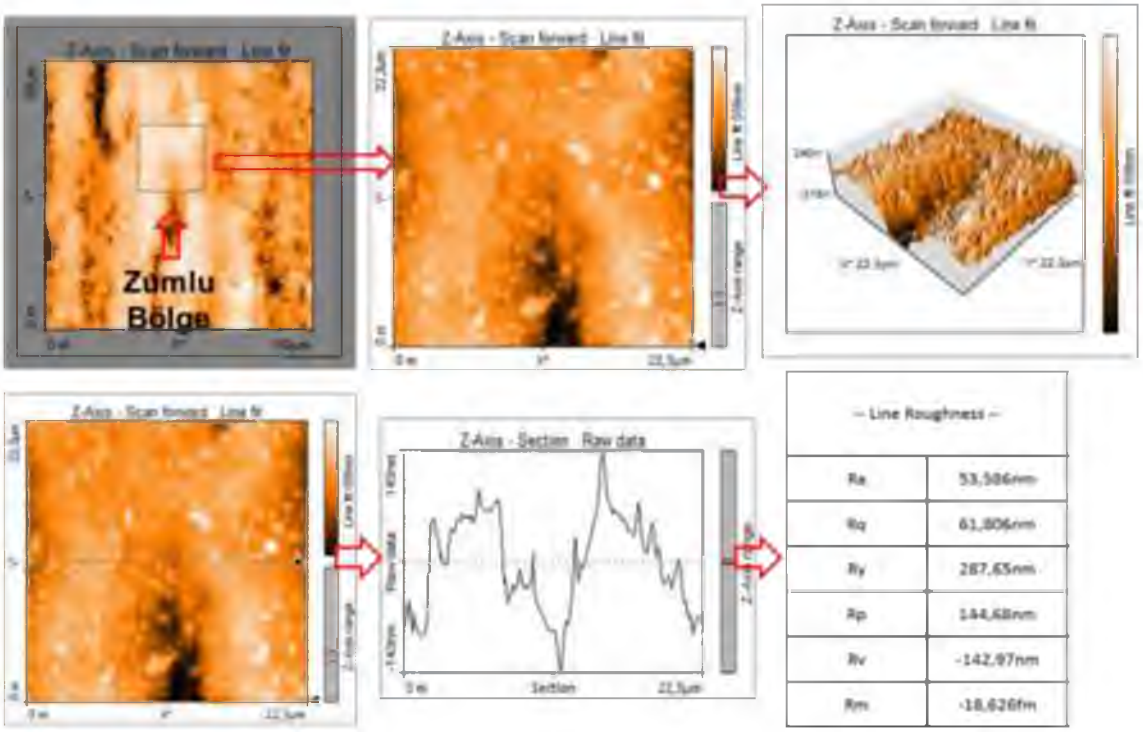
Şekil 86. Kaplamasız (Kaplaması Asit Yoluyla Kaldırılmış 2. Segman)'ın Motor Testi sonrası zumsuz AFM analizi.



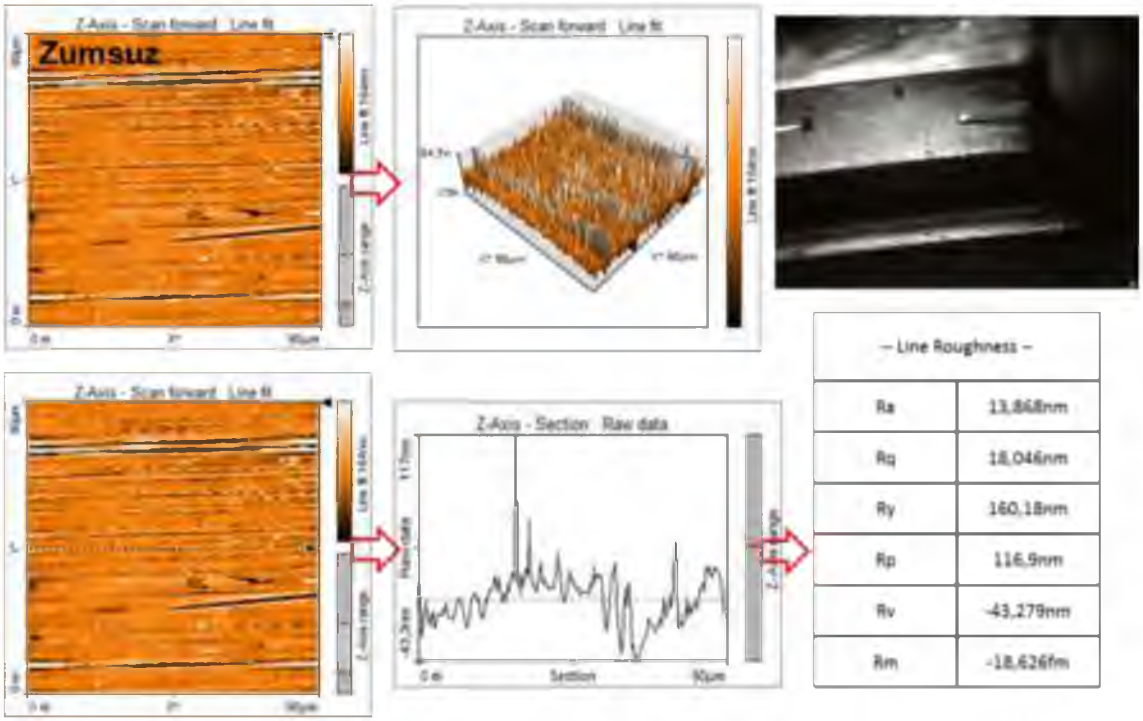
Şekil 87. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. segman'ın Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi.



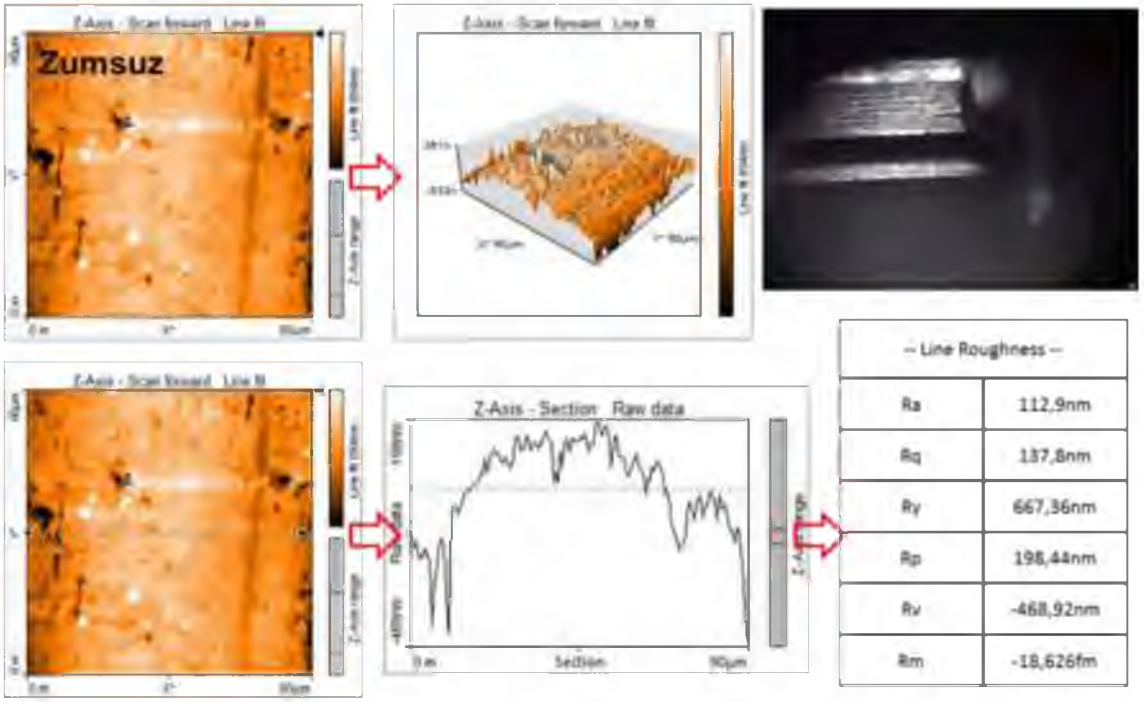
Şekil 88. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. segman'ın Motor Testi sonrası zumsuz AFM analizi.



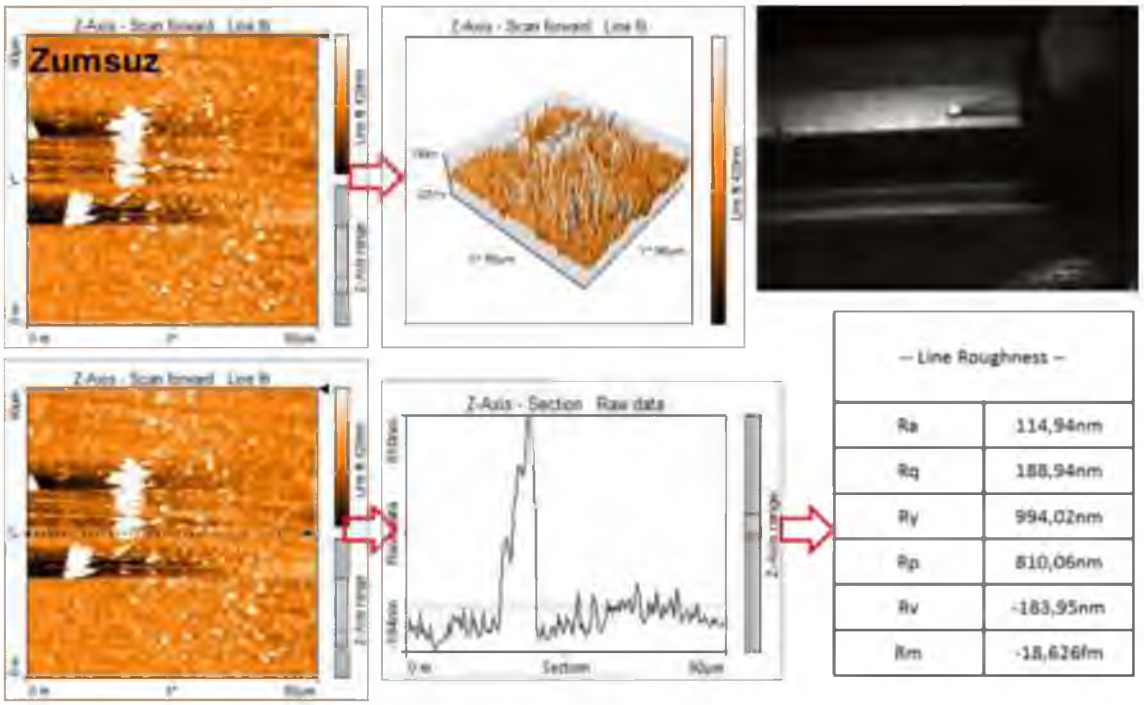
Şekil 89. Nitrür kaplı 2. Segman'ın Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi.



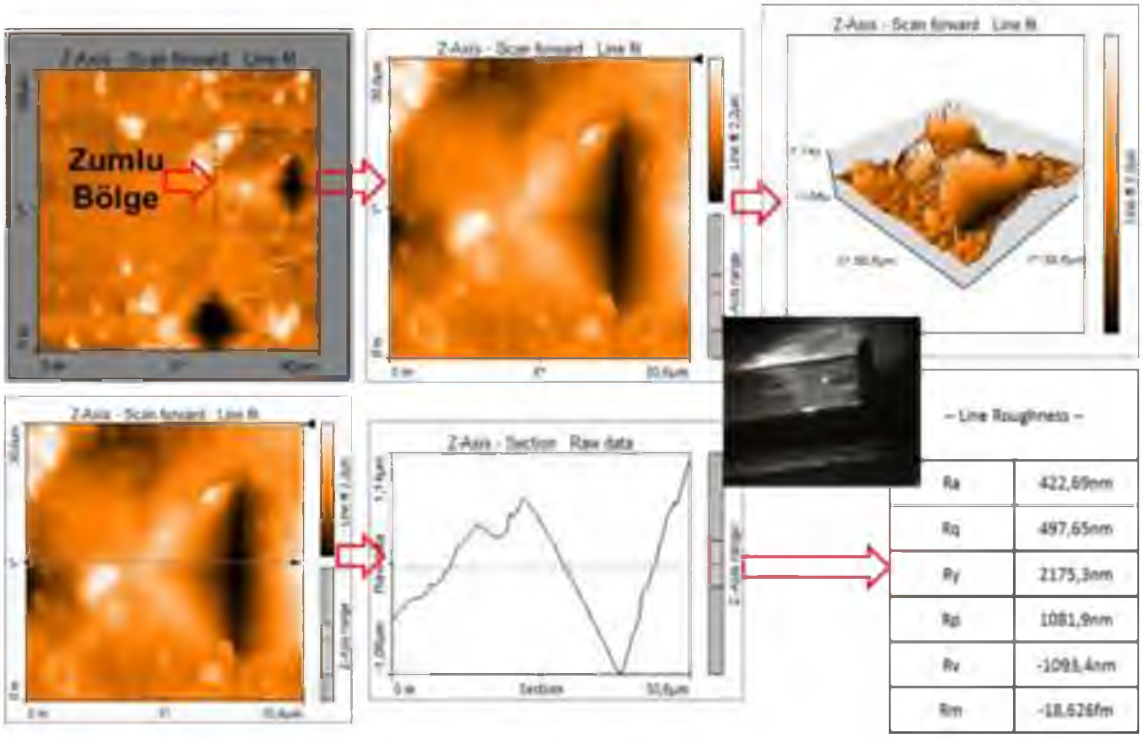
Şekil 90. Nitrür kaplı 2. Segman'ın Motor Testi sonrası zumsuz AFM analizi.



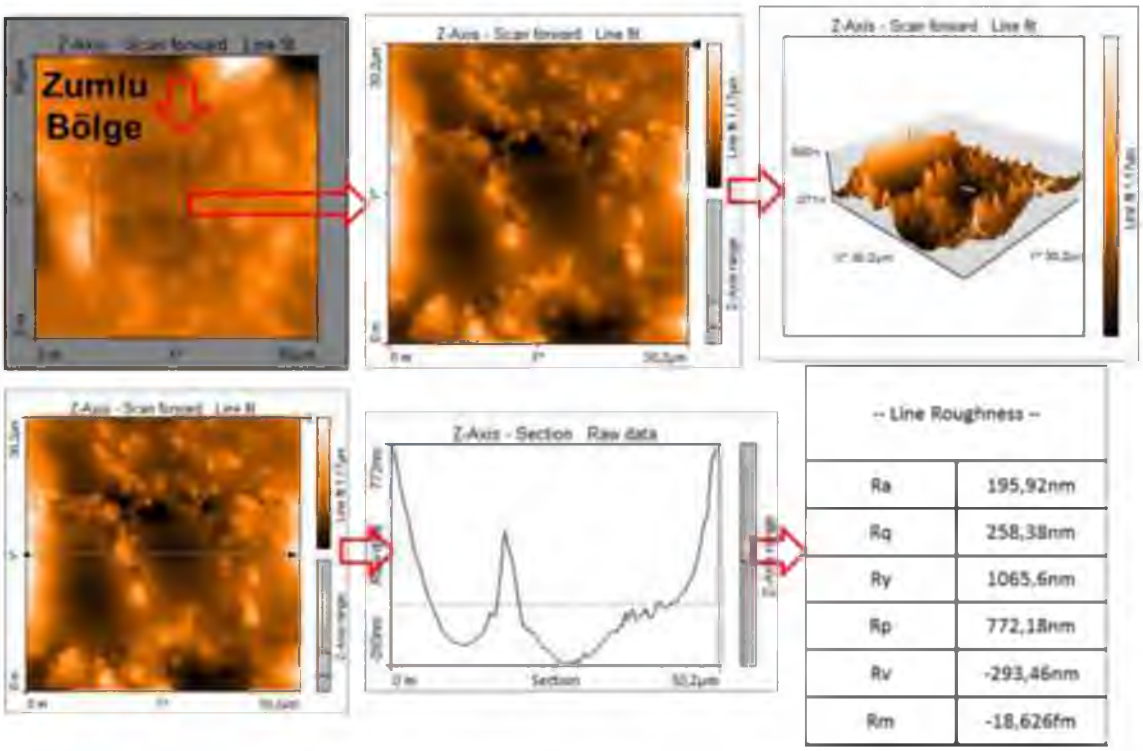
Şekil 91. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman'ın Tribometre Testi sonrası zumsuz AFM analizi.



Şekil 92. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman'ın Motor Testi sonrası zumsuz AFM analizi.



Şekil 93. CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi.

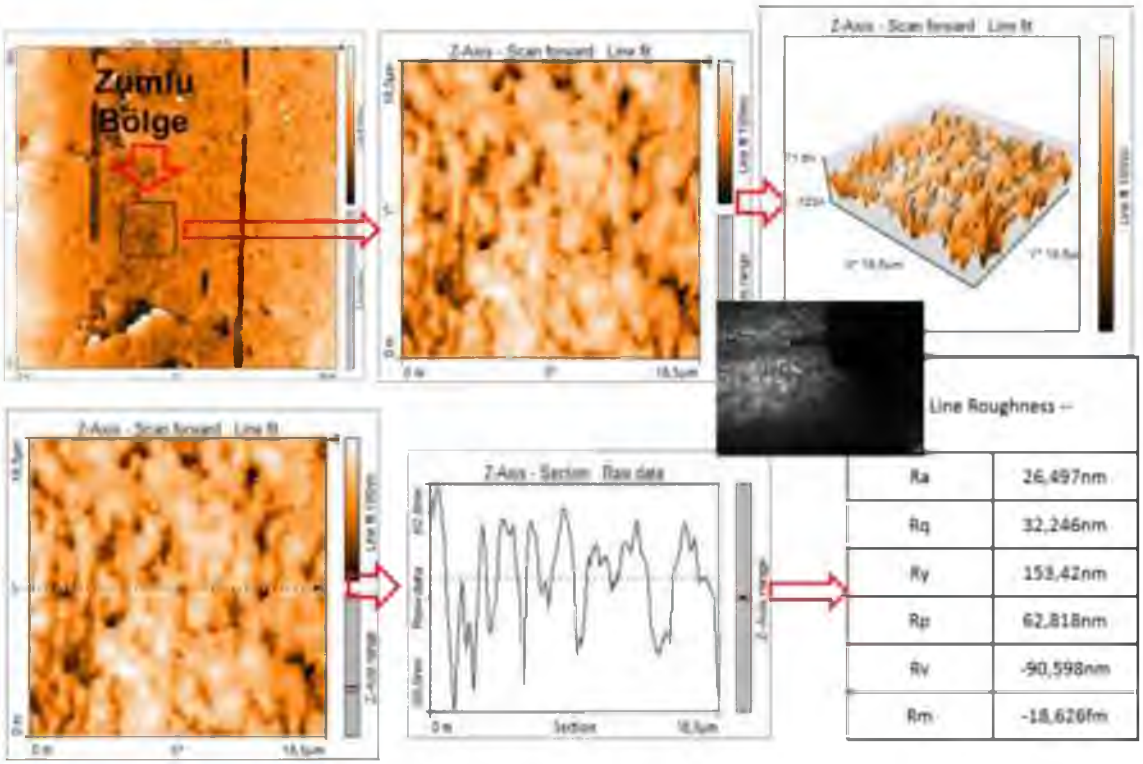


Şekil 94. CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın Motor Testi sonrası zumlu AFM analizi.

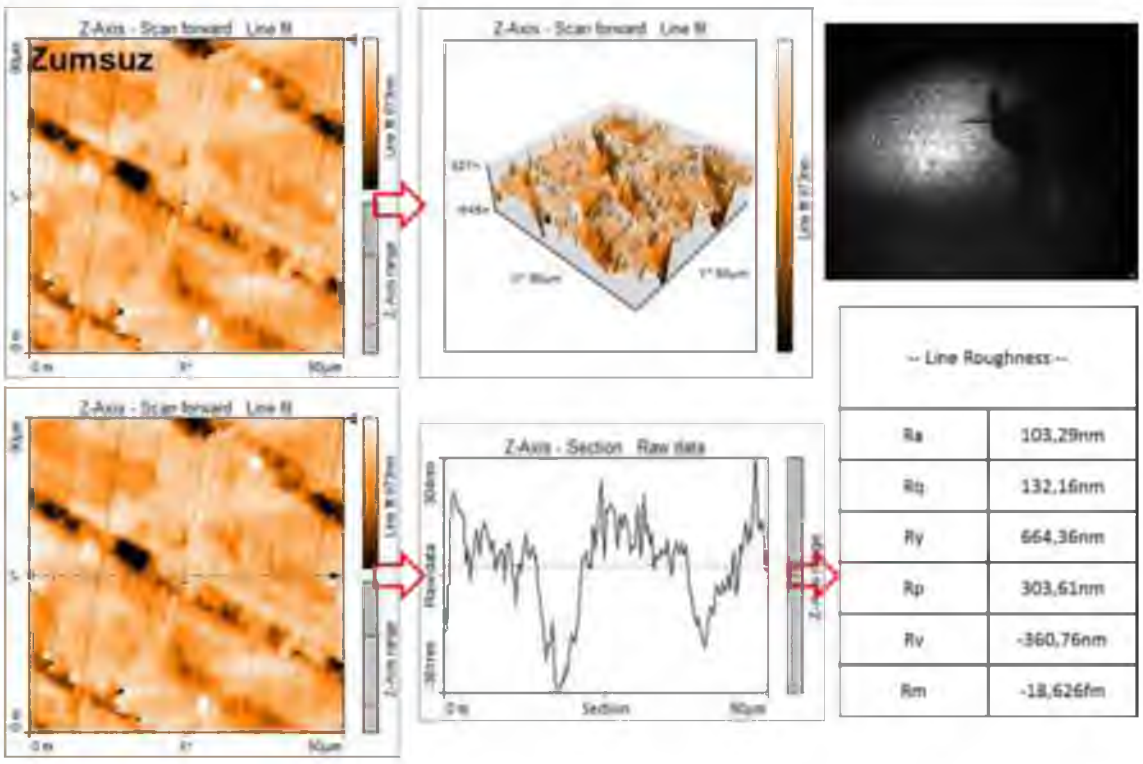
Şekil 85'den Şekil 94'e kadar Tribometre ve Motor Testi Sonrası Segmanların AFM Analizlerini vermektedir. Burada esas olarak ölçülen Ortalama pürüzlülük değerleri önem

taşımaktadır. Sırasıyla 70nm, 73nm, 99nm, 23nm, 53nm, 13nm, 112nm, 114nm, 422nm ve 195nm değerleri görülmektedir. Yani Şekil 75'den Şekil 82'ye kadar Test Öncesi Kullanılmamış Segmanların AFM Analizlerindeki Ortalama pürüzlülük değerlerine göre oldukça düşük değerler göstermiştir. Bu da pürüzsüz ve düzgün, geniş çaplı temas alanı, mükemmel aktive edilmiş yüzey için uygun yeterli yüzey bozunması tüm aşınma pistini koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluştuğunu göstermektedir. Sadece Şekil 93 ve 94 CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın Tribometre Testi sonrasında Grafen tabakalarının katıklarla beraber teşekkül etmesi yüzey pürüzlülüğünü arttırmıştır. Bu durum CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi Grafen Kaplı Segman ve Silindir Çifti – Tribometre Testilerindeki Optik, SEM-X-Ray, yüzey topoğrafyası ve haritalamada Şekil 42 ile 51 arasında benzerlik göstermektedir.

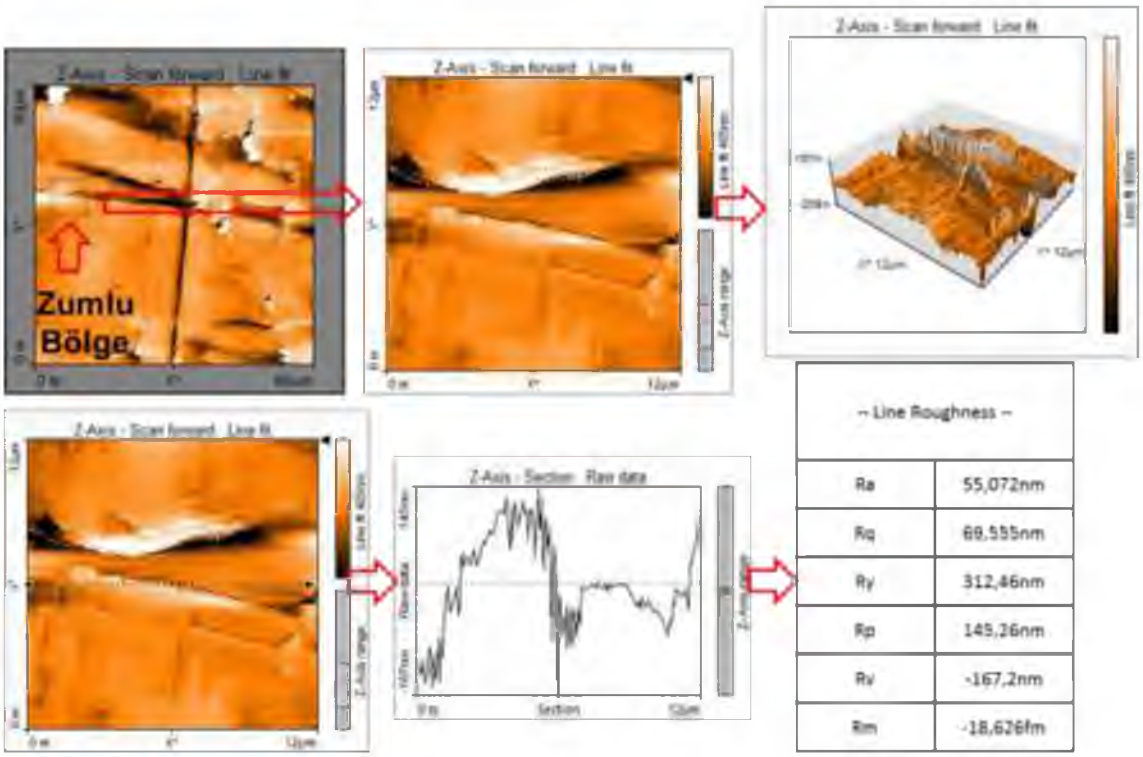
3.5.3 Tribometre ve Motor Testi Sonrası Silindirlerin AFM Analizleri



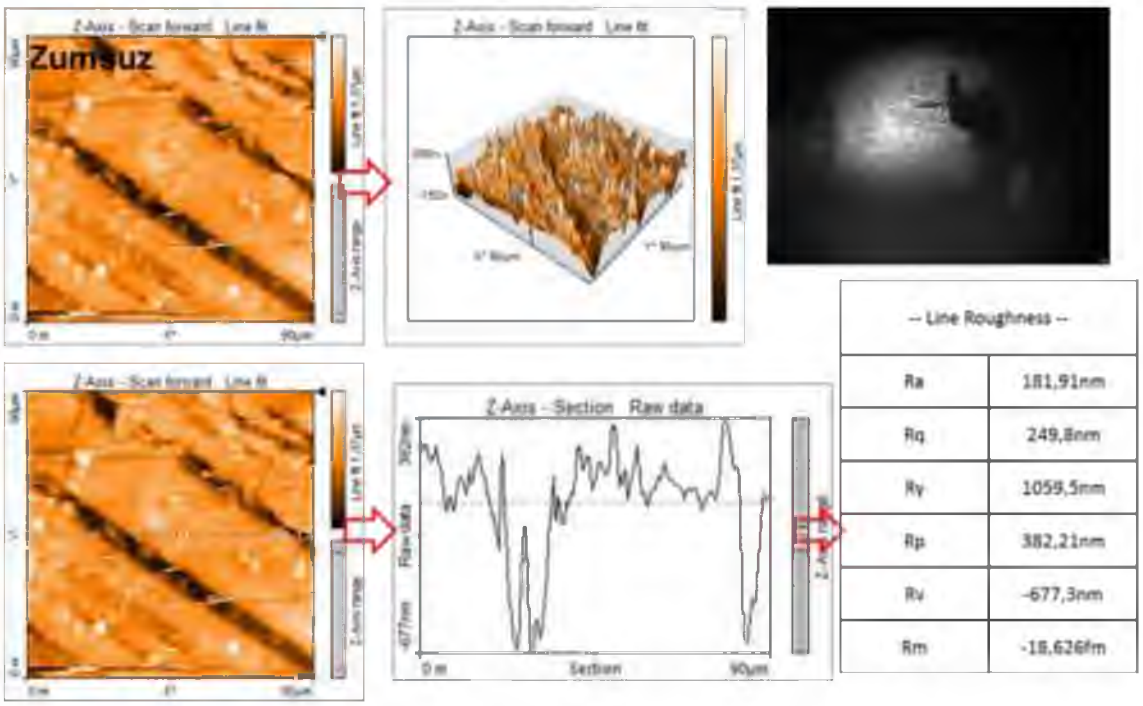
Şekil 95. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman altında çalışan silindirin Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi.



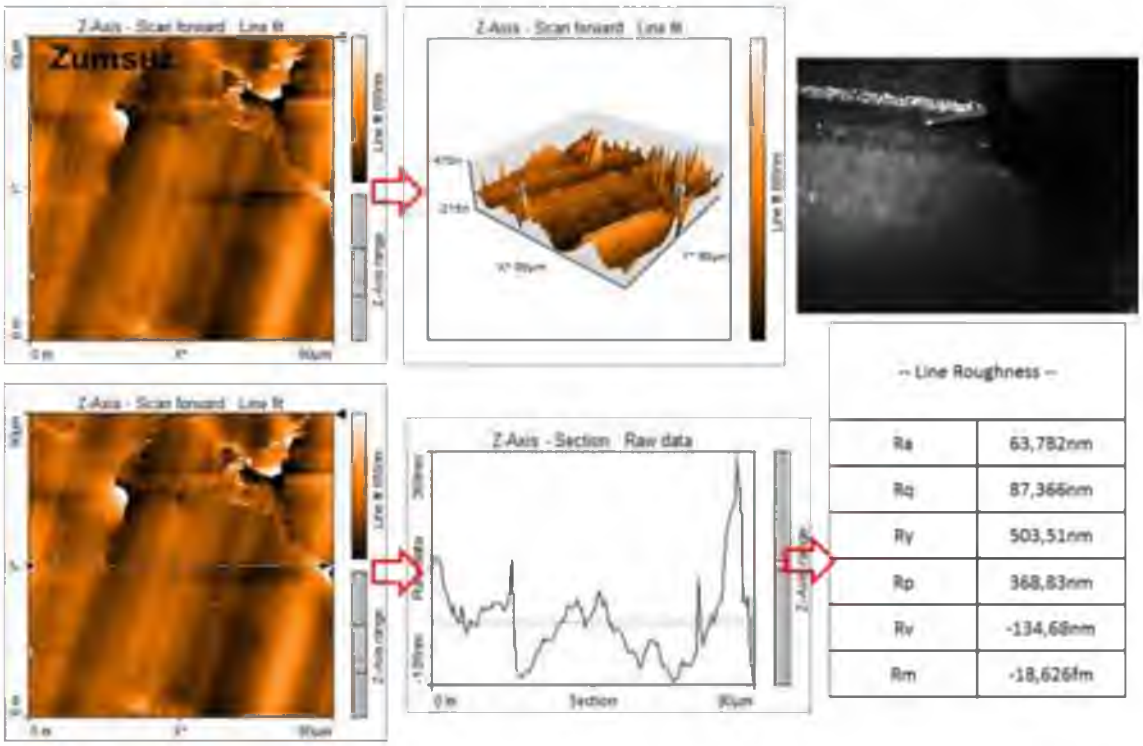
Şekil 96. Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış 2. Segman altında çalışan silindirin MotorTesti sonrası ÜÖN'daki zumsuz AFM analizi.



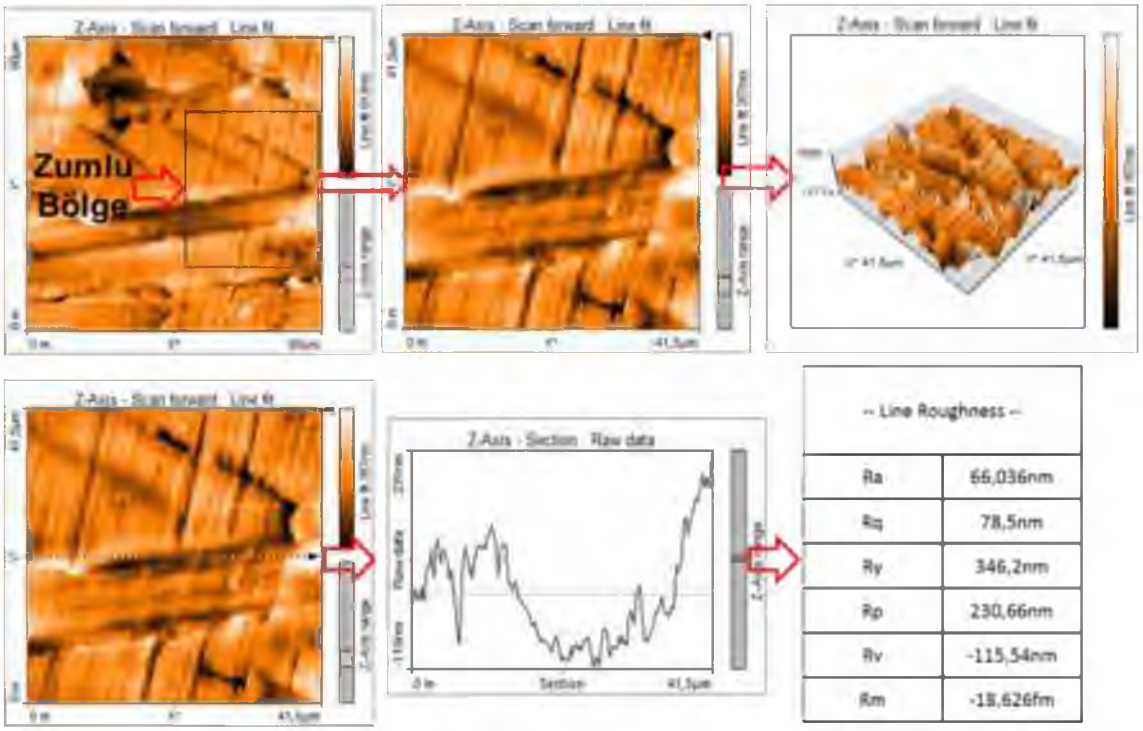
Şekil 97. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. Segman altında çalışan silindirin Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi.



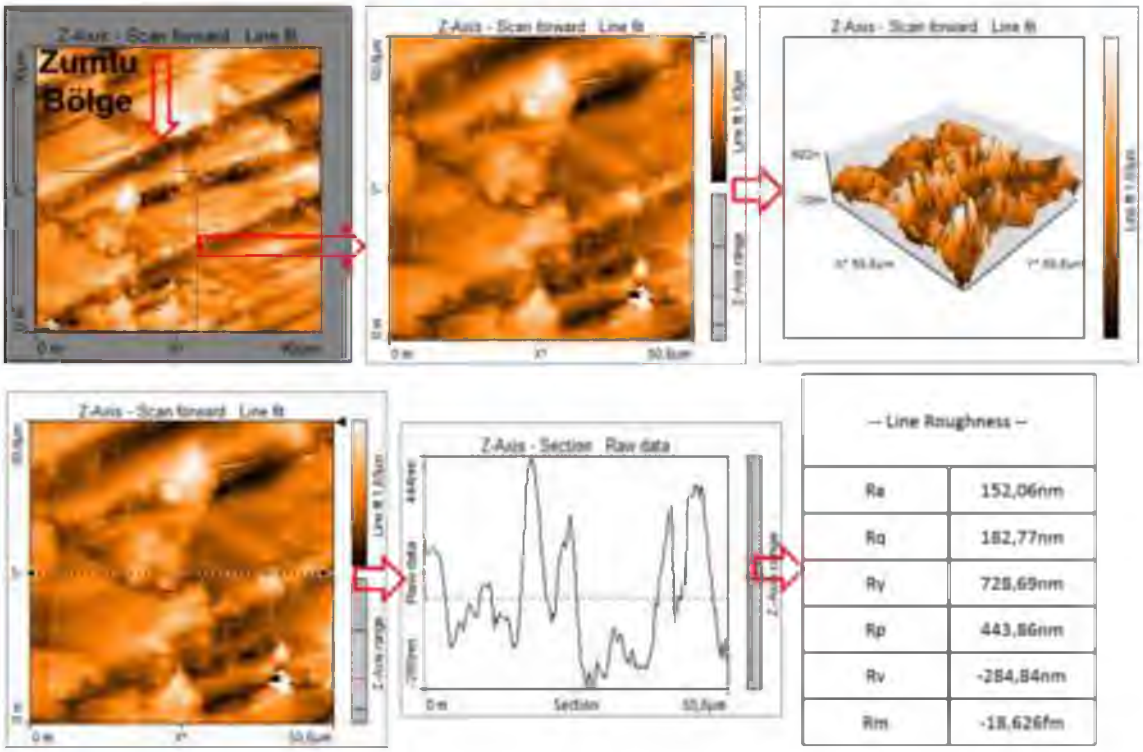
Şekil 98. Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ile yapılan 2. Segman altında çalışan silindirin MotorTesti sonrası ÜÖN'daki zumsuz AFM analizi.



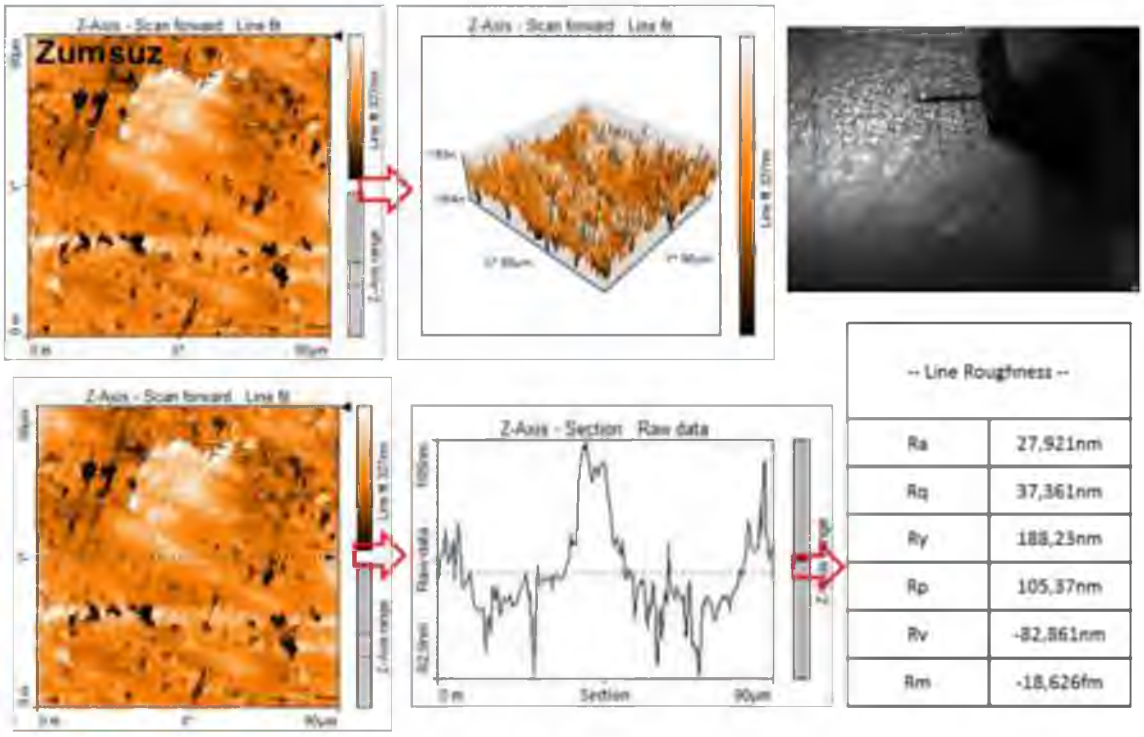
Şekil 99. Nitrür kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin Tribometre Testi sonrası zumsuz AFM analizi.



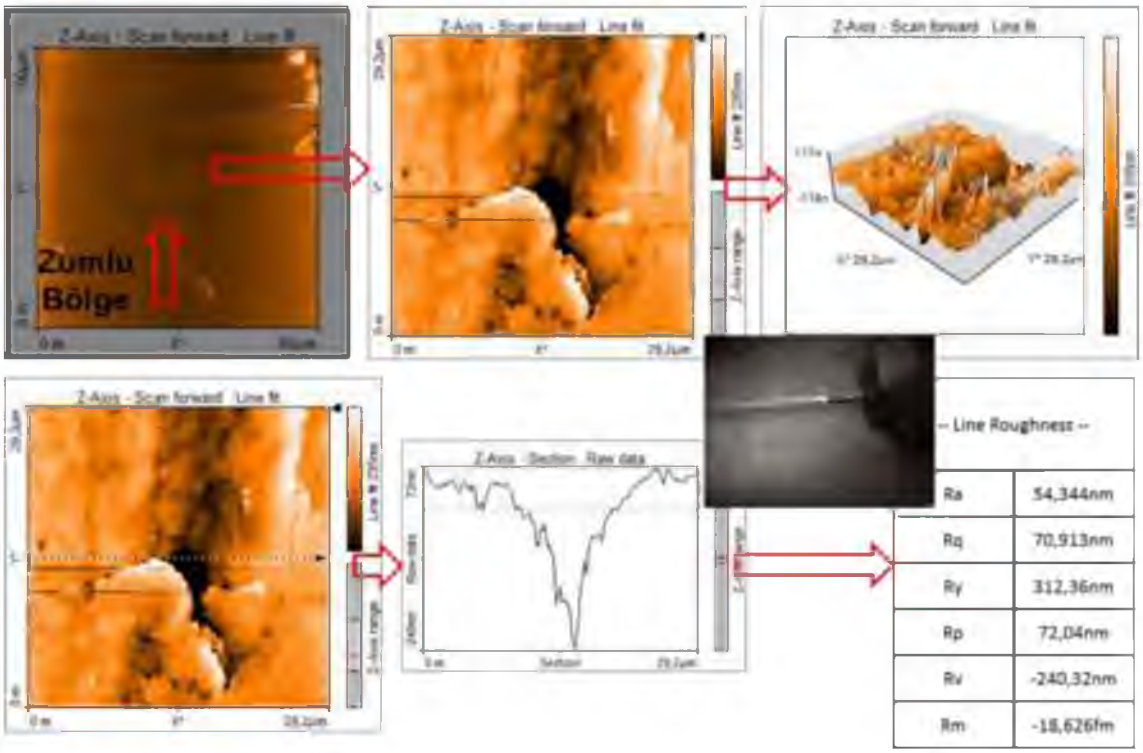
Şekil 100. Nitrür kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin MotorTesti sonrası ÜÖN'daki zumlu AFM analizi.



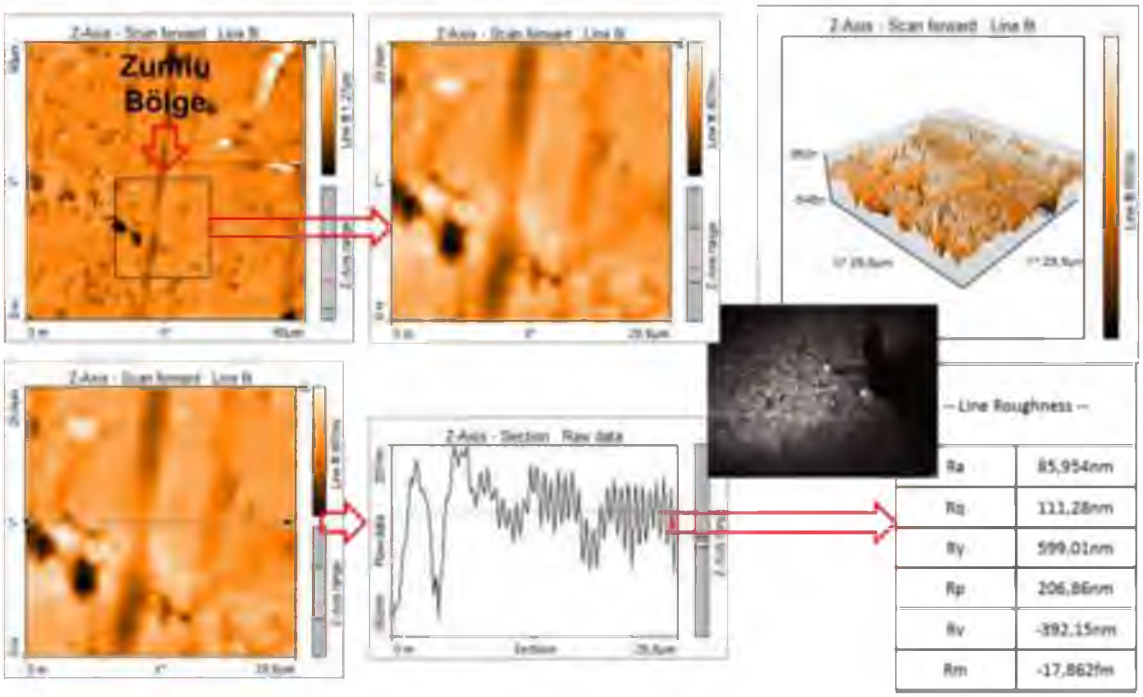
Şekil 101. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi.



Şekil 102. Çinko Fosfat (ZnP) kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin MotorTesti sonrası ÜÖN'daki zumsuz AFM analizi.



Şekil 103. CVD Grafen kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin Tribometre Testi sonrası zumlu AFM analizi.



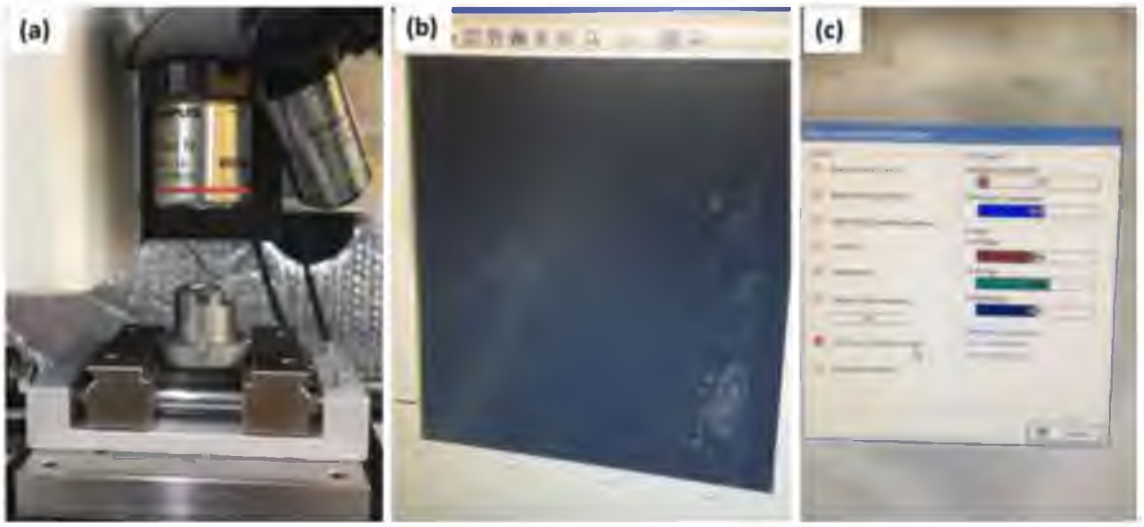
Şekil 104. CVD Grafen kaplı 2. Segman altında çalışan silindirin MotorTesti sonrası ÜÖN'daki zumsuz AFM analizi.

Şekil 95'ten Şekil 104'e kadar Tribometre ve Motor Testi Sonrası Silindirlerin AFM Analizlerini vermektedir. Burada esas olarak ölçülen Ortalama pürüzlülük değerleri önem taşımaktadır. Sırasıyla 26nm, 103nm, 55nm, 181nm, 63nm, 66nm, 152nm, 27nm, 54nm ve 85nm değerleri görülmektedir. Yani Şekil 83 ve Şekil 84'deki Test Öncesi Kullanılmamış Silindirlerin AFM Analizlerindeki 40nm ve 143nm Ortalama pürüzlülük değerlerine göre nispeten düşük değerler göstermiştir.

3.5.4 Nanoindentation – Nanoiz (Sertlik İzi) Ölçümü

Gerek Tribometre ve gerekse motor testleri sonucunda tüm segman yüzeylerinde test öncesi ve sonrası Nanoindentaion – Nanoiz (Sertlik izi) ölçümü yapılmıştır.

Ölçüm, için ilk etapta birimimizdeki Atomik Kuvvet Mikroskobu ile denenmiştir, ancak başarılamamıştır zira elmas uç yeterli batmayı sağlayamamıştır. Literatür bilgisi deneyimlere bağlı olarak AFM'deki nanoindentation ölçümü yarı hassasiyette sonuçlar verdiğidir. Aynı ölçüm Güney Kore'nin Seul şehrindeki Yonsei Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Nano-Aşınma Merkezinde bulunan Şekil 105'te görüldüğü gibi CSM ultra Nanoindenter ile denenmiş, yüzeydeki pürüzlülük, kavislik nedeniyle ölçüm başarısızdır.



Şekil 105. (a) CSM ultra Nanoindenter ve ölçüm, (b) Nanoindention için ekran görüntüsü, (c) Başarısız ölçüm sonucu.



Şekil 106. verilen Zwick/Roell marka mikro sertlik cihazı.

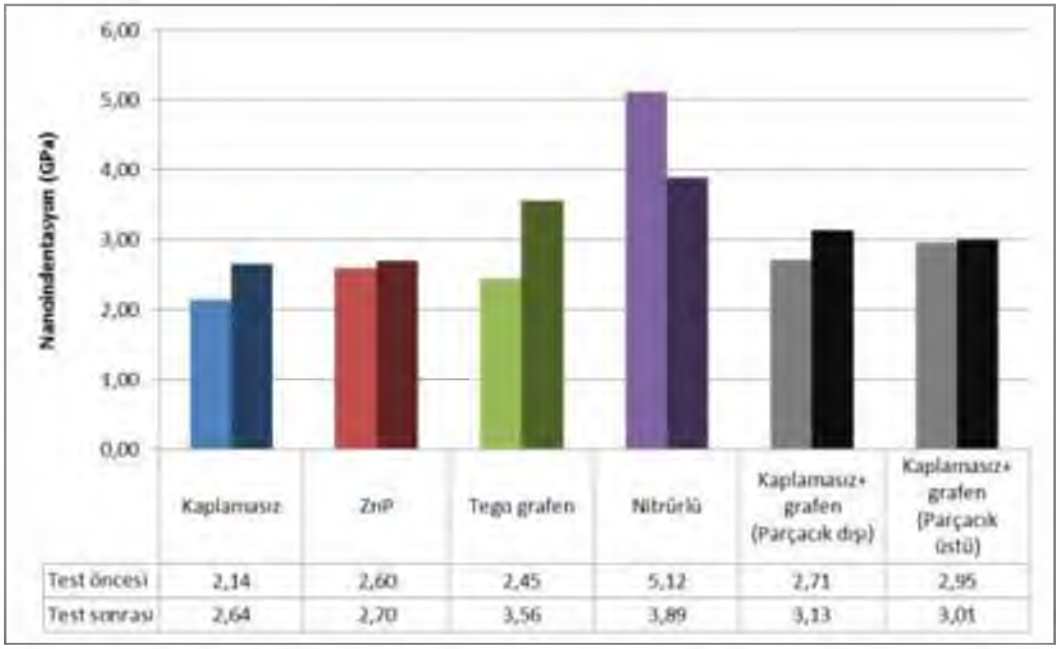
Bu nedenlerden dolayı Nano-Aşınma Merkezinde bulunan Şekil 106'da verilen Zwick/Roell marka mikro sertlik cihazı kullanılarak değerler Vickers sertlik değerinde HV olarak ölçülüp özel programla 100gf kuvvetle Gpa olarak değerleri alınmıştır.



Şekil 107. CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın Motor Testi sonrası Grafen tabakası üzerinde ölçülen sertlik değeri ve X40 büyütmede mikro yapısı.

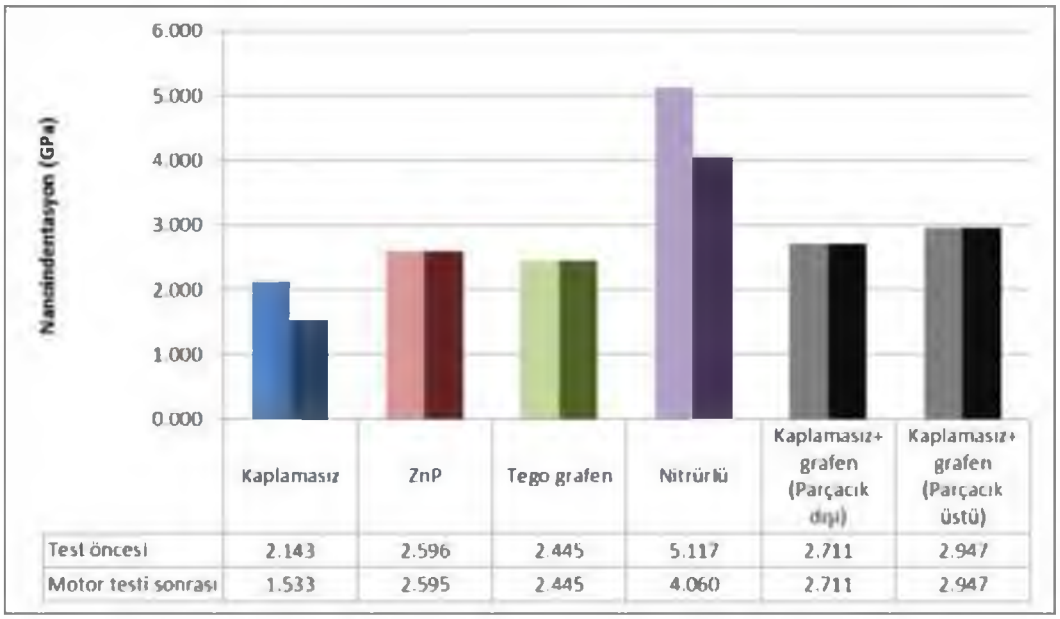
Örneğin, Şekil 107 mikro yapısı X40 büyütme ile net görülen CVD Grafen kaplı 2. Segman'ın Motor Testi sonrası Grafen tabakası üzerinde ölçülen sertlik değeri 483HV olup hesaplanan Nanoindentation değeri 4.737 GP'dır.

Bu ölçümler yapılarak Tribometre ve motor testleri sonucunda tüm segman yüzeylerinde test öncesi ve sonrası Nanoindentaion – Nanoiz (Sertlik izi) ölçümü yapılmış ve grafik değerleri Şekil 108 ve Şekil 109'da verilmiştir.



Şekil 108. Test öncesi ve test sonrası Tribometrede test edilen segmanların Nanoindentaion değerleri.

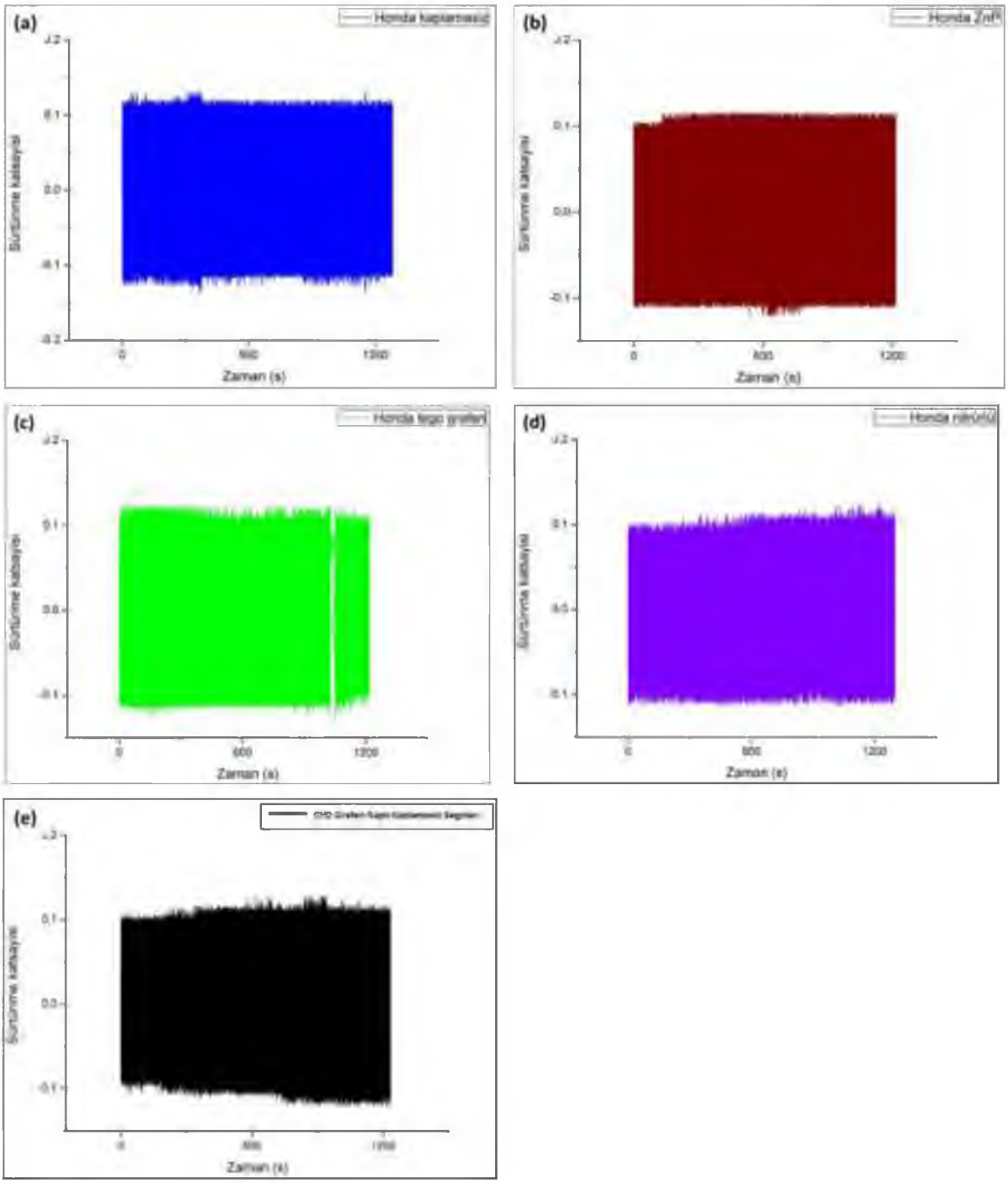
Genel olarak Tribometre testi sonrası (Şekil 108) sertlik değerlerinin arttığı ve Nitrür kaplı segmanda yüksek seyir gösterdiği, CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi Grafen Kaplı Segmanda tabaka içinde veya dışında farklılık göstermediği, ancak yağa karışan Grafen Nanopartikülü (TEGO grade-1) ise test sonrasında artış göstermiştir. Motor testlerinden sonra ise (Şekil 109) sertlik değerleri hemen hemen aynı kalmıştır.



Şekil 109. Test öncesi ve test sonrası Motorda test edilen segmanların Nanoindentaion değerleri.

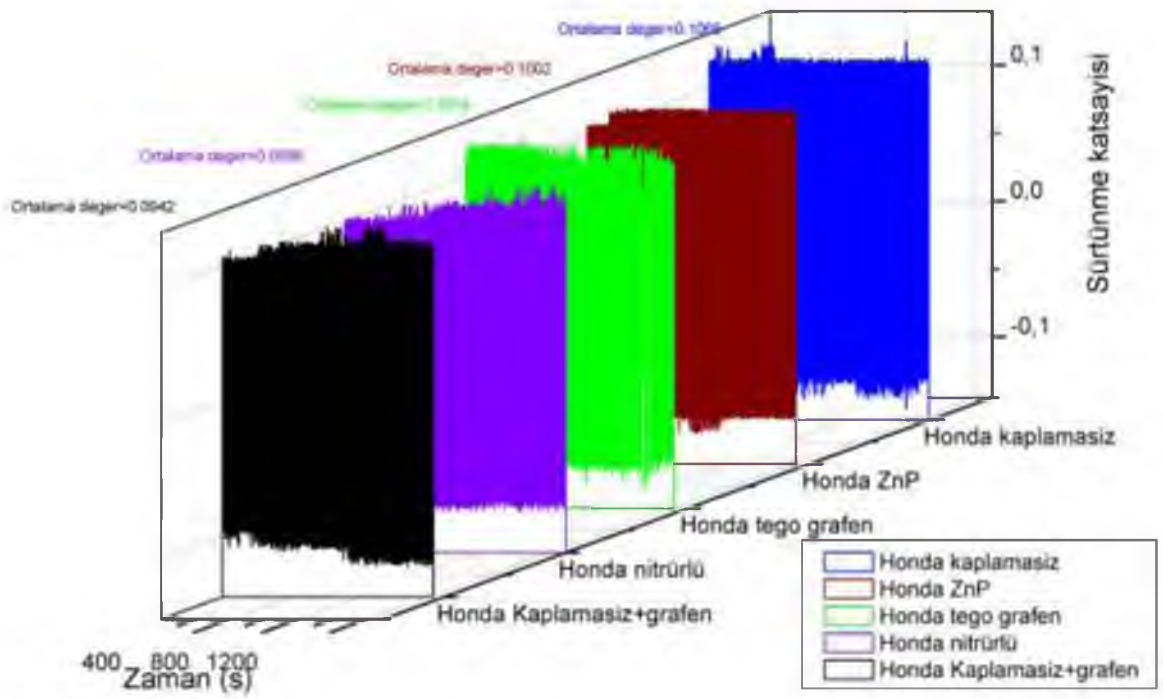
3.5.5 Tribometre Sürtünme Katsayısı Sonuçları

60 N ve 100 °C yağ sıcaklığında, sınır yağlama şartlarında yapılan tribometre testlerinde elde edilen sürtünme katsayıları Şekil 110 (a), (b), (c) ve (d)'de gösterilmiştir.

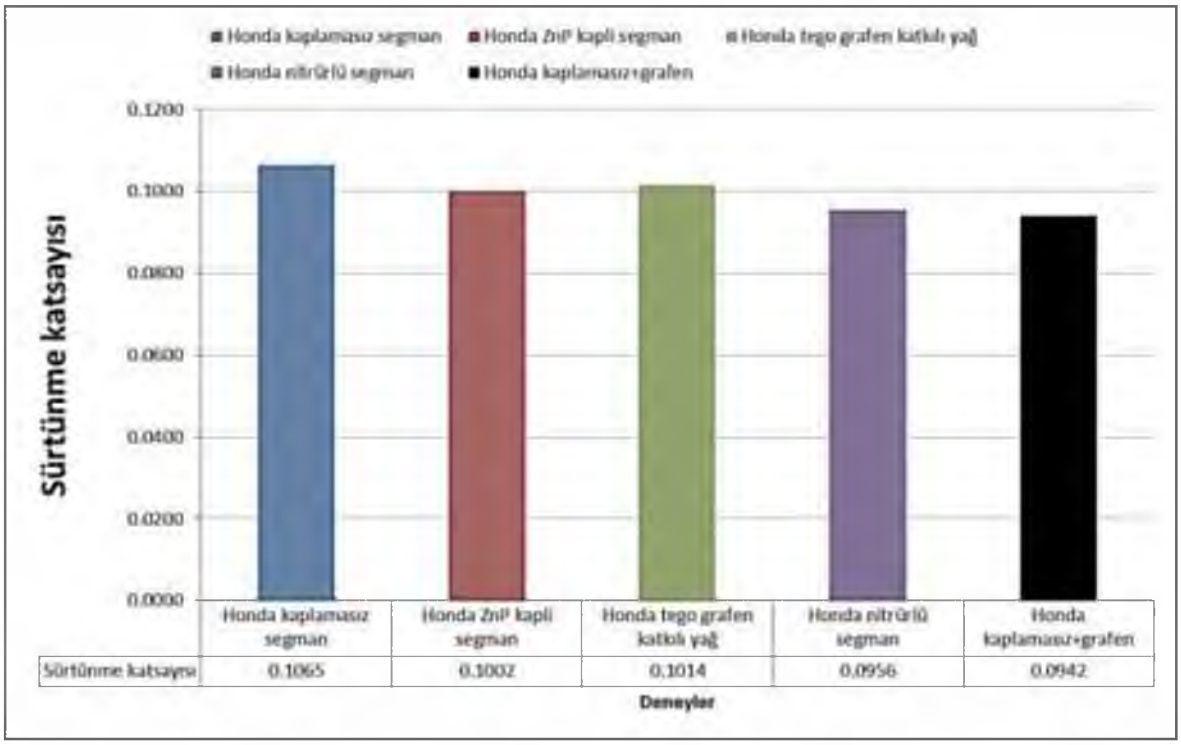


Şekil 110. (a),(b),(c),(d)(e) Tribometre testleri sonunda elde edilen her bir segmanın sürtünme katsayısının zamana göre değişimi; (a) Kaplamasız segman (kaplaması asit yoluyla kaldırılmış segman), (b) Honda ZnP kaplı segman; (c) Grafen nanapartikül (TEGO grade-1)'in yağa katılması, (d) Nitrürlenmiş segman. (e) CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi Grafen Kaplı Segman.

Şekil 110. (a),(b),(c),(d); Şekil 111'deki sıraya göre tek tek verilmiştir. Deneye bir - iki dakika yüksüz çalıştırılmak suretiyle başlanmış, gidip gelme hareketinden dolayı sürtünme katsayısı-zaman eğrisindeki ordinatta görülen sıfır sıkala noktası kalibre edilerek Yük Hücresi (load cell)'den saniyede 30 veri kaydetmek suretiyle alınan pozitif veriler bir yöndeki strok boyunca sürtünme kuvveti değerlerini, negatif veriler ise diğer yöndeki strok boyunca sürtünme kuvveti değerlerini vermektedir. Uygulanan yük 60 N ve sabit tutulan segman, silindir ve yağ sıcaklığı 100 °C olmak üzere sürtünme katsayısı, sürtünme kuvvetinin uygulanan yüke oranı olarak hesap edilmiş ve katsayı eğrisi zamana göre çizilmiştir.



Şekil 111. Tribometre testleri sonunda elde edilen tüm segmanların sürtünme katsayılarının zamana göre değişimi.



Şekil 112. Tribometre testleri sonunda elde edilen her bir segmanın ortalama sürtünme katsayısı değerleri.

Şekil 112'de görüleceği üzere, sürtünme katsayısı sınır yağlama şartlarında Tribofilm oluşumu için 0,09 ila 0,1 arasında değişim göstermiştir. CVD ile Grafen Kaplı Kaplamasız segman 0.0942 ve Nitrürlenmiş segman 0.0956 sürtünme katsayısıyla sırasıyla kaplamasız segman 0,1065, çinkofosfat kaplı segman 0.1002, Grafen nanopartikül (TEGO grade-1) yağ 0.1014 ile yapılan testlerden daha düşük değerler göstermiştir.

4. MOTOR DENEYLERİ VE SONUÇLARI

Projenin motor deneyleri kısmında, farklı segman kaplama yöntemleri uygulanmış olup herbiri Honda marka, GX270 tipi motoruna performans (moment, güç, yakıt sarfiyatı), motoring ve yağ analizleri ile aşınma ve sürtünme parametreleri değerlendirilmiştir.

Testlerde Honda marka, GX 270 tipi tek silindirli benzinli motor kullanılmıştır. Günümüz modern motor tasarımına uygun olması, karter yağ kapasitesinin fazlalığı, yüksek güç yoğunluğu ve yedek parça bulunabilirliği gözetilerek bu motor tercih edilmiştir. Test motorunun özellikleri daha önce Şekil 11'de verilmiştir.

4.1 Test Metodolojileri

4.1.1 Motor Rodajı

Motor rodajı yeni üretilmiş motorlarda sürtünen yüzeylerin birbirine alışması için geçmesi gereken süre olarak tanımlanmaktadır. Bu süreçte motor aşınmaları yüksek değerlerde olduğu için aşınma testlerinden önce motorların rodajlarının tamamlanmış olması önem arzetmektedir. Günümüzde etkin rodaj süresi için kabul edilmiş bir standart olmamakla birlikte, rodajın hangi hız ve yük şartında uygulanacağına dair kesin bir yöntem tanımlamasıda mevcut değildir. Bu bağlamda üreticilerin tecrübeye dayalı önerileri göz önünde bulundurulmaktadır. Projede kullanılan motorların rodajı Tablo 5'de tanımlanmış metod ile toplamda 15 saat olacak şekilde gerçekleştirilmiştir.

Tablo 5. Test motorlarının rodajında uygulanan işletme şartları.

Motor hızı (d/d)	Motor yükü (%)	Uygulama süresi (Saat)
2500	0	5
2500	25	5
2500	50	5

4.1.2 Performans Testi

Performans testleri motorun fren gücünün, fren momentinin ve fren özgül yakıt sarfiyatının motor işletme hız aralığında belirlenmesi için uygulanmıştır. Performans testleri ile farklı segman kaplamalarının motor çıktılarına olan etkisinin ölçülmesi hedeflenmiştir. Testler öncesinde motorlar rejim sıcaklıklarına kadar ısıtılmıştır. Motorların performansı belirlenirken yüksüz şartta tam gaz pozisyonu ile ölçüm alınmaya başlanarak kademeli olarak motor yükü arttırılmış ve minimum devire gelindiğinde ölçüm bitirilmiştir. Her motor için performans testleri üçer kez tekrarlanmış ve sonuçların aritmetik ortalaması alınmıştır.

4.1.3 Motor Ömür Testleri



Şekil 113. Ömür deneyinin 75. Saati sonunda karterdeki yağ seviyesi.

Yaşlandırma veya ömür testi olarak bilinen testlerin uygulanmasında motorlar sabit yük altında hedeflenen süre çalıştırılırlar. Yaşlandırma uygulamasında amaç motorun aşınma açısından performansını değerlendirebilecek test verileri elde edebilmektir. Test esnasında önceden belirlenmiş aralıklar ile yağ numuneleri alınarak aşınma elementlerinin ve yağ katkılarının durumu inclenmek üzere laboratuara gönderilir. Proje kapsamında uygulanan ömür teslerinde test yükleri ISO 8178-4 standardında tanımlanan şekilde seçilerek uygulanmıştır. Farklı segman uygulamarı için her motorun 100 saat teste tabi tutulması ve aynı zamanda sırasıyla 25, 50, 75 ve 100. saatte yağ numuneleri alınarak elemental analize tabi tutulması planlanmıştır. Ancak test esnasında motorların beklenen mertebeden fazla yağ eksiltmeleri ve en az 50'şer cc'lik yağ numuneşeri alınması nedeniyle testler 75 saat ile sınırlandırılarak uygulanmıştır. Kaplaması kaldırılmış segman uygulaması neticesinde 75. saatin sonunda karterdeki yağ seviyesini gösteren fotoğraf Şekil 113'de görülmektedir. Testler esnasında planlandığı gibi 25, 50 ve 75. saatlerde yağlama yağlarından numune alınarak aşınma elemetleri, toplam asit sayısı, toplam baz sayısı, viskozite ve katkı maddeleri miktarları ölçülmüştür.

4.1.4 Motoring Testleri

Projede teste tabi tutulan her test motoru için ilk etapta aşama gereği segman değişimi gerçekleştirilmiş ardından sırasıyla rodaj, performans testi, ömür testi ve motoring testleri uygulanmıştır. Performans testinin ardından motorun yağı değiştirilmiş ve sonrasında ömür testine başlanmıştır. Ömür testlerinin tamamlanmasının ardından motoring testi uygulanmış ardından motor söküm odasına alınarak demonte edilmiştir. Söküm neticesinde segman ve silindir yüzeyleri incelemeye tabi tutulacağı için muhafazaya alınmış ardından mikroskopların tutucu kısımlarına konabilmeleri için testere ile kesilmiştir. Silindirlerin yaklaşık 1 cm eninde boylu boyunca kesilmesine özen gösterilmiştir. Bu sayede gerekli inceliğe ulaşan silindir numuneleri bir kez daha kesime tabi tutularak üst ölü nokta, orta nokta ve alt ölü nokta bölgeleri birbirinden ayrılmıştır. Silindir ve segman yüzeylerinde yağ katkı maddeleri mevcut olduğu için testere ile kesim esnasında kesme sıvısı kullanımı mümkün olamamaktadır. Kesme sıvısının yüzey ile reaksiyona girme ihtimali istenmeyen bir durumdur. Ancak kesme sıvısının olmaması nedeniyle yüzeylerin yanmaması için kesme hızı azaltılmaktadır bu nedenle kesim işlemi oldukça uzun sürmektedir ve her seferinde şerit değişimi uygulanmaktadır.

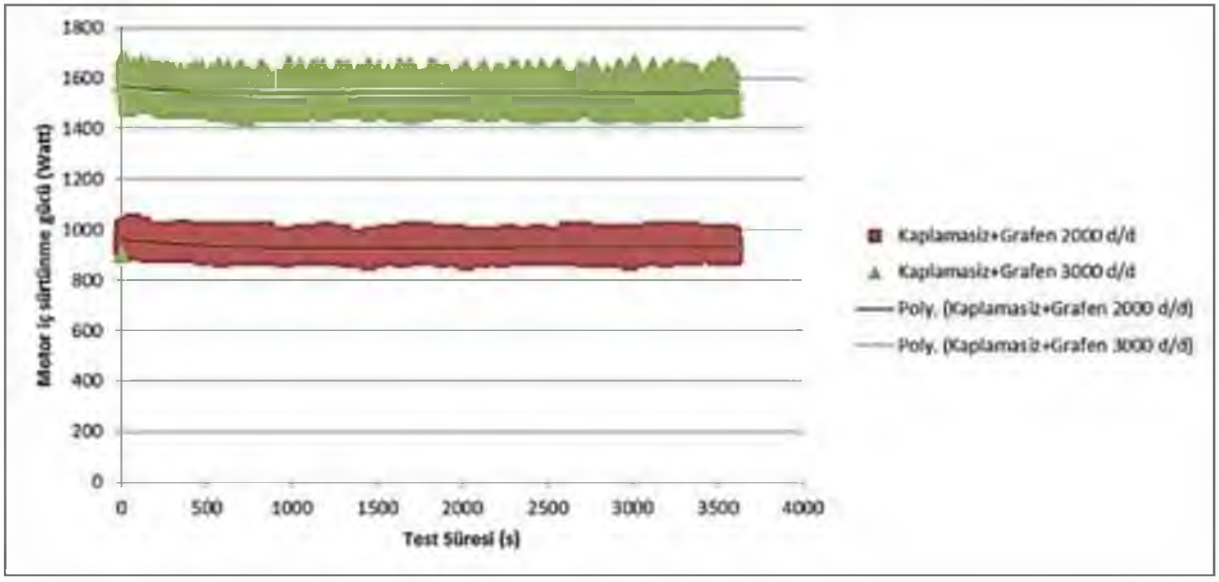
Projede belirtildiği üzere deney motorlarının satın alınması işleminden sonra, ilk etapta birinci test motorunun ikinci segman yuvasına önceden kaplaması kaldırılmış olan segman takılarak test sistemine bağlanmış ve test prosedürü işletilmiştir. Sonrasında aynı işlem çinko fosfat kaplı segman için ve nitrürlenmiş segman için uygulanmıştır. İlk etapta Direk CVD Sentez yoluyla Grafen kaplama prosesi başarılamadığı için B Planı devreye sokulmuş alternatif uygulama olan yağlama yağına grafen nanopartikül katılması gerçekleştirilerek test edilmiştir. Son aşamada CVD ile Direk Sentez yoluyla Grafen kaplı segman motorda denemiştir. Projede uygulanmış testlerin özeti Tablo 6'da listelenmiştir.

Tablo 6. Proje kapsamında uygulanan motor testleri

	Test tipi ve uygulama süresi			
Motor tipi	Rodaj	Performans	Ömür	Motoring
Kaplaması asit ile kaldırılmış segman uygulaması	15 saat	1 saat/3tekrar	75 saat	3 saat
Çinko fosfat kaplı segman uygulaması	15 saat	1 saat/3tekrar	75 saat	3 saat
Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) Yağa ekleme uygulaması	15 saat	1 saat/3tekrar	75 saat	3 saat
Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış Nitrürlenmiş segman uygulaması	15 saat	1 saat/3tekrar	75 saat	3 saat
Kaplaması asit yoluyla kaldırılmış CVD Grafen Kaplı segman uygulaması	15 saat	1 saat/3tekrar	75 saat	3 saat

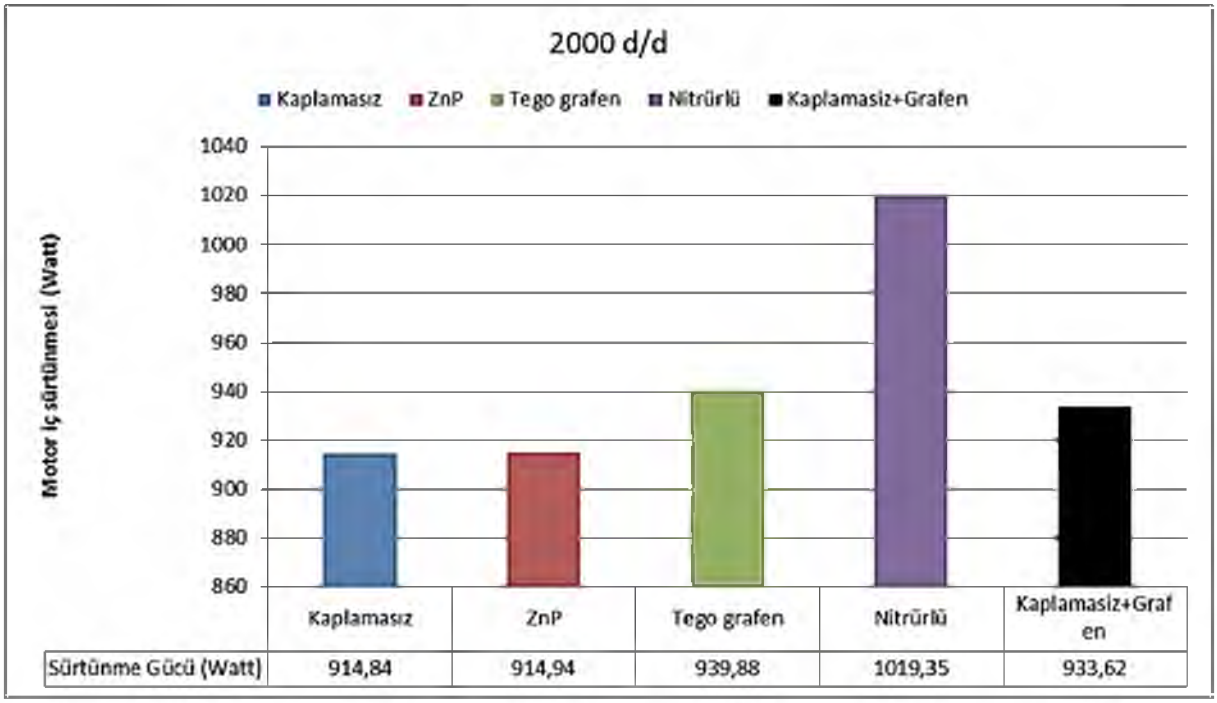
4.1.5 Motoring Testlerinin Sonuçları

Projede farklı segman uygulamaları ile ömür testini tamamlayan motorlar, iç sürtünmelerinin yanma olmadan ölçülebilmesi için motoring test düzeneğinde teste tabi tutulmaktadır. Projenin son safhasında kaplaması kaldırılmış ikinci kompresyon segmanına grafen kaplanmıştır. Segman motor testine tabi tutulmuş ve performans sonuçları ölçülmüştür. Kaplaması kaldırılmış segmana uygulanan grafen kaplama ile elde edilen numune ikinci segman yuvasına takılarak motorda denenmiştir. Motoring testleri 2000 ve 3000 olmak üzere 2 farklı motor hızında uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlar Şekil 114'de verilmiştir.

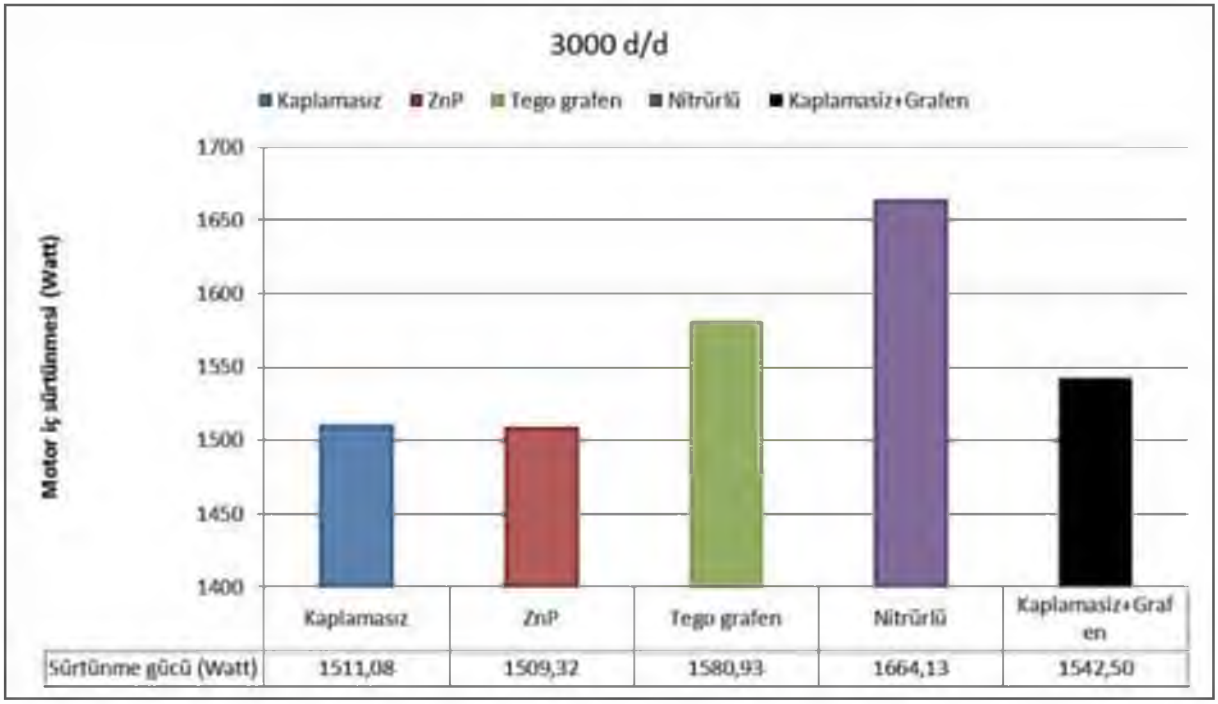


Şekil 114. Kaplaması kaldırılarak üzerine grafen kaplanmış segmana ait motor iç sürtünme eğrileri.

Elde edilen zamana bağlı sürtünme verilerinin kıyaslanabilir olması amacıyla rejim şartına ulaşıldıktan sonra değerlerin ortalaması alınmıştır. Ortalama sürtünme değerleri önceden elde edilen sonuçlar ile birliştirilerek Şekil 115 ve Şekil 116'da verilmiştir.

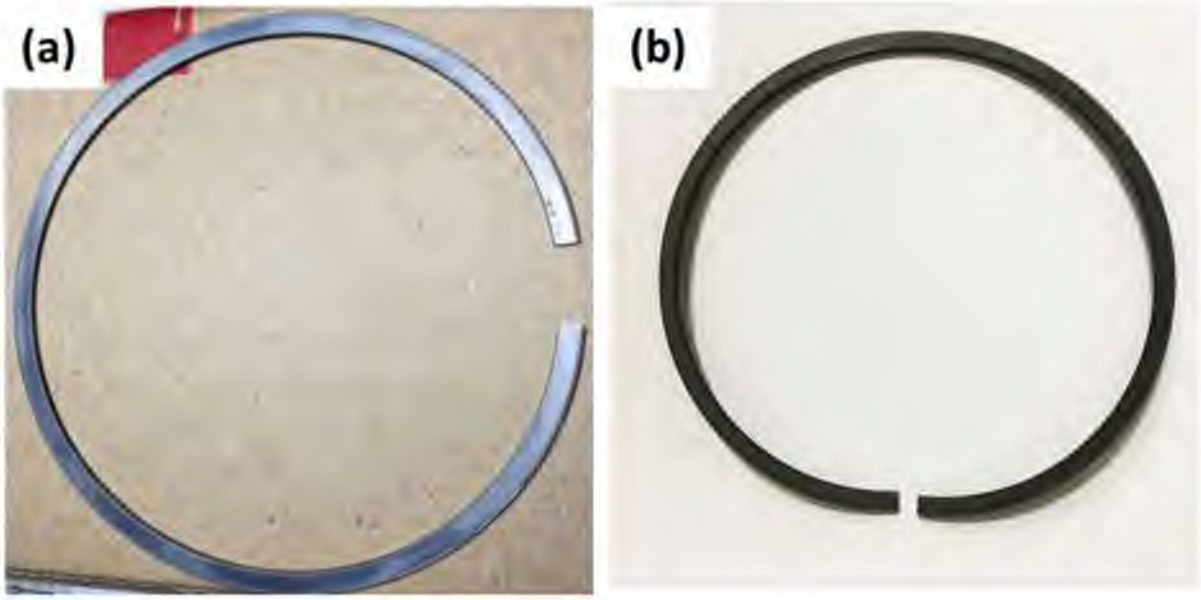


Şekil 115. Projede test edilen tüm segman uygulamalarının sürtünme değerleri-2000 d/d.



Şekil 116. Projede test edilen tüm segman uygulamalarının sürtünme değerleri-3000 d/d.

Motor iç sürtünmesi açısından değerlendirildiğinde kaplaması kaldırılmış segmanın her iki hızda da referans koşula benzer sonuç ortaya koyduğu görülmektedir. Bu bağlamda test edilen uygulamalar içerisinde iç sürtünme performansı açısından en kabul edilebilir sonucu kaplaması kaldırılmış segman vermiştir. Kaplamasız segmanın üzerine kaplanan grafen ile birlikte iç sürtünme değeri her iki hız için %2 mertebesinde artmıştır. Tego grafen uygulamasında ve nitrürlemede elde edilen sonuçlar ise çinko fosfat kaplamaya kıyasla yüksek değerlerdir. 2000 d/d motor hızı için tego grafen uygulamasında %2,7, nitrürlü segman uygulamasında ise %11,4 iç sürtünme artışı ölçülmüştür. 3000 d/d hız için ise bu artış sırasıyla %4,7 ve %11 olarak kaydedilmiştir. Kaplaması kaldırılmış segman ve çinko fosfat kaplanmış orijinal segmana kıyasla işlem görmüş segmanların motor uygulamasında sürtünme sonuçlarının yüksek olması ısıl süreçler sonunda malzeme ve şekil özelliklerinin değişimi ile ilişkilendirilmiştir. Motor hızı arttıkça segmanların ivmeleri dolayısıyla segman üzerine gelen kuvvetler artmakta bu da segmanın özellikle yön değişiminin yaşandığı üst ve alt ölü noktalarda esnemesini gerekli kılmaktadır. Şekil 117'de görüldüğü gibi kaplama için yüksek sıcaklıkta işleme tabi tutulmuş segmanların daha kırılgan hale geldikleri ve deforme olarak bir miktar şekil değiştirdikleri, motorların test öncesi montajları aşamasında gözlemlenmiştir. Elastik deformasyon yetenekleri azalan test segmanları düşük yüzey sürtünmesi değerlerine sahip olsalar dahi artan motor hızı ile birlikte yeterli yaylanma kabiliyetini sergileyemedikleri için katı davranış göstererek toplam sürtünme işini artırmışlardır.

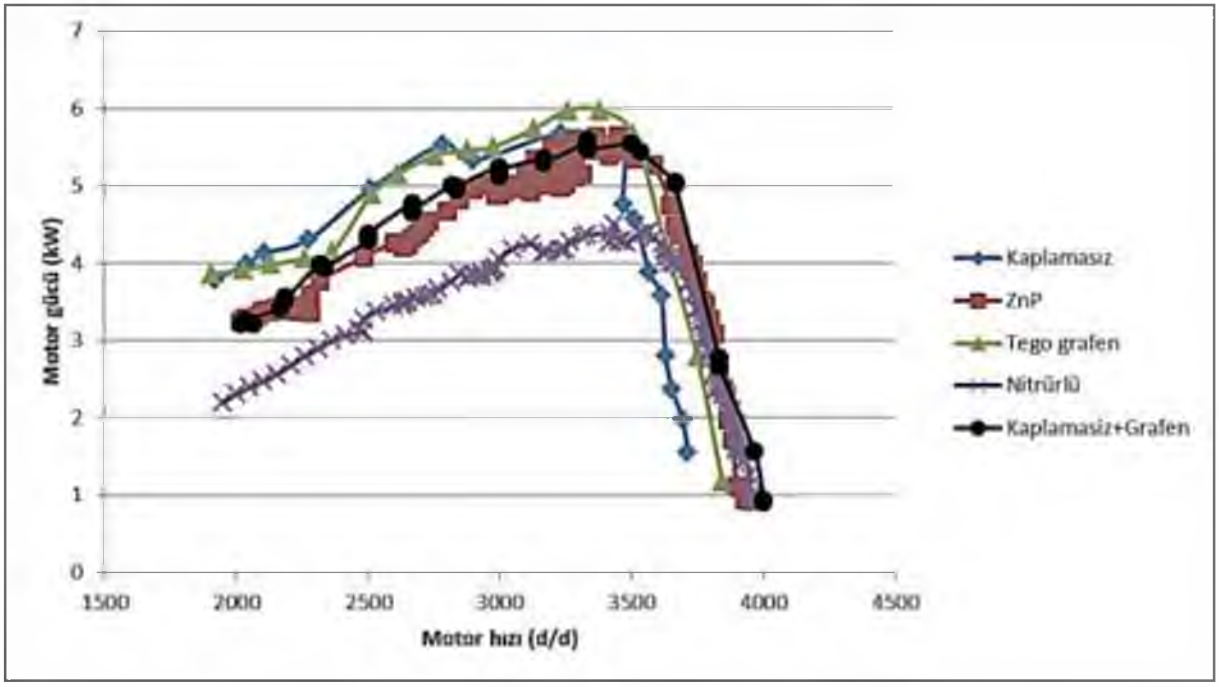


Şekil 117. (a) Kaplama öncesi ve (b) Grafen kaplama sonrası segman görüntüsü.

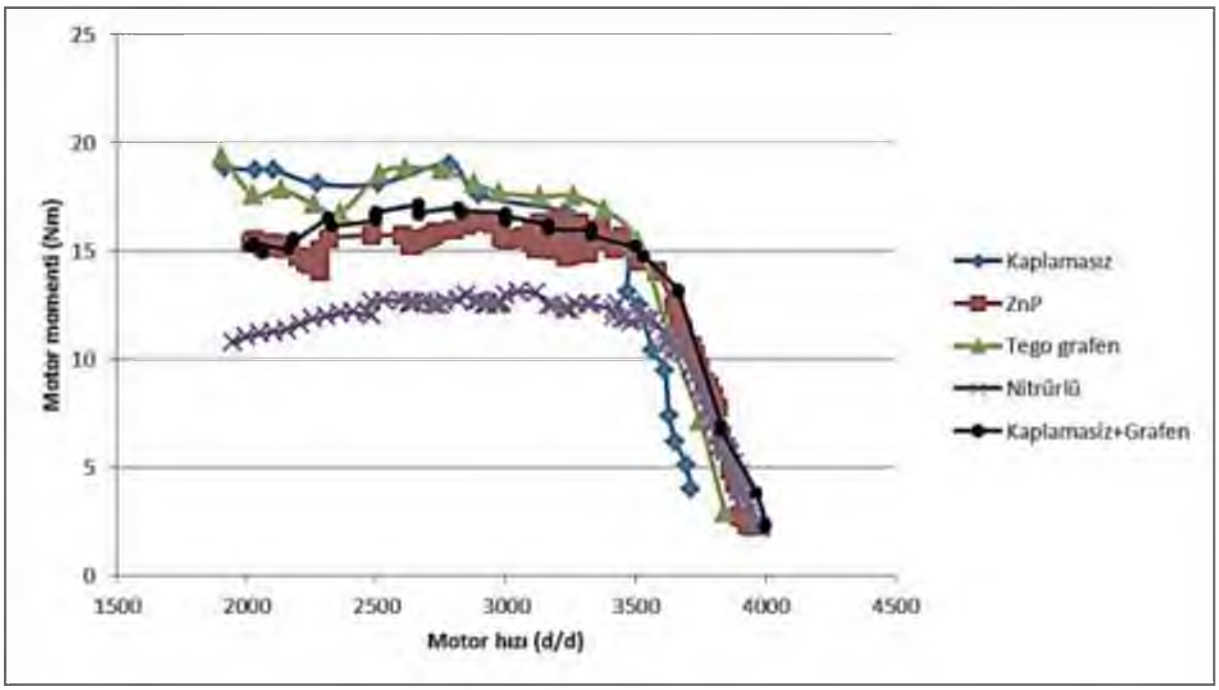
Tego grafen uygulamasında motorun segmanlarına müdahale edilmeden orijinal halde bırakılmış olmasına rağmen iç sürtünmenin artışı ise performans sonuçlarına benzer biçimde sızdırmazlık artışı ile eşleştirilmiştir. Tego grafen uygulamasına ait performans testi sonuçları diğer tüm segman uygulamarından daha iyi sonuç vermiştir. Yağa katılmış olan grafen yüzeylerde reaksiyona girdiği gibi aynı zamanda sızdırmazlığı da iyileştirmiştir. Bu nedenle termodinamik iş artmış aynı zamanda sıkıştırma stroğunda harcanan iş miktarı da artmıştır. Sıkıştırma strok işinin artışı iç sürtünme ölçümlerine olumsuz yansımıştır çünkü motoring testi uygulanırken motorların emme yapmaları engellenmemektedir. Dolayısıyla motor, akışkanı emme stroğunda içeri aldıktan sonra sıkıştırarak ona iş vermekte bu esnada ısı transferi ile enerji kaybı oluşmaktadır. Bu nedenle dolgunun kartere kaçmasını engelleyecek etmenler motoring işini yani toplam iç sürtünmeyi arttırmaktadırlar.

4.1.6 Performans Testlerinin Sonuçları

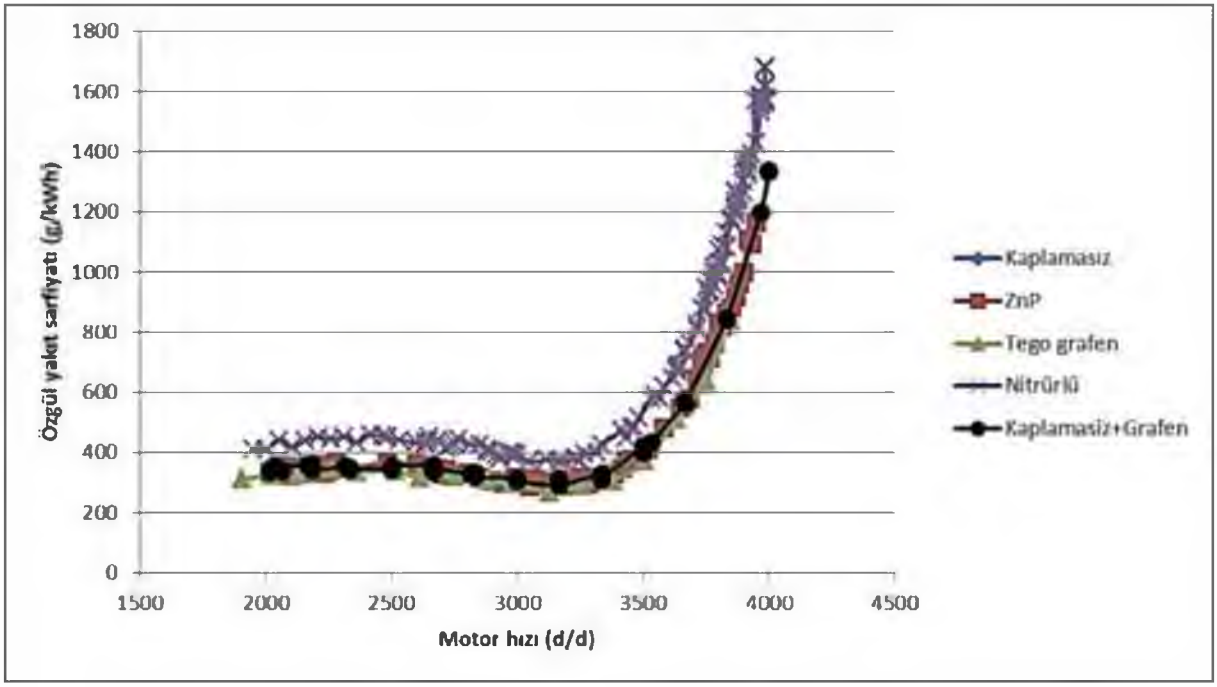
Projenin başlangıç aşamasından itibaren sırasıyla kaplaması kaldırılmış, çinko fosfat kaplı, yağlama yağına tego grafen (nano partikül) eklenmiş ve nitrürlenmiş segmanlar ile testler gerçekleştirilmiştir. Projenin son aşamasında kaplaması kaldırılmış çinko fosfat kaplı segmana grafen kaplama uygulaması ile motorda performans ve aşınma değerleri inclenemiştir. Motorların üzerinde mevcut ikinci kompresyon segmanının Baryum (Ba) kaplaması asit yoluyla kaldırılarak üzerine grafen kaplanmış ardından ikinci kompresyon segmanı yuvasına takılarak test edilmiştir. Grafiklerde bu uygulamanın kısaltması 'Kaplamasız+Grafen' adıyla görülmektedir.



Şekil 118. Teste tabi tutulan motorların fren güçlerinin hıza bağlı değişimi.

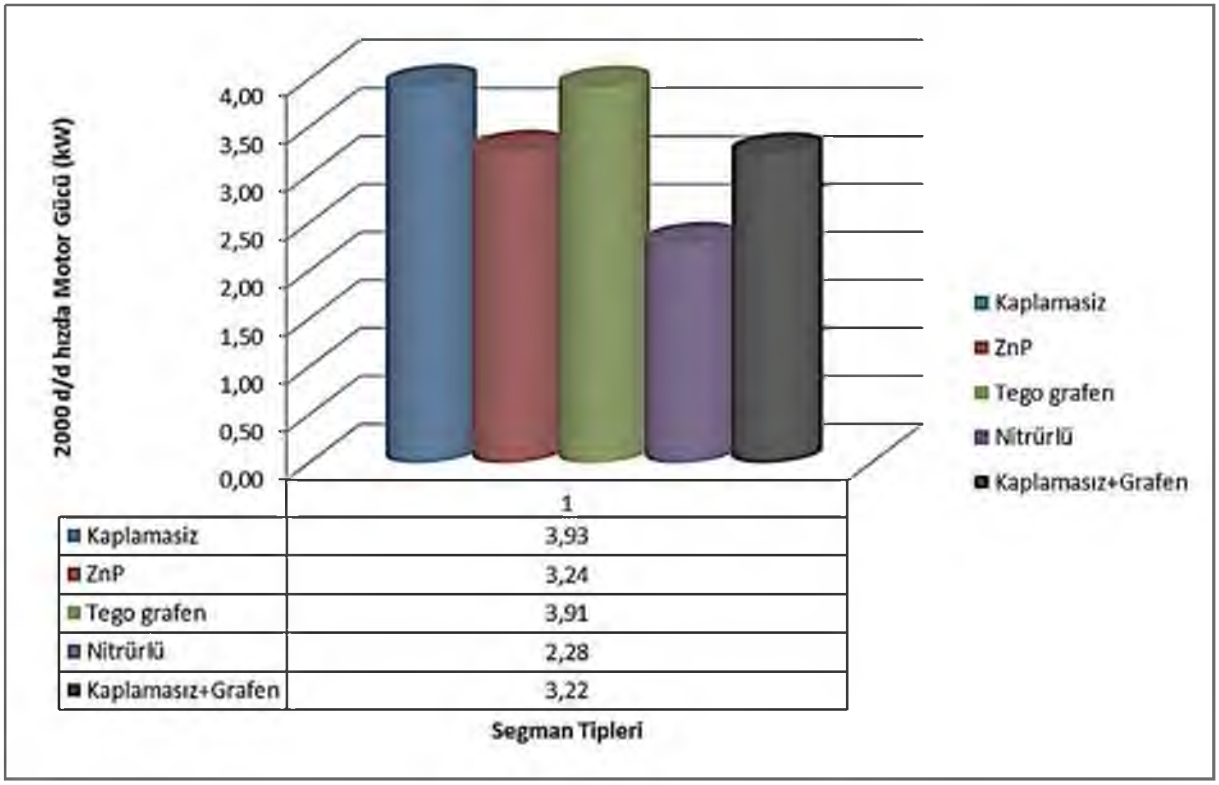


Şekil 119. Teste tabi tutulan motorların fren momentlerinin hıza bağlı değişimi.

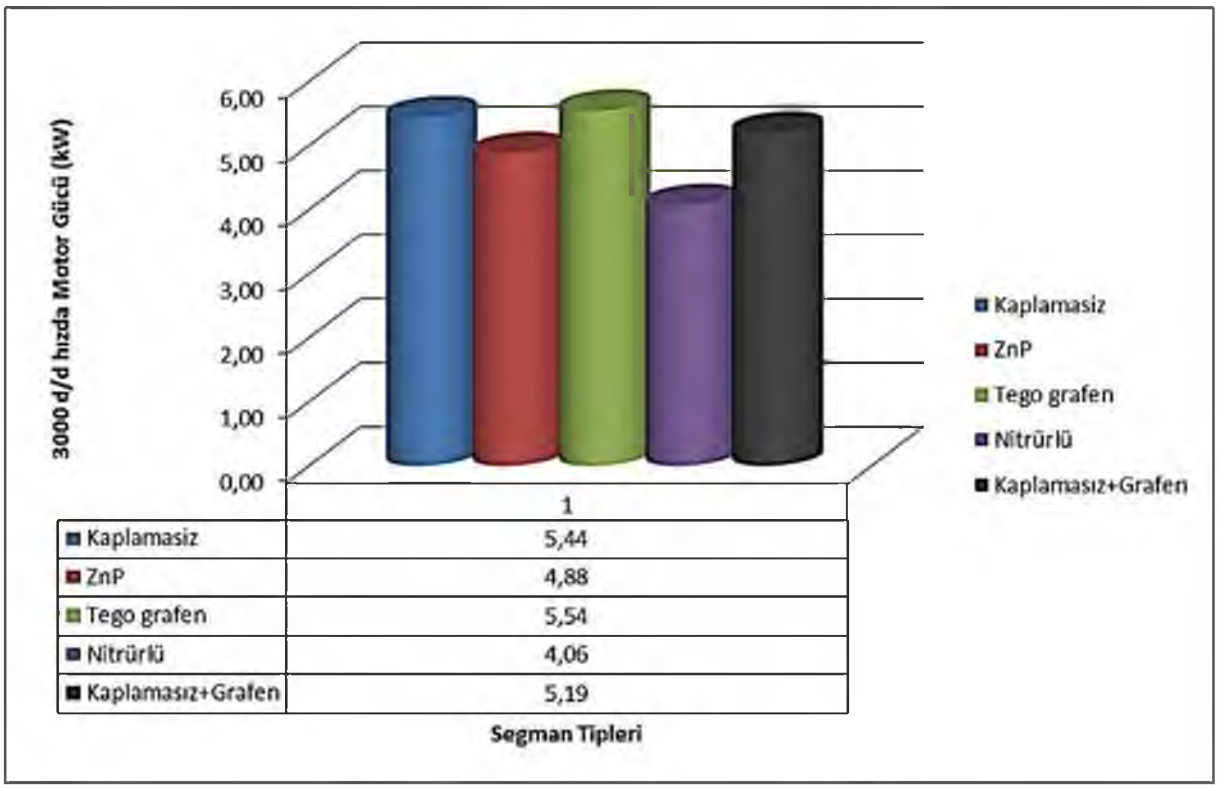


Şekil 120. Teste tabi tutulan motorların özgül yakıt sarfiyatlarının hıza bağlı değişimi.

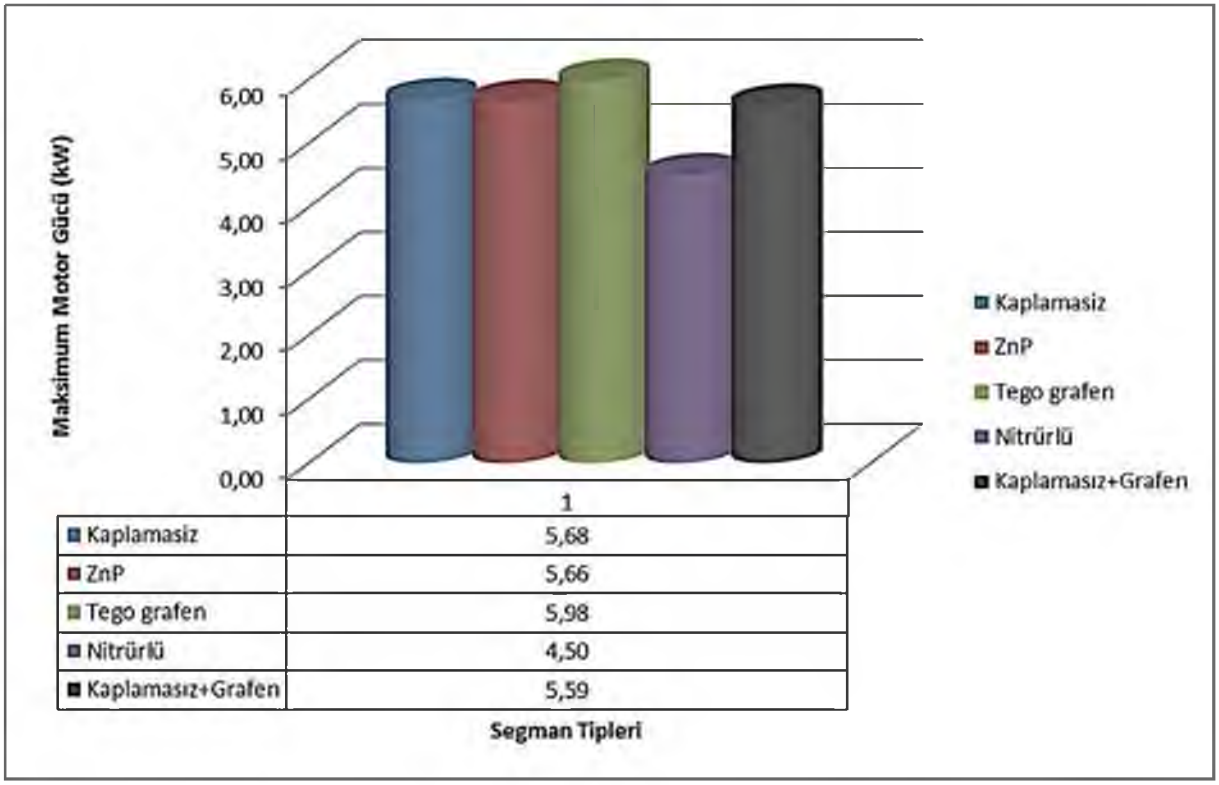
Şekil 118, 119 ve 120'de projede uygulanmış tüm metodların motor performansına etkileri motor hızına bağlı olarak görülmektedir. Ölçülen fren gücü, fren momenti ve yakıt sarfiyatları incelendiğinde en iyi performansı tego grafen uygulamasının ortaya koyduğu görülmektedir. Kaplaması kaldırılmış segman ile motorun orijinal segmanı olan çinko fosfat kaplamalı segmanın sonuçları birbirine yakın olmakla birlikte 3500 d/d'nın üzerinde motor hızlarında kaplaması kaldırılmış segmanın performansı orijinal segmana kıyasla düşmüştür. Bu bağlamda segmanın sürtünme değerinin arttığı yahut sızdırmazlığının kötüye gittiği anlaşılabilir. İç sürtünme değerleri incelendiğinde kaplaması kaldırılmış segmanın iç sürtünmesinin çinko fosfatlı motora yakın sonuçlar verdiği görülmektedir. Bu nedenle yüksek devirde performans düşümünün sızdırmazlık ile ilişkili olması gerektiği değerlendirilmiştir. Nitrürlü segman uygulaması ise diğer metodlara kıyasla en düşük performansı sonuçlamıştır. Nitrürlü segmanın motoring sonuçları ve performans sonuçları birlikte değerlendirildiğinde motor iç sürtünmesinin artışına ek olarak sızdırmazlık niteliğininde kötüye gittiği görülmektedir. Kaplaması kaldırılarak grafen uygulamsına tabi tutulan segmanın ise motor performansı çinko fosfatlı motora benzer çıkmıştır. Performans sonuçların tümünün iç sürtünme değerleri ile birlikte değerlendirilebilmesi için 2000 d/d ve 3000 d/d hızda elde edilen güçler ve maksimum motor güçleri haricen şekil 120, 121 ve 122'de verilmiştir.



Şekil 121. Teste tabi tutulan motorların 2000 d/d hızda fren güçleri.



Şekil 122. Teste tabi tutulan motorların 3000 d/d hızda fren güçleri.



Şekil 123. Teste tabi tutulan motorların maksimum fren güçleri.

Motorların ürettiği maksimum fren güçleri değerlendirildiğinde Tego grafen uygulaması 5.98 kW ile en iyi sonucu vermiş ve çinko fosfat kaplı motora kıyasla %5.6 güç artışına sebep olmuştur. Kaplamasız segman ile çinko fosfat kaplı segmanların test sonuçları maksimum güç açısından çok benzer ölçülmüştür. En kötü sonucun elde edildiği nitrürleme uygulamasında ise çinko fosfata kıyasla güç düşüşü %25.7 mertebesindedir. Bu açıdan değerlendirildiğinde tego grafen uygulamasının yüksek iç sürtünme değerlerine rağmen güç artışı sağlaması, indike güç artışını diğer bir değişle termik verim artışını ispatlamaktadır. Kaplamasız segman ile çinko fosfat kaplı segmanın aynı sayılabilecek makismum güçleri yakın iç sürtünme sonuçları göz önüne alındığında beklenen bir çıktıdır. Nitürlü segmanın hem motoring testlerinde yüksek iç sürtünme değeri vermesi ve düşük maksimum motor gücü üretmesi ilişkilendirilebilir. Ancak sürtünme değerindeki artışa kıyasla maksimum motor gücünde azalma oldukça fazladır. Buradan yola çıkarak maksimum motor gücündeki azalmanın tek sebebinin sürtünme artışı olduğunu söylemek mümkün değildir. Nitrürleme uygulamasında yüksek sıcaklığa maruz kalan segmanın malzemesinde ve formunda meydana gelen değişimlerin motor sızdırmazlığını olumsuz etkilediği açıkça görülmektedir. Bir başka husus ise, bahsi geçen motor gücü kaybının kaplamasız segmanda olduğu gibi devire bağlı olmayışıdır. Nitrürlenmiş segman devirden bağımsız olarak sürekli en düşük

sonucu vermiştir. Dolayısıyla segmanın her motor hızında üzerine gelen atalet ve gaz kuvvetlerini olması gerektiği gibi karşılayamadığı anlaşılmaktadır.

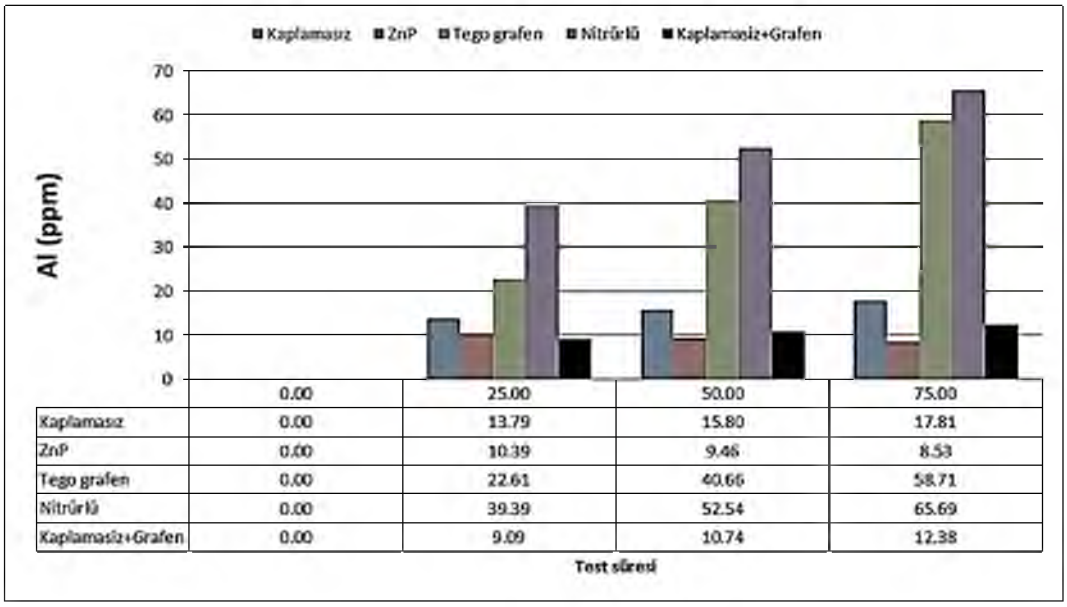
Projenin son aşamasında kaplaması kaldırılmış segman üzerine yapılan grafen kaplama uygulaması motor testlerine tabi tutulmuştur. Maksimum motor gücü değerinde çinko fosfatlı uygulamaya kıyasla %1.2 güç düşüşü gözlemlenmiştir. Grafen uygulamasının motoring testleri değerlendirildiğinde grafen kaplama ile artan sürtünme değerleri benzer biçimde motorun maksimum gücünün azalmasını sonuçlamıştır.

Proje bütünüyle değerlendirildiğinde grafen kaplamanın motor performansı üzerindeki etkisi sürtünme artışı ve maksimum motor gücünde düşme olarak özetlenebilir. Nitrürleme işleminde sonuç diğer tüm işlemlerden daha başarısız olmuştur. Çinko fosfatlı segman ile çinko fosfat kaplaması kaldırılmış segmanın sonuçları benzer çıkmıştır. Yağlama yağına ilave edilen tego grafen motorun sürtünme işini artırmasına rağmen performansa iyi yönde etki etmiştir. Burada sürtünme işindeki artış dolgu işindeki artış olarak değerlendirilmiştir. Dolayısıyla yüzey sürtünmesinin toplam sürtünmedeki etkisini değerlendirebilmek için tribometre test sonuçları göz önünde bulundurulmalıdır. Tego grafenin tribometre testinde elde edilen ortalama sürtünme değerinde çinko fosfatlı segmana kıyasla %1.1 artış ölçülmüştür. Fakat tego grafen uygulaması ile motoring sonuçlarındaki artış %1.1 değerinden fazladır. Bu nedenle tego grafenin performans artışındaki etkisi yüzey sürtünmesinden ziyade sızdırmazlık performansı ile eşleştirilmiştir.

5. YAĞ ANALİZLERİ (ÖMÜR TESTİ DENEYLERİ SONUÇLARI)

5.1 Aşınma Elementi Sonuçları

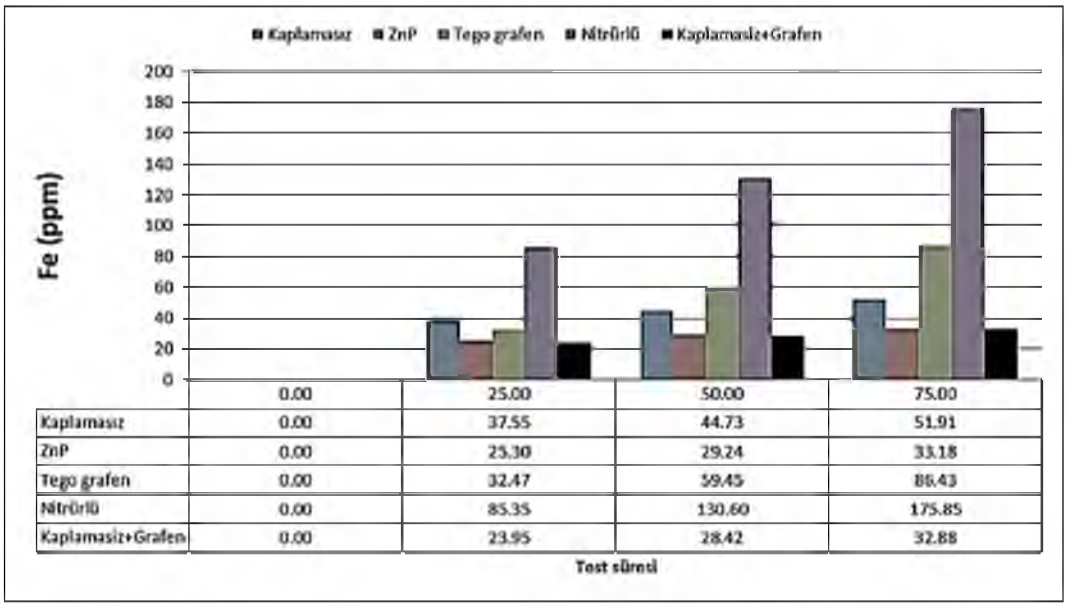
Proje kapsamında gerçekleştirilen deneyler kaplamasız segman, çinko fosfatlı segman, tego grafen katkılı yağ, nitrürlü segman ve kaplaması kaldırılmış segman üzerine grafen uygulamasıdır. Bu testlerden ilk dördü ikinci gelişme raporu döneminde tamamlanmış son test olan gafen kaplı segman uygulaması da sonuç raporu döneminde başarılmıştır. Ömür testleri sonucunda yağlama yağından alınan numunelerin analiz sonuçları aşınma elementleri ve yağın özellik değişimi olarak iki ana başlık altında değerlendirilmiştir. Her 25 saattee bir numuneler alınmış, ilk numune sıfırıncı saat yani kullanılmamış yağdır.



	0.00	25.00	50.00	75.00
Kaplamasız	0.00	13.79	15.80	17.81
ZnP	0.00	10.39	9.46	8.53
Tego grafen	0.00	22.61	40.66	58.71
Nitrürlü	0.00	39.39	52.54	65.69
Kaplamasiz+Grafen	0.00	9.09	10.74	12.38

Şekil 124. Yağlama yağındaki alüminyum miktarının değişimi.

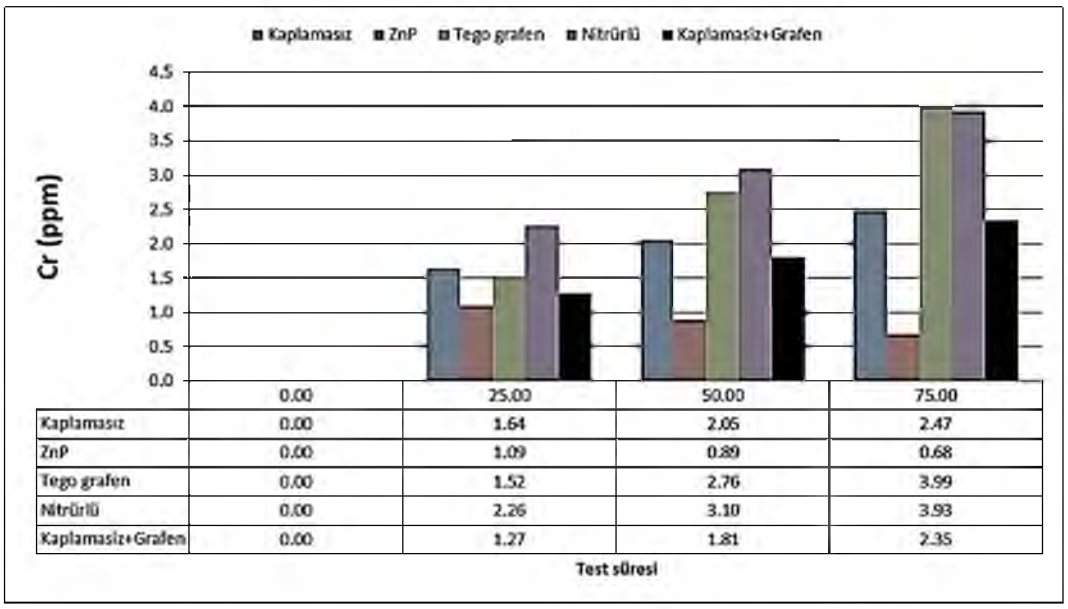
Şekil 124 yağlama yağındaki alüminyum miktarının değişimini göstermektedir. Aşınma elementlerinden alüminyumun içten yanmalı motorlardaki temel kaynağı pistondur. Testler neticesinde en yüksek alüminyum aşınması nitrürlü segman ve tego grafen uygulamasında görülmüştür. Nitrürlü segman uygulamasında çinko fosfatlı segmana kıyasla 7,7 kat, tego grafende ise 6,88 kat fazla aşınma elementi ölçülmüştür. Kaplamasız segmanda ise bu oran yaklaşık iki kat mertebesindedir. Alüminyum aşınması açısından en düşük değer orijinal çinko fosfat kaplı segman ile elde edilmiştir. Kaplamasız segman üzerine grafen uygulamasında ise alüminyum aşınmasındaki artış kabul edilebilir seviyede kalmıştır.



	0.00	25.00	50.00	75.00
Kaplamasız	0.00	37.55	44.73	51.91
ZnP	0.00	25.30	29.24	33.18
Tego grafen	0.00	32.47	59.45	86.43
Nitrürlü	0.00	85.35	130.60	175.85
Kaplamasiz+Grafen	0.00	23.95	28.42	32.88

Şekil 125. Yağlama yağındaki demir miktarının değişimi.

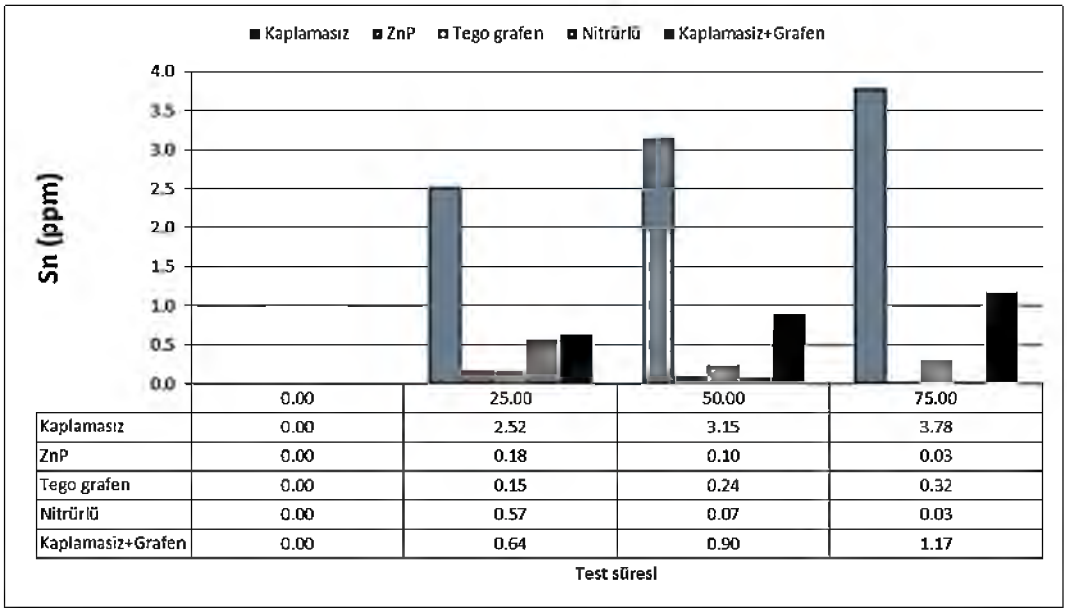
Şekil 125 yağlama yağındaki demir miktarının değişimini göstermektedir. Analizlerde elde edilen demirin kaynağı silindir, segman, krank ve supap tahrik sistemi olarak değerlendirilebilir çünkü bahsi geçen komponentler dökme demir veya çeliktir. Testlerin sonunda demir aşınması eğilimi alüminyuma benzer şekilde en fazla nitrürlü segman ve tego grafen uygulamasında görülmüştür. Nitrürlü segman uygulamasındaki demir aşınması çinko fosfatlı motorla kıyaslandığında 5,3 kat fazladır. Tego grafen uygulamasında bu oran 2,6 misline kaplamasızda ise 1,5 misline düşmektedir. Kaplamasız segman üzerine grafen uygulamasında ise çinko fosfatlı segmanla aynı mertebede aşınma ölçülmüştür.



	0.00	25.00	50.00	75.00
Kaplamasız	0.00	1.64	2.05	2.47
ZnP	0.00	1.09	0.89	0.68
Tego grafen	0.00	1.52	2.76	3.99
Nitrürlü	0.00	2.26	3.10	3.93
Kaplamasiz+Grafen	0.00	1.27	1.81	2.35

Şekil 126. Yağlama yağındaki krom miktarının değişimi.

Şekil 126 yağlama yağındaki krom miktarının değişimini göstermektedir. Temel kaynağı birinci segman kaplaması olan kromun aşınma miktarları da diğer elementlerinkine benzer eğilimde çıkmıştır. Referans çinko fosfatlı motor ile karşılaştırıldıklarında oranları yüksek olarak gözüküyor olsa da ölçülen değerler açısından irdelendiğinde esasında motorların tamamında krom aşınması çok az gerçekleşmiştir. En yüksek krom aşınması tego grafen uygulamasında ve nitrürlü segmanda ölçülmüştür. Çinko fosfatlı motorun aşınma değerinin artan motor çalışma saatine rağmen azalıyor olması ölçülen miktarın ölçüm toleransının altında kaldığının göstergesidir.

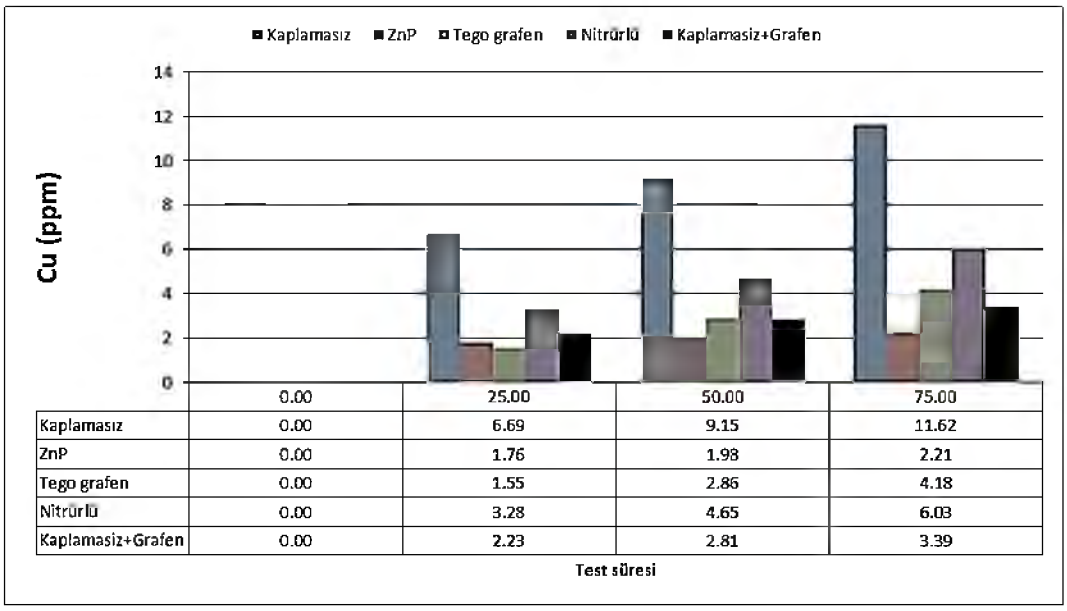


	0.00	25.00	50.00	75.00
Kaplamasız	0.00	2.52	3.15	3.78
ZnP	0.00	0.18	0.10	0.03
Tego grafen	0.00	0.15	0.24	0.32
Nitrürlü	0.00	0.57	0.07	0.03
Kaplamasiz+Grafen	0.00	0.64	0.90	1.17

Test süresi

Şekil 127. Yağlama yağındaki kalay miktarının değişimi.

Şekil 127 yağlama yağındaki kalay miktarının değişimini göstermektedir. İçten yanmalı motorlarda yatak alaşım malzemesi olarak kullanılan kalay ve bakır, proje kapsamındaki testlerin sonunda oldukça az düzeyde ölçülmüştür. Sadece kaplamasız segmanda diğerlerine kıyasla yüksek değerler elde edilmiştir.



	0.00	25.00	50.00	75.00
Kaplamasız	0.00	6.69	9.15	11.62
ZnP	0.00	1.76	1.98	2.21
Tego grafen	0.00	1.55	2.86	4.18
Nitrürlü	0.00	3.28	4.65	6.03
Kaplamasiz+Grafen	0.00	2.23	2.81	3.39

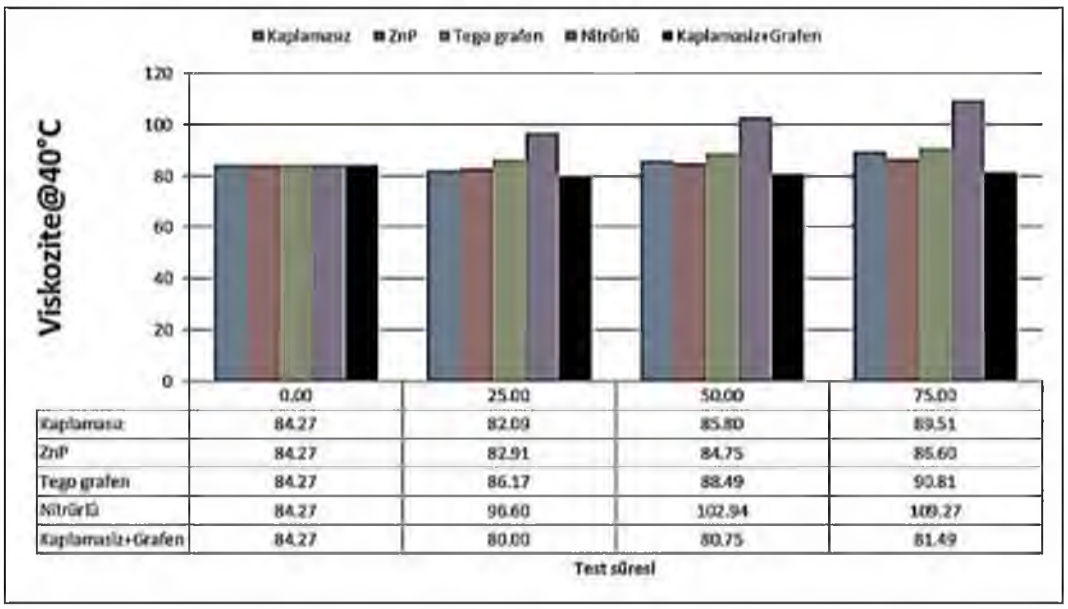
Test süresi

Şekil 128. Yağlama yağındaki bakır miktarının değişimi.

Şekil 128 yağlama yağındaki bakır miktarının değişimini göstermektedir. Performans testlerinde en iyi sonucun elde edildiği tego grafen uygulaması, motor aşınması açısından değerlendirildiğinde olumsuz sonuç vermiştir. Alüminyum ve demir miktarları göz önüne

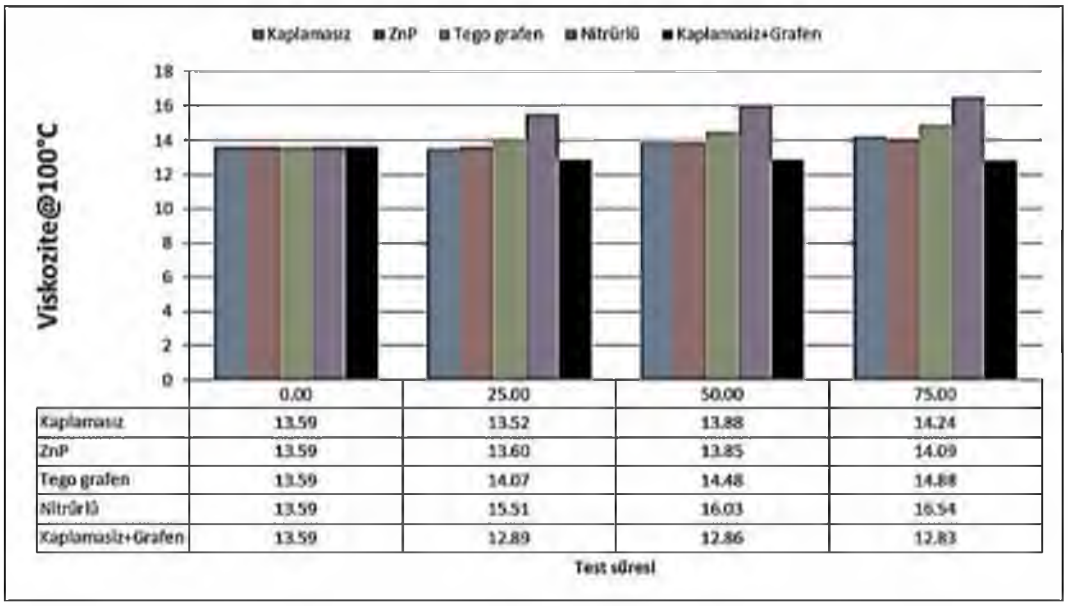
alındığında çinko fosfatlı segmana sahip orijinal motora kıyasla aşınmanın çok fazla olduğu ölçülmüştür. Aşınma açısından en kötü performansı nitrürlü segman ortaya koymuştur aynı zamanda performans değerleri de düşük olan bu işlemin uygulanmasının faydalı olmadığı proje sonunda ortaya çıkmıştır. Kaplaması kaldırılmış segman uygulamasında ise tego grafen ve nitrüre kıyasla düşük aşınma değerleri elde edilmiş olsa da çinko fosfatlı motora kıyasla yüksek sonuçlar ölçülmüştür. Performans açısından çok avantajlı olmayan kaplamasız segman uygulamasının yüksek aşınma değerleri bu uygulamanında uygulanırlığını ortadan kaldırmıştır. Üzerine grafen uygulanmış kaplamasız segmanda ise aşınma değerleri çinko fosfatlı segman ile mukayese edildiğinde kabul edilebilir değerlerde kalmıştır. Ancak test motorunun performansının çinko fosfat kaplamaya kıyasla düşük olduğu göz önüne alındığında bu uygulamanında motor segmanı kaplaması olarak kullanımı kazanım sağlaması zor gözükmektedir.

5.2 Yağ Özelliklerinin Değişimi



	0.00	25.00	50.00	75.00
Kaplamasız	84.27	82.09	85.80	89.51
ZnP	84.27	82.91	84.75	86.60
Tego grafen	84.27	86.17	88.49	90.81
Nitrürlü	84.27	96.60	102.94	109.27
Kaplamasız+Grafen	84.27	80.00	80.75	81.49

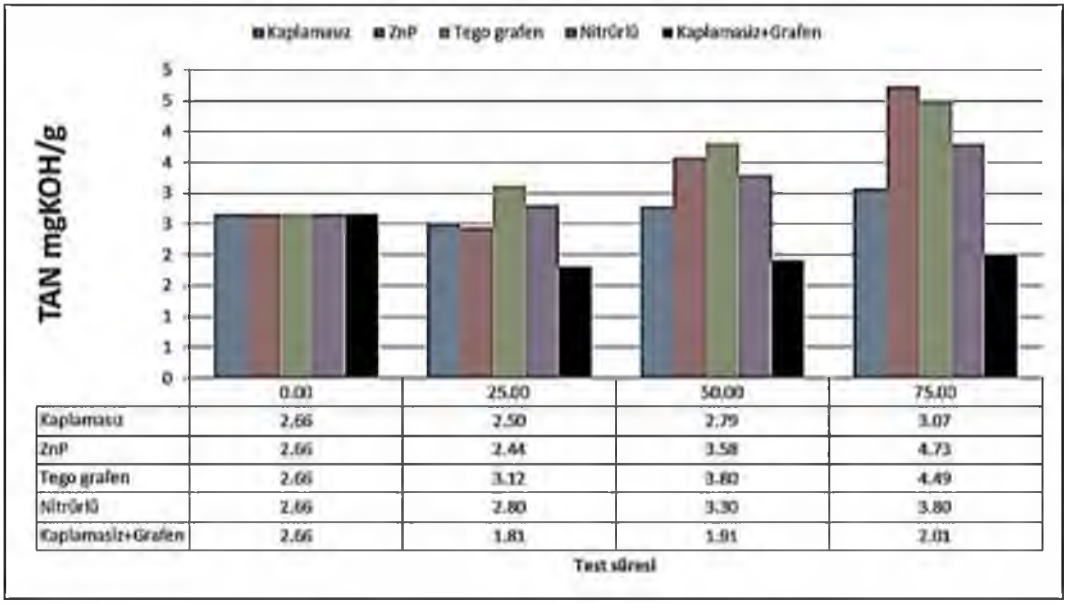
Şekil 129. Yağlama yağının 40°C sıcaklıktaki viskozitesinin değişimi.



	0.00	25.00	50.00	75.00
Kaplamasız	13.59	13.52	13.88	14.24
ZnP	13.59	13.60	13.85	14.09
Tego grafen	13.59	14.07	14.48	14.88
Nitrürlü	13.59	15.51	16.03	16.54
Kaplamasiz+Grafen	13.59	12.89	12.86	12.83

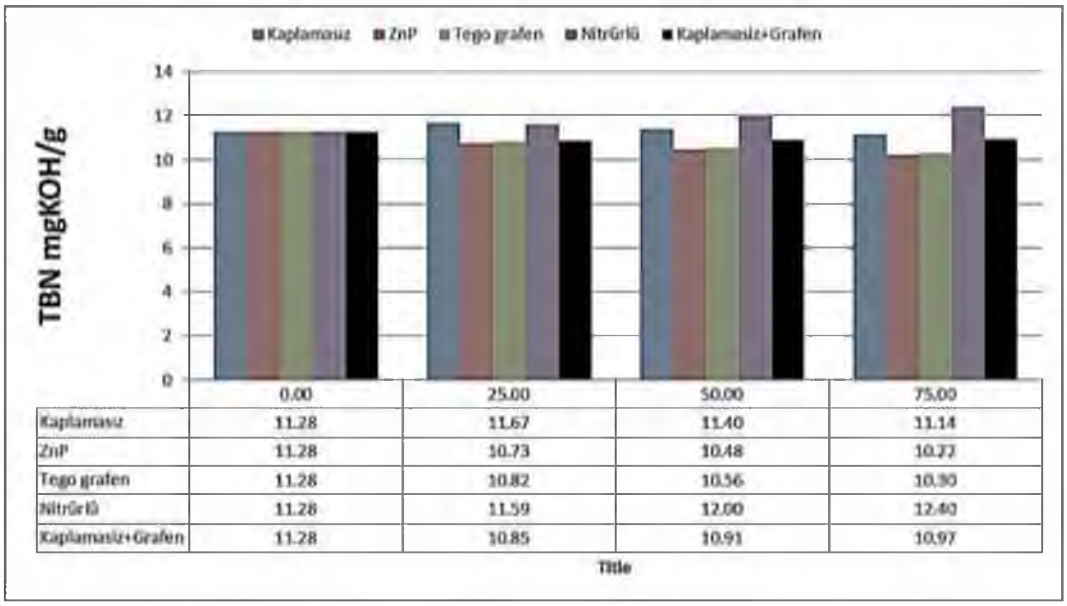
Şekil 130. Yağlama yağının 100°C sıcaklıktaki viskozitesinin değişimi.

Şekil 129 ve Şekil 130 sırasıyla yağlama yağının 40°C ve 100°C sıcaklıktaki viskozitesinin değişimi göstermektedir. Viskozitesindeki değişim çalışma şartlarına, asitliğin değişimine ve yağa yakıt ve su gibi harici etmenlerin dahil olmasına bağlı olarak değerlendirilmektedir. Yağ viskozitesi grafen kaplama dışındaki tüm uygulamalarda artma eğiliminde iken kaplamasız segman üzerine uygulanan grafen işlemi ile birlikte azalmıştır.



	0.00	25.00	50.00	75.00
Kaplamasız	2.66	2.50	2.79	3.07
ZnP	2.66	2.44	3.58	4.73
Tego grafen	2.66	3.12	3.80	4.49
Nitrürlü	2.66	2.80	3.30	3.80
Kaplamasiz+Grafen	2.66	1.81	1.91	2.01

Şekil 131. Yağlama yağının toplam asit sayısının değişimi.



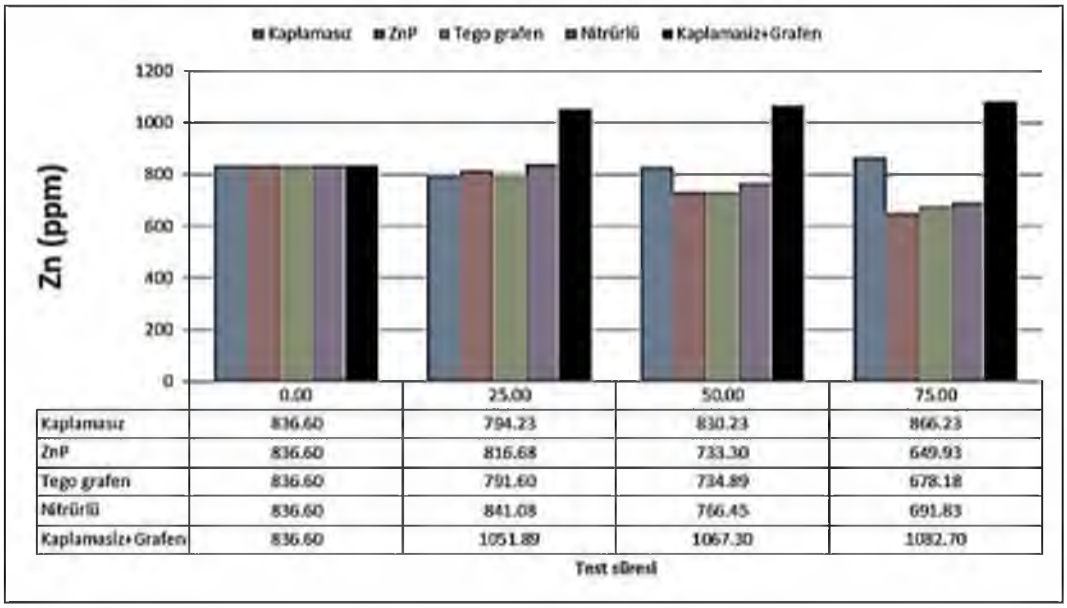
	0.00	25.00	50.00	75.00
Kaplamasız	11.28	11.67	11.40	11.14
ZnP	11.28	10.73	10.48	10.22
Tego grafen	11.28	10.82	10.56	10.30
Nitrürlü	11.28	11.59	12.00	12.40
Kaplamasız+Grafen	11.28	10.85	10.91	10.97

Şekil 132. Yağlama yağının toplam baz sayısının değişimi.

Şekil 131 ve 132 yağlama yağının toplam asit ve baz sayısılarının değişimi göstermektedir. Toplam asit sayısındaki artış temelde aşınma elementlerinin yağ içinde birikmesine, yüksek sıcaklığa ve karterdeki havanın içindeki oksijen ile reaksiyona bağlıdır. Test sonuçlarında referans motora kıyasla diğer uygulamaların asitliği azalttığı görülmüştür. Yağın baz sayısı değeri incelendiğinde kayda değer bir düşüş olmadığı ve motor parçalarının korozif açıdan aşınma mekanizmalarına karşı korunduğu görülmektedir.

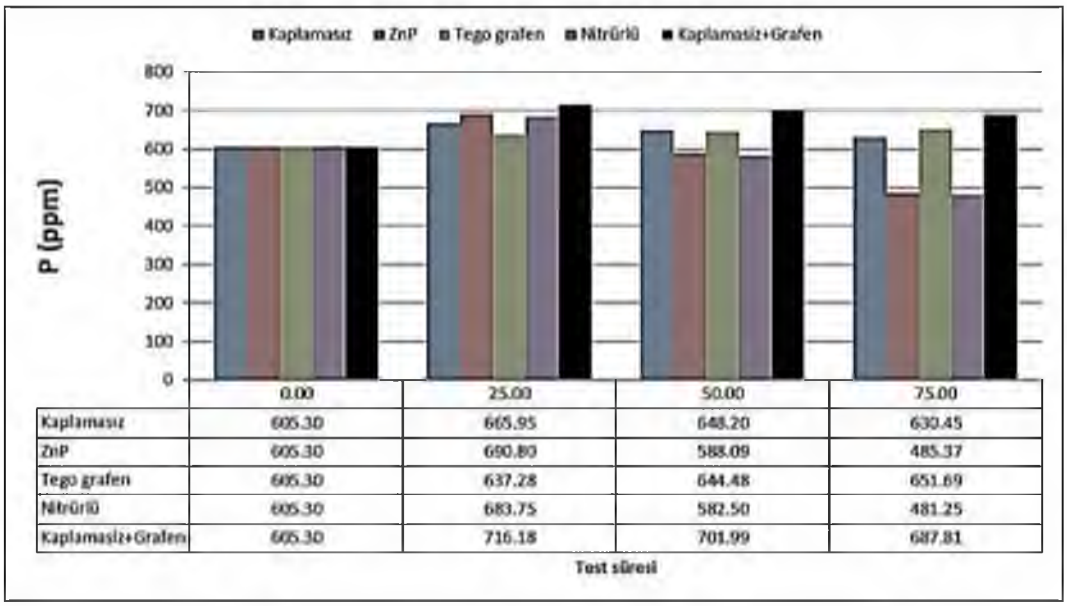
Tam formülize edilmiş motor yağları oksidasyon ve korozyon inhibitörleri, dispersantlar, deterjanlar, aşınma engelleyiciler gibi katkı maddesi gruplarını dengeli bir biçimde barındırmaktadırlar. Bu sayede baz yağın çeşitli özellikleri iyileştirilmiş olur. Aşınma engelleyici elementlerin ve/veya bileşiklerin başında çinko dialkil ditiofosfat (ZDDP) gelmektedir. Bileşiğin içeriğinde çinko, fosfor ve türüne göre kükürt bulunabilmektedir.

Aşınma engelleyiciler yüzeyde reaksiyona girdikleri için yağ ömrü boyunca miktarları azalır. Nitrürlü ve çinko fosfatlı referans motorda ZDDP katkısının etkinliği açıkça görülmkte iken özellikle kaplamasız segman uygulamasında ZDDP etkinliğinin daha düşük olduğu anlaşılmaktadır. Grafen uygulamasında ise molibdenin etkinliğinin daha fazla olduğu ölçümler sonucunda anlaşılmaktadır.



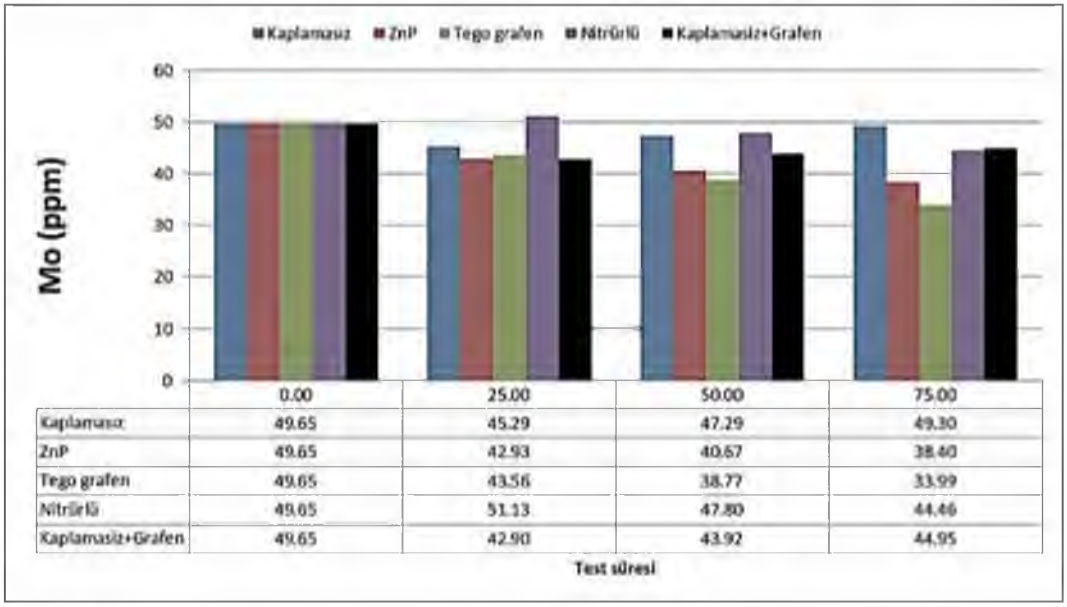
	0.00	25.00	50.00	75.00
Kaplamasız	836.60	794.23	830.23	866.23
ZnP	836.60	816.68	733.30	649.93
Tego grafen	836.60	791.60	734.89	678.18
Nitrürlü	836.60	841.08	766.45	691.83
Kaplamasiz+Grafen	836.60	1051.89	1067.30	1082.70

Şekil 133. Yağlama yağındaki çinko miktarının değişimi.



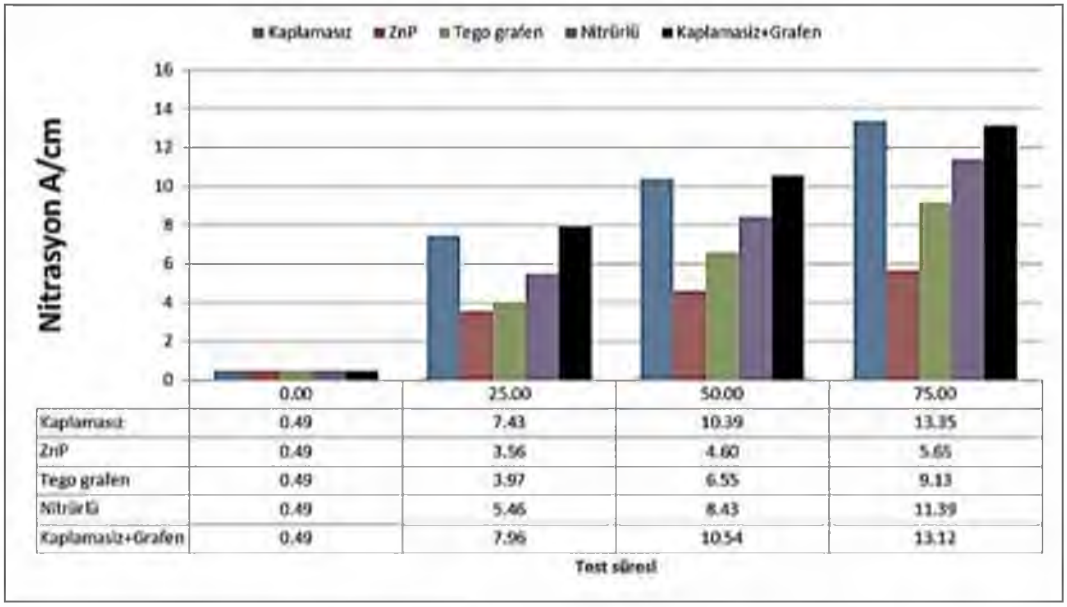
	0.00	25.00	50.00	75.00
Kaplamasız	605.30	665.95	648.20	630.45
ZnP	605.30	690.80	588.09	485.37
Tego grafen	605.30	637.28	644.48	651.69
Nitrürlü	605.30	683.75	582.50	481.25
Kaplamasiz+Grafen	605.30	716.18	701.99	687.81

Şekil 134. Yağlama yağındaki fosfor miktarının değişimi.



Şekil 135. Yağlama yağındaki molibden miktarının değişimi

Şekil 133, 134 ve 135 sırasıyla yağlama yağındaki çinko, fosfor ve molibden miktarılarının değişimi göstermektedir. Yağlama yağındaki çinko ve fosfor miktarlarındaki değişimler incelendiğinde kaplamasız segman üzerine grafen uygulaması dışındakilerde katkı maddelerinde azalma görülmektedir. Aşınma engelleyiciler yüzeyde reaksiyona girdikleri için yağ ömrü boyunca miktarları azalır. Bu bağlamda aşınma önleyici katkıların yüzey etkinliklerinin var olduğu söylenebilir. Nitrürlü ve çinko fosfatlı referans motorda ZDDP katkısının etkinliği açıkça görülmekte iken özellikle kaplamasız segman uygulamasında ZDDP etkinliğinin daha düşük olduğu anlaşılmaktadır. Tego grafen uygulamasında ise molibdenin etkinliğinin daha fazla olduğu ölçümler sonucunda anlaşılmaktadır.



Şekil 136. Yağlama yağındaki azot bileşiklerinin değişimi.

Şekil 136 yağlama yağındaki azot bileşiklerinin değişimini göstermektedir. Nitrasyon yanma ürünlerinden azot oksit (NOx) bileşiklerinin yağ molekülleri ile reaksiyona girerek yağ niteliğinde düşüşe sebep olmasıdır. Çalışma şartları stokiyometrik ve düşük hızda olan motorlarda nitrasyon önem taşır. Ana kaynağı yanma kökenli azot olduğu için segmanların sızdırmazlığı azaldığında nitrasyonda artış görülür. Test motorlarına ait nitrasyon sonuçları incelendiğinde proje kapsamında uygulanan metodların tamamında nitrasyonun arttığı görülmektedir. Referans çinko fosfat uygulamasına en yakın sonuçlar tego grafen ile elde edilmiştir.

6. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Projede öngörülen Kaplamasız segman (kaplaması asit yoluyla kaldırılmış segman), Nitrürlenmiş segman, Çinkofosfat kaplı segman, CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) direk sentez metoduyla Grafen kaplı segman ile buna ek olarak B planında dispersiyon yoluyla Grafen nanopartikülü (TEGO grade-1), Shell Helix Ultra 5W-40 Tam sentetik ticari motor yağına katılması ile Tribometre ve Motor Testleri iş zaman çizelgesine göre tamamlanmış, yağ analizleri yapılmış, sürtünen yüzeylerde ileri teknikte yüzey analizleri uygulanıp karşılaştırılmış ve sonuca gidilmiştir.

Proje kapsamında elde edilen ürün, buluş, çıktı vb. için alınacak/alınmış patentler ve/veya gerçekleştirilmiş//gerçekleştirilecek teknolojik/ticari uygulama(lar) ***söz konusu değildir.*** Proje çalışmalarımız esnasında Ian Kinloch, Amanda LEWIS, Martin King bilim adamlarının 31 Ekim 2013 tarihinde "Methods for applying graphene coatings and substrates with such coatings" başlıklı WO 2013160664 A1 sayı nolu patende yüksek sıcaklıkta demir veya alüminyum gibi metallerin üzerinde grafen kaplamayı başarmışlardır. Renold Plc (2013).

Projenin 2. Gelişme raporunda detayları somut bir şekilde açıklandığı gibi 1. Gelişme raporu dönemi içerisinde ve projede taahüt edilen Doç. Dr. Oğuzhan Gürlü'nün yönetimi altında İstanbul Teknik Üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümü Nanoboyutta yüzey bilimi laboratuvarında yapılan Grafen kaplama çalışması deneylerde kullandığımız Honda GX270 motoruna ait kaplaması kaldırılmış ne küçük, ne de büyük 2. segman ve krom kaplı 1. segman yüzeylerinde CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi birçok defa denense de *başarılı olmamıştır.* Raman sonuçları *bu başarısızlığı onaylamıştır.* Bu nedenle B planına geçilmiştir. B planında Grafen nanopartikülleri kullanarak yağın katkı maddeleri ile kombine edilmesi suretiyle karıştırılarak tribometrede ve motor deneylerinde tüm testler gerçekleştirilmiştir.

Yoğun çalışmalar sonucunda projenin sonuç döneminde Honda GX 270 motoruna ait 2. segmana CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi kullanarak sırasıyla Çok Katmanlı (Multilayer) ve krom kaplı 1. segmana Tek Katmanlı (Monolayer) olarak kaplanması sağlanmıştır. Raporda ve sonuçlarda Çok Katmanlı (Multilayer) kaplama değerlendirilmiştir. Zira krom kaplı 1. segmanda yüzey üzerinde Tek Katmanlı olarak (Monolayer) grafen kaplama başarılı olmasına rağmen motor testlerinde yetersiz kompresyon ve oldukça olumsuz performans düşüklüğü meydana getirmiştir. Kaplama çalışmaları Selçuklu-Konya'daki GrafenBioTech Nano Teknoloji Mühendislik San. ve Tic. Ltd. Şti.'den şirket müdürü Kimya Müh. Emre ÇITAK vasıtası ile gerçekleşmiş ve firma bu konuda yürütücü ile protokol imzalanmıştır.

Proje 1. Gelişme döneminde yaşanan başarısızlık, 2. Gelişme ve sonuç döneminde yürütücü (Prof. Dr. Hakan KALELİ), Araştırmacı (Yrd. Doç. Dr. Levent YÜKSEK), Bursiyer Selman Demirtaş ile sürdürülmüş, yoğun emek ve çalışmalar ile proje başarı ile tamamlanmıştır.

Tribometre testlerinde sürtünme katsayısı sınır yağlama şartlarında Tribofilm oluşumu için 0,09 ila 0,1 arasında değişim göstermiş en düşük değerler CVD ile Grafen Kaplı Kaplamasız segman ve Nitrürlenmiş segmanda görülmüştür.

Tribometre testleri sonucunda yapılan yüzey analizleri (3D dijital optik mikroskop, elektron mikroskobu SEM-X-Ray, Atomik Kuvvet Mikroskobu, Nanoindentation-Nanoiz (Sertlik İzi) ölçümü)'inde gerek segman gerekse silindir yüzeyinde Tribofilm oluşmuştur. Sürtünen alanın optik mikroskoptaki görüntüsü renkli olarak tesbit edilmiştir. Renkler katıklardan kaynaklanmakta, yeterli yüzey bozunması sayesinde katkı maddelerinin sürtünen yüzeylerinde koruyucu film tabakası oluştuğunu göstermektedir. Motor yağı katkı maddelerinin yüzeyde koruma tabakası niteliğinde Tribofilm oluşturabilmesi için iki ana proses bulunmaktadır. Bunlar Mekanik ve Kimyasal prosestir. Yüzey bozunması Mekanik proses ile meydana gelir. Bu da Kimyasal reaksiyonu tetikler ve oluşturur. Sınır yağlama şartları altında bu reaksiyon, termik aktivasyon (sıcaklığın) da etkisi ile katkı maddesi tabakasını oluşturmaya yardım eder. Malzeme, pürüzsüz ve düzgün, geniş çaplı temas alanı, mükemmel aktive edilmiş yüzey için uygun yeterli yüzey bozunması tüm aşınma pistini koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşturmaktadır.

Motor testleri sonucunda yapılan yüzey analizleri (3D dijital optik mikroskop, elektron mikroskobu SEM-X-Ray, Atomik Kuvvet Mikroskobu, Nanoindentation-Nanoiz (Sertlik İzi)

ölçümü)'inde sadece silindir yüzeyinde bilhasa Üst Ölü Nokta civarında Tribofilm oluşmuştur. Tüm segmanların sürtünen yüzeyinde renkli görüntü yoktur ve katkı maddelerinin koruyucu film tabakası oluşmamıştır. Genel olarak kayma yönünde birbirine paralel abrazyon çizgileri tesbit edilmiştir. Bunun anlamı sınır yağlama şartları altında gerekli reaksiyon koşulları oluşmamış, abrazyon aşınmasının (abrazif çizgilerin) pürüzsüz ve düzgün, mükemmel aktive edilmiş uygun yüzey koşulları için yeterli yüzey bozunması sağlamadığından sürtünen yüzeyi koruyan ve kaplayan katkı tabakası veya Tribofilm oluşmamıştır. Segman yüzeyinde bu koşulları engelleyen durum segman hareketine bağlı olarak üst ölü noktaya ulaşırken yüksek temas basıncı, düşük kayma hızına bağlı zayıf yağ filmi ve yüksek gaz basıncıdır.

Gerek yağa eklenen Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ve gerekse CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) direk sentez metoduyla Grafen kaplı Honda GX270 motoruna ait 2. segman yüzeyinde ve bu segmanın altında çalışan silindirin 60 N, 100°C'de tribometre testi sonrası yapılan yüzey incelemeleri (3D dijital optik mikroskop, elektron mikroskobu SEM-X-Ray, Atomik Kuvvet Mikroskobu, Nanoindentation-Nanoiz (Sertlik İzi) ölçümü)'inde Grafen Partikülünün veya tabakasının katıklar ile karışıp yüzeye yapışarak koruyucu bir tabaka oluşturduğu tesbit edilmiştir.

Gerek yağa eklenen Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ve gerekse CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) direk sentez metoduyla Grafen kaplı Honda GX270 motoruna ait 2. segmanın Motor testi (75h) sonrası yapılan yüzey incelemeleri (3D dijital optik mikroskop, elektron mikroskobu SEM-X-Ray, Atomik Kuvvet Mikroskobu, Nanoindentation-Nanoiz (Sertlik İzi) ölçümü)'inde Grafen Partikülü veya tabakasına rastlanmış ancak katıklar ile karışıp yüzeyde Tribofilm tabakası oluşmamıştır. Silindirde yüzeyinde yapılan tüm incelemelerde ise koruyucu Tribofilm tabakası oluşmuştur.

Tribometre testlerinde sürtünme katsayısı sınır yağlama şartlarında CVD ile Grafen Kaplı Kaplamasız segman ve Nitrürlenmiş segmanda düşük sürtünme katsayısı göstermesine rağmen Motor ve Motoring testlerinde kaplama esnasında uygulanan sırasıyla 950°C ve 530°C sıcaklıklar nanoindentation Nanoiz (Sertlik İzi) Ölçümü sonuçlarından da anlaşılacağı gibi malzemede sertlik ve deformasyon oluşturmuş ve motor performansının düşmesine neden olmuştur. Çalışma esnasında segmanlarda elastikiyet kabiliyeti azalmıştır. Sürtünmelerin artmasına neden olmuş ve yağ analizlerinden alınan sonuçlara göre grafen kaplı segmana göre bilhassa nitrür kaplı segmanda aşınmaların artmasına neden olmuştur.

Genel olarak tüm sonuçlar süzgeçden geçirilip değerlendirildiğinde gerek yağa eklenen Grafen nanapartikül (TEGO grade-1) ve gerekse CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) direk sentez metoduyla Grafen kaplı Honda GX270 motoruna ait 2. segman diğerlerine göre üstün durumdadır. Ancak kaplanmış segmanların motor testinde kaplamadaki sıcaklıktan dolayı oluşan gevreklik ve sertlikden olumsuzluk göstermiş, yağa Grafen nanapartikül (TEGO grade-1)'in katılmasının daha uygun olduğunu ortaya çıkarmıştır. Bu sonuç Shell Türkiye A.Ş. ile paylaşılmıştır. Ancak yeni bir çalışma gerektirmektedir.

ÖNERİ ve SONUÇ olarak grafen ve grafen kaplama oldukça pahalı, zahmetli bir yöntemdir. Yüzey korumanın dışında, sürtünme katsayısı açısından çok büyük farklar göstermemiştir. Dolayısı ile sadece grafen değil, farklı nanopartiküllerin de motor yağına homojen bir şekilde karıştırılıp süspansiyon halinde kalabilmesi durumunda yeni bilimsel çalışmaların yapılmasını akla getirmektedir. Bu bağlamda 01 Mart 2017-03 Nisan 2017 tarihlerinde açılacak olan 2523 kodlu TÜBİTAK ile Güney Kore Ulusal Araştırma Vakfı (NRF) arasında imzalanmış ikili işbirliği projesine, Yıldız Teknik Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Otomotiv Anabilim dalı Motorlar Laboratuvarı ile Güney Kore'nin Seul şehrindeki Yonsei Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Nano-Aşınma Merkezi NANOPARTİKÜLLER konusunda başvuru için anlaşmaya varmıştır.

Ekler

EK1DirekCVDileGrafenKaplamaMetodu videosu
EK2GrafenKaplıSegmanınTribometreTesti videosu
Ek3GrafenKaplıSegmanLazerConfocal3Doptical videosu
EK4GrafenTabakaLazerConfocal3DOpticalPart1 videosu
EK4GrafenTabakaLazerConfocal3DOpticalPart2 videosu
EK5AtomikKuvvetMikroskobuGrafenKaplıSegman videosu
EK6AtomikKuvvetMikroskobuGrafenTestiSonrasıSilindir videosu
EK7MotoringTesti videosu
EK8GrafenKaplıSegmanMotorÖmrüTesti videosu
EK9GenelMotorOmurTesti videosu
ArdebBasarıÖyküsüYürütücüJpegFotograf
ArdebBasarıÖyküsüKaplamasızSegman1.Resim
ArdebBasarıÖyküsüGrafenKaplıSegman2.Resim
ArdebBasarıÖyküsüTegoGrafenNanopartikul3.Resim
ArdebBasarıÖyküsüGrafenTabakaYüzeyKoruma4.Resim

7. KAYNAKLAR

Berman, D., Erdemir, A., Sumant, A. 2013. "Few layer graphene to reduce wear and friction on sliding steel surfaces", Carbon 54, 2013, 454 – 459.

Berman, D., Erdemir, A., Zinovev, A.V., Sumant, A.V. 2015. "Nanoscale friction properties of graphene and graphene oxide", Diamond and Related Materials, 91–96.

Cavalieri, F.J., Zenklusen, F., Cardona, A. 2016. "Determination Of Wear İn İnternal Combustion Engine Valves Using The Finite Element Method And Experimental Tests", Mechanism and Machine Theory, 104:81-99.

Chen S., Brown L., Levendor M., Cai W., Ju S.Y., Edgeworth J., Li X., Magnuson C., Velamakanni A., Piner R.R., Park J., Ruoff R.S. 2011. "Oxidation resistance of graphene-coated Cu and Cu/Ni alloy", *ACS Nano*, 5 (2), pp 1321–1327.

Filleter, T., McChesney, J.L., Bostwick, A., Rotenberg, E., Emtsev, K.V., Seyller, T., Horn, K., Bennewitz, R. 2009. "Friction and dissipation in epitaxial graphene films", Phys. Rev. Letters, 102, 086102.

Friedrich, C., Berg, G., Broszeit, E., Rick, F., Holland, J. 1997. "PVD CrxN coatings for tribological application on piston rings", Surface and Coatings Technology, 97, 661-668.
Herbst-Dederichs, C., Münchow, F. 2002. "Modern piston ring coatings and liner technology for EGR applications", SAE Technical Papers, 01 (0489), 1-10.

Kim, K.S., Lee, H.J., Lee, C., Lee, S.K., Jang, H., Ahn, J.H., Kim, J.H., Lee, H.J. 2011. "Chemical vapor deposition-grown graphene: the thinnest solid lubricant", ACS Nano 5, 5107–5114.

Lin, J.S., FU, X. G., ZHANG, J.Z. 2003. "Improvement of performances of Internal Combustion Engine Using the Technology of Ceramic Coating", Transactions of Tianjin University, 9 (4), 345-347.

Lin, L.Y., Kim, D.E., Kim, W. K., Jun, S. C. 2011. "Friction and wear characteristics of multi-layer graphene films investigated by atomic force microscopy", Surface & Coatings Technology 205, 4864–4869

Louda, P. 2007. “Applications of thin coatings in automotive industry”, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, Vol.24 (1), 51-56.

Ma, Z., Henein, N.A., Bryzik, W. Glidewell, J. 1998. “Break-In Liner Wear and Piston Ring Assembly Friction in a Spark-Ignited Engine”, Tribology Transactions, 41:4, 497-504.

Ma, Z., Henein, N.A., Bryzik, W. Glidewell, J. 2002. “Cylinder Liner Surface Analysis During SI Engine Break-In”, Tribology Transactions, 45: 3, 397-403.

Martin, F.A. 1985. “Friction in Internal Combustion Engines Bearings“, ImechE Combustion Engine – Reduction Of Friciton and Wear“, C67/85.

Martin, L.C., Ajayi, O., Erdemir, A., Fenske, G.E., Wei, R. 2013. “Effect of microstructure and thickness on the friction and wear behavior of CrN coatings”, Wear, 302, 963-971.

Mohsin, A. 2012. Sayfalar 1-44. Graphene synthesis and characterization on copper. Master of Science degree in Electrical and Computer Engineering in the Graduate College of The University of Iowa, USA.

Papadopoulos, P., Priest, M., Rainforth, W. M. 2007. “Investigation of fundamental wear mechanisms at the piston ring and cylinder wall interface in internal combustion engines”, Journal of Engineering Tribology, 221, 337-343.

Polcar, T., Martinez, R., Vitů, T., Kopecký, L., Rodriguez, R., Cavaleiro, A. 2009. “High temperature tribology of CrN and multilayered Cr/CrN coatings”, Surface & Coatings Technology, 203, 3254-3259.

Poudeh, L. H., Okan, B. S., Zanjani, J. S. M., Yildiz, M., Menceloglu, Y. 2015. “Design and fabrication of hollow and filled graphene-based polymeric spheres via core–shell electrospraying”, The Royal Society of Chemistry Advances, 5, 91147–91157.

Renold Plc. Patent. "Methods for applying graphene coatings and substrates with such coatings". https://www.google.com/patents/WO2013160664A1?cl=en, Son erişim tarihi 31 Eki 2013.

Schlüter, B., Kailer, A., Mülhaupt, B. 2013. “Functionalized Graphene: fabrication and tribological behavior in ester oil”, World Tribology Congress 2013.

Shuster, M., Stong, T., Deis, M.C., Burke, D.C. 1999. "Piston Ring Cylinder Liner Scuffing Phenomenon: Investigation, Simulation and Prevention", SAE Technical Paper 1999-01-1219, DOI:10.4271/1999-01-1219, 01-11.

Sreenath, A. V., Venkatesh, S. 1970. “Experimental Studies On The Wear Of Engine Components”, Wear, 16, 245-254.

Tanaka, M., Kitajima, Y., Endoh, Y., Watanabe, M., Nagita, Y. 1993. “Ceramic-metal Composite Coated Piston Ring and Cylinder Liner of Marine Low Speed Diesel Engine”, Bulletin of the M.E.S.J., 21 (2), 77-85.

Truhan, J.J., Qu, J., Blau, P.J. 2005. “A Rig Test To Measure Friction And Wear Of Heavy Duty Diesel Engine Piston Rings And Cylinder Liners Using Realistic Lubricants”, Tribology International, 38(3):211-218.

Wang,Q., Cao,F., Chen,Q., 2005, “Formation of Carbon Micro-Sphere Chains By Defluorination of PTFE in A Magnesium and Supercritical Carbon Dioxide System”, Green Chem., 7, 733-736, DOI: 10.1039/B506890H

Won, M.S., Penkov, O.V., Kim, D.E. 2013. “Durability and degradation mechanism of graphene coatings deposited on Cu substrates under dry contact sliding”, Carbon, 54, 472–48.

Yajun, M., Wancheng, Z., Shenghua, L., Yuansheng, J., Yucong, W., Simon, C.T. 2005. “Tribological performance of three advanced piston rings in the presence of MoDTC-modified GF-3 oils”, Tribology Letters, 18(1), 75-83.

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Prof. Dr. EMRULLAH HAKAN KALELİ
Proje No:	114M833
Proje Başlığı:	İçten Yanmalı Motorlarda Aşınma Ve Sürtünmenin Azaltılması İçin Segmanların Yeni Geliştirilmiş Grafen Kaplama Yöntemi İle İncelenmesi
Proje Türü:	Uluslararası
Proje Süresi:	24
Araştırmacılar:	LEVENT YÜKSEK
Danışmanlar:	OĞUZHAN GÜRLÜ
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	YILDIZ TEKNİK Ü. MAKİNE F. MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ B.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	01/03/2015 - 01/03/2017
Onaylanan Bütçe:	227820.0
Harcanan Bütçe:	173627.99
Öz:	Özet Proje, Yıldız Teknik Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Otomotiv Anabilim dalı Motorlar Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Laboratuarımızda bulunan tribometre ve içten yanmalı motor deney setinde bütçeden satın alınan Honda GX270 motoru ikinci yağ segmanına ait kaplamasız segman (kaplaması asit yoluyla kaldırılmış segman), çinko fosfat kaplı segman, gaz nitrür kaplı segman ve CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) direk sentez metoduyla Grafen kaplı segmanların tribolojik performans testleri yapılmıştır. Sınır yağlama şartları altında motorda sürtünmenin ve aşınmaların en fazla meydana geldiği Üst Ölü Nokta bölgesinde oluşan aşınma mekanizmaları, tribo-sürtünme değerleri, segman ve silindir yüzeylerinde oluşan koruyucu tribofilm tabakaları makro ve nano boyutta incelenmiş, motor performansı, motoring ve ömür testleri yapılmış, ömür testleri süresince motordan alınan yağ numuneleri Shell Türkiye A.Ş. tarafından analiz edilerek kaplamasız ikinci segman üzerine uygulanan direk CVD sentez yöntemiyle başarılan Grafen kaplama kıyas edilmiştir. Projenin 2. Gelişme raporunda detayları somut bir şekilde açıklandığı gibi 1. Gelişme raporu dönemi içerisinde ve projede taahüt edilen Doç. Dr. Oğuzhan Gürlü?nün yönetimi altında İstanbul Teknik Üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümü Nanoboyutta yüzey bilimi laboratuvarında yapılan Grafen kaplama çalışması deneylerde kullandığımız Honda GX270 motoruna ait kaplaması kaldırılmış ne küçük, ne de büyük 2.Segman ve krom kaplı 1.Segman yüzeylerinde CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi birçok defa denense de başarılı olmamıştır. Raman sonuçları bu başarısızlığı onaylamıştır. Bu nedenle B planına geçilmiştir. B planında Grafen nanopartikülleri kullanarak yağın katkı maddeleri ile kombine edilmesi suretiyle karıştırılarak tribometrede ve motor deneylerinde tüm testler gerçekleştirilmiştir. Yoğun çalışmalar sonucunda Grafen kaplamasındaki teknik başarısızlık tespit edilmiş, projede taahhüt edilen Honda GX270 motoruna ait kaplaması kaldırılmış 2.Segmana ve krom kalplı 1.Segmana CVD (Kimyasal buhar biriktirme) direk sentez yöntemi kullanarak sırasıyla Çok Katmanlı (Multilayer) ve Tek Katmanlı olarak (Monolayer) olarak kaplanması projenin sonuç raporu döneminde sağlanmıştır. Bu kaplama çalışması GrafenBioTech Şti. tarafından gerçekleştirilmiştir. Tribometre, Motor deneyleri ve yağ analizleri yapılarak Grafen kaplamanın yüzeylerde koruma sağladığı ortaya çıkarılmıştır.
Anahtar Kelimeler:	Anahtar Kelimeler: Segman, grafen kaplama, tribolojik performans, yüzey inceleme.
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır

TÜBİTAK

Projeden Yapılan Yayınlar:	1- Tribotest and Engine Experiments of Crankcase Oil Additives to Obtain Protective Tribofilm Formation Between Rubbing Surfaces (Bildiri - Uluslararası Konferans - Davetli Konuşmacı), 2- Davetli Konuşmacı Ödülü (Ödül - Uluslararası Ödül - Üniversite, Kurum veya Kuruluşların Verdiği Ödüller), 3- Quantitative comparison of tribological performance of chromium- and zinc-phosphate-coated piston rings in tribotest rig (Makale - İndeskli Makale), 4- Quantitative comparison of tribological performance of chromium- and zinc-phosphate-coated piston rings in tribotest rig (Makale - İndeskli Makale), 5- Tribological Behavior of Uncoated and Graphene/Graphite Coated Piston Rings at Nano and Macro Scale (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 6- New Universal Tribometer as Pin or Ball-on-Disc and Reciprocating Pin-on-Plate Types (Makale - Diğer Hakemli Makale), 7- Mükemmel Makale Ödülü (Ödül - Uluslararası Ödül - Üniversite, Kurum veya Kuruluşların Verdiği Ödüller),

TÜBİTAK