KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ELEKTROFORETİK İNFİLTRASYON TEKNİĞİ KULLANILARAK SiC PARTİKÜL TAKVİYESİYLE YOĞUNLUĞU ARTIRILAN KARBON MALZEMELERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

RIFAT BAŞAR ÇELİK

KOCAELİ 2020

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ELEKTROFORETİK İNFİLTRASYON TEKNİĞİ KULLANILARAK SiC PARTİKÜL TAKVİYESİYLE YOĞUNLUĞU ARTIRILAN KARBON MALZEMELERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

RIFAT BAŞAR ÇELİK

Doç. Dr. Enbiya TÜREDİ
Danışman, Kocaeli Üniversitesi .....

Doç. Dr. Şaban Hakan ATAPEK
Jüri Üyesi, Kocaeli Üniversitesi .....

Dr. Öğr. Üyesi Mehmet UYSAL
Jüri Üyesi, Sakarya Üniversitesi .....

Tezin Savunulduğu Tarih: 07.02.2020

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Karbon malzemelerde üretim sonucu beklenen yoğunluğun elde edilebilmesi için infiltrasyon ve karbonizasyon işlemlerinin tekrar sayısı oldukça fazladır. Bu da üretim maliyetlerini arttırmaktadır. Çevrim sayısının azaltılması ve yoğunluğun artırılması için elektroforetik infiltrasyon (EPI) yöntemi kullanılmıştır.

Bu araştırmanın planlanmasından, deneysel çalışmaların gerçekleştirilmesinden tezin yazılmasına kadar olan süreçlerde desteğini, yardımını ve bilgisini esirgemeyen değerli danışman hocam Doç. Dr. Enbiya TÜREDİ' ye çok teşekkür ederim.

Çalışmanın tüm aşamalarında benimle birlikte olan, yol göstericiliği ve bilgisiyle beni aydınlatan ve motive eden Arş. Gör. Yük. Müh. Merve YILMAZ' a içtenlikle teşekkür ederim.

Değerli zamanlarını ve ilgilerini esirgemeyen tez jüri üyelerim Doç. Dr. Ş. Hakan ATAPEK ve Dr. Öğr. Üyesi Mehmet UYSAL'a teşekkürlerimi sunarım.

Bugünlere gelmemde beni maddi ve manevi destekleyen, her konuda yanımda olan canım aileme, özellikle rahmetli anneannem Hatice ZEREN'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Şubat-2020 Rıfat Başar ÇELİK

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR i
İÇİNDEKİLER ii
ŞEKİLLER DİZİNİ iv
TABLOLAR DİZİNİ vi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ vii
ÖZET viii
ABSTRACT ix
GİRİŞ 1
1. KARBON MALZEMELER 2
1.1. Kristalin Form 3
1.1.1. Elmas 3
1.1.2. Grafit 3
1.1.3. Grafen 4
1.1.4. Fulleren (Buckminsterfulleren) 5
1.1.5. Karbon nanotüp 5
1.2. Amorf (Aktif) Karbon 6
2. ELEKTROFORETİK BİRİKTİRME 7
2.1. Bağımsız Şekilli Malzeme Üretimi 9
2.1.1. Monolitik malzeme üretimi 9
2.1.2. Lamine edilmiş malzeme üretimi 9
2.1.3. Derecelendirilmiş malzeme üretimi 9
2.2. İnfiltrasyon Uygulaması 10
3. ELEKTROFORETİK BİRİKTİRMEYİ ETKİLEYEN FAKTÖRLER 11
3.1. Süspansiyon Parametreleri 11
3.1.1. Partikül boyutu 11
3.1.2. Sıvının dielektrik sabiti 11
3.1.3. Süspansiyonun viskozitesi 12
3.1.4. Elektriksel iletkenlik 13
3.1.5. Sıvının pH değeri 13
3.1.6. Zeta potansiyeli (ζ) 13
3.2. Proses Parametreleri 15
3.2.1. Biriktirme süresi 15
3.2.2. Süspansiyondaki katı konsantrasyonu 17
3.2.3. Substratın iletkenliği 17
4. ELEKTROFORETİK BİRİKTİRME KİNETİĞİ 18
5. ELEKTROFORETİK BİRİKTİRME UYGULAMA ALANLARI 20
6. KARBON-KARBON KOMPOZİTLER 22
7. DENEYSEL ÇALIŞMALAR 24
7.1. Carbores P 24
7.2. Karbon Malzemelerin Üretimi 25
7.3. Elektroforetik İnfiltrasyon 29
7.4. Furfuril Alkol İnfiltrasyonu 30

7.5. Numune Hazırlama 32
7.6. Sertlik Deneyleri 32
7.7. Aşınma Deneyleri 32
7.8. Optik Mikroskop İncelemeleri 33
7.9. Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) İncelemeleri 33
8. BULGULAR VE TARTIŞMA 34
9. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 54
KAYNAKLAR 56
KİŞİSEL YAYIN ve ESERLER 59
ÖZGEÇMİŞ 60

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Elmasın kristal yapısı 3
Şekil 1.2. Grafen ve etkileşimleri 5
Şekil 1.3. Fulleren yapısı 5
Şekil 1.4. Bozulmamış grafen tabakanın, TDKN ve ÇDKN grafiksel gösterimleri 6
Şekil 2.1. Elektroforetik biriktirmenin şematik gösterimi 8
Şekil 2.2. EPD türleri, a) Katodik EPD b) Anodik EPD 8
Şekil 2.3. Derecelendirilmiş kompozit üretimi için EPD sistemi ve biriktirme hücresinin detayı 10
Şekil 3.1. Zeta potansiyeli ve pH ilişkisi 14
Şekil 3.2. Farklı voltajlarda ZnO kaplaması için biriktirme kalınlığı ve biriktirme süresi arasındaki ilişki 15
Şekil 3.3. Uygulanan farklı voltajlarda HA birikiminde birikim zamanı-akım yoğunluğu ilişkisi; a) 50 V; b) 100 V; c) 200 V 16
Şekil 3.4. Farklı biriktirme süreleri için uygulanan voltaja karşı Ti6Al4V substrat üzerine biriken HA ağırlığı, a) 30 s b) 120 s 16
Şekil 5.1. a) Si substrat üzerinde 160 µm kalınlığında filmin SEM görüntüsü ve b) Si substrat üzerine sinterlenmiş Si80Ge20 EPD kaplamasının fotoğrafı 21
Şekil 5.2. Grafit çubuklar üzerinde biriktirme ile yapılan piezoelektrik aktüatörlerin görüntüsü 21
Şekil 6.1. Karbon-karbon kompozit örnek ürünleri 22
Şekil 7.1. Karbon malzeme üretimi akış şeması 25
Şekil 7.2. Mekanik karıştırıcı ve homojenizatör 26
Şekil 7.3. Hidromode soğuk eksenel pres kalıp ve teknik resmi 26
Şekil 7.4. Preslenmiş 60 mm çapındaki Carbores P numuneleri 27
Şekil 7.5. Grafit pota ve içerisine parçaların gömüldüğü halde karbonizasyona hazır haldeki görünümü 28
Şekil 7.6. Karbonizasyon işlemi, zamana bağlı sıcaklık değişimi 28
Şekil 7.7. Numunelerin furfuril alkol polimerizasyonu için plastik kaplara koyulması ve desikatör içine yerleştirilmesi 31
Şekil 7.8. Polimerizasyon sonrası karbonizasyon için kullanılan sıcaklık çevrimi 32
Şekil 8.1. Pelet haline getirilen presleme karışımı 34
Şekil 8.2. Elektroforetik kaplama düzeneği 41
Şekil 8.3. Numunelerin yoğunluk değerleri 43
Şekil 8.4. Numunelerin aşınma kayıpları 44
Şekil 8.5. F1-E-P numunesi için sürtünme katsayısı-mesafe grafiği 44
Şekil 8.6. F2-E-P numunesine ait sürtünme katsayısı-mesafe grafiği 45
Şekil 8.7. F2-E-P numunesinin ışık mikroskobunda 5x objektif ile aşınma iz genişliği ölçümü 45
Şekil 8.8. Numunelerin Vickers cinsinden sertlik değerleri 46

Şekil 8.9. (a) F1-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x objektif), (b) F1-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x objektif), (c) F1-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (10x objektif), (d) F1-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü 47
Şekil 8.10. (a) F2-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x obj.), (b) F2-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x obj.), (c) F2-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (10x obj.), (d) F2-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (10x obj.) 48
Şekil 8.11. (a) F3-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x obj.), (b) F3-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x obj.), (c) F3-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (10x obj.), (d) F3-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (10x obj.) 49
Şekil 8.12. (a) D2 numunesinin kaplama bölgesine ait SEM görüntüsü (200x), (b) 2 no'lu bölgeden yapılan noktasal EDX sonuçları, (c) 1 no'lu alandan yapılmış analiz sonucu olarak Si varlığı 50
Şekil 8.13. (a) F2-E-P numunesinden kesitten alınmış ve 100x büyütülmüş SEM görüntüsü, (b) 2 no lu kısmın noktasal EDX analizi, (c) 1 no lu alanın spektrum analizi..... 51
Şekil 8.14. (a) F2-E-P numunesinden yüzeyden alınmış ve 100x büyütülmüş SEM görüntüsü, (b) 2 no'lu kısmın noktasal EDX analizi..... 52
Şekil 8.15. (a) F1-E-P numunesinden yüzeyden alınmış ve 250x büyütülmüş SEM görüntüsü, (b) 1 no'lu alanın EDX analizi, (c) 2 no'lu bölgenin noktasal EDX analizi, (d) 3 no'lu bölgenin noktasal EDX analizi..... 53

TABLOLAR DİZİNİ

Tablo 1.1. Karbon atomunun bazı özellikleri 2
Tablo 3.1. 25 ℃ de bazı solventlerin kimyasal formülleri ve dielektrik sabitleri 12
Tablo 3.2. Bazı sıvılara ait viskozite değerleri 12
Tablo 5.1. EPD Uygulamaları 20
Tablo 7.1. Carbores P özellikleri 25
Tablo 7.2. Aşınma Deney Parametreleri 33
Tablo 8.1. Karbon numuneler ve özellikleri 35
Tablo 8.2. Saf su ile hazırlanan (%1 SiC içeren saf su ve 0,5 g sodyum poliakrilat içeren) kaplama çözeltisi için sedimentasyon deneyleri 40
Tablo 8.3. EPI ile SiC kaplama yapılan numunelerin ağırlık değişimleri 40
Tablo 8.4. Karbon numuneler ve yapılan işlemler 42

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

η : Viskozite
εr : Dielektrik Sabiti
ζ : Zeta Potansiyeli
μ : Elektroforetik Hareketlilik
ε_0 : Dielektrik Geçirgenlik
Va : Uygulanan Potansiyel
I : Akım
Rd : Biriktirmenin Birim Uzunluğu Başına Düşen Direnç
Rs : Süspansiyonun Birim Uzunluğu Başına Düşen Direnç
$\Delta\phi$: Elektrottaki Potansiyel Düşüş

Kısaltmalar

BEI : Backscattered Electron Image (Geri Saçılmış Elektron Görüntüsü)
CNT : Karbon Nanotüp
CTP : Cam Takviyeli Plastik
ÇDKN : Çok Duvarlı Karbon Nanotüp
DC : Direct Current (Doğru Akım)
EDX : Energy Dispersive X-Ray (Enerji Dağılımlı X-Işını)
EPD : Electrophoretic Deposition (Elektroforetik Biriktirme)
EPI : Electrophoretic Infiltration (Elektroforetik İnfiltrasyon)
HA : Hidroksiapatit
INF : İnfiltrasyon
KARB : Karbonizasyon
PVA : Polivinil alkol
PZT : Kurşun Zirkon Titanat
TDKN : Tek Duvarlı Karbon Nanotüp
SDS : Sodyum Dodesil Sülfat
SEM : Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskobu)

ELEKTROFORETİK İNFİLTRASYON TEKNİĞİ KULLANILARAK SiC PARTİKÜL TAKVİYESİYLE YOĞUNLUĞU ARTIRILAN KARBON MALZEMELERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

ÖZET

Karbon malzemelerde üretim sonucu beklenen yoğunluğun elde edilebilmesi için infiltrasyon ve karbonizasyon aşamalarının tekrarlanması gerekmektedir. Karbonizasyon aşamasının tekrarlı olarak yapılması üretim maliyetlerinde önemli bir yer tutmaktadır. Bu çalışmada, SiC partiküllerinin ürün yapısında bulunan gözeneklerin içerisine elektroforetik infiltrasyonu ile yoğunlukta istenen artışın daha az çevrimde elde edilebilmesi ile birlikte partikül takviyesi ile malzemenin sertlik ve aşınma direncinin arttırılması hedeflenmektedir. Bu çalışmada poliaromatik bir hidrokarbon olan Carbores P (Rütgers Basic Aromatics GmbH) ve grafit tozları belirlenen oranlarda karıştırılarak soğuk eksenel preslenmiş ve karbonize edilmiştir. SiC elektroforetik infiltrasyon işleminde çözücünün tipi, çözeltinin pH'ı, karıştırma yöntemi, partikül konsantrasyonu ve kullanılan yüzey aktif maddeler, infiltrasyonda voltaj, süre ve elektrotlar arası mesafe gibi parametreler önemlidir.

SiC elektroforetik infiltrasyon sonrasında, furfuril alkol çözeltisi karbon malzemeye infiltre edilmiş, furfuril alkolün polimerizasyonu gerçekleştirilmiş ve karbon malzemeler karbonize edilmiştir. Bu çevrim tekrarlanmış ve numuneler metalografik olarak hazırlanmış, optik mikroskop ile mikroyapısal karakterizasyonu yapılmıştır. Numunelerin Vickers indentasyonu ile 1 kg-f yük altında sertlik değerleri ölçülmüştür. Numunelerin 1 N yük altındaki aşınma davranışları incelenmiştir. SiC infiltrasyonu yapılmış ve yapılmamış olan numunelerde beklenen mekanik özellikler testler sonrasında değerlendirilmiştir. Tarama elektron mikroskobundan görüntüler alınmış, EDX analizi yapılmış ve sonuçlar değerlendirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Elektroforetik İnfiltrasyon, Furfuril Alkol, Karbon, Karbonizasyon, SiC.

DEVELOPMENT OF MECHANICAL PROPERTIES OF CARBON MATERIALS WITH INCREASED DENSITY BY PARTICLE REINFORCEMENT OF SiC ELECTROPHORETIC INFILTRATION TECHNIQUE

ABSTRACT

In carbon materials, infiltration and carbonization steps need to be repeated in order to obtain the expected density. Repeated carbonization is an important part of production costs. In this study, it is aimed not only the increase of the density in less cycles by the electrophoretic infiltration of the SiC particles into the pores of the carbon material structure but also the increase of hardness and wear resistance of the material. In this study, a polyaromatic hydrocarbon, Carbores P (Rütgers Basic Aromatics GmbH) and graphite powders were mixed in determined ratios, cold axial pressed and carbonized. In the SiC electrophoretic infiltration process, the parameters such as the type of solvent, pH of the solution, mixing method, particle concentration and the surfactants used, the voltage, duration and distance between the electrodes in the infiltration are important.

After SiC electrophoretic infiltration, the furfuryl alcohol solution was infiltrated to the carbon material, the polymerization of furfuryl alcohol was carried out and the carbon materials were carbonized. This cycle was repeated and samples were prepared metallographically and microstructural characterization was performed with optical microscope. The hardness values of the samples were measured by Vickers indentation under 1 kg-f load. Wear behavior of the samples under 1N load was investigated. The expected mechanical properties of SiC infiltrated and non-SiC infiltrated samples were evaluated after the tests. Images were obtained from scanning electron microscope, EDX analysis and results were evaluated.

Keywords: Electrophoretic Infiltration, Furfuryl Alcohol, Carbon, Carbonization, SiC.

GİRİŞ

Karbon kompozitler karbon malzemelerin en gelişmiş özelliklere sahip grubudur. Karbonun düşük yoğunluklu olması nedeniyle özgül mukavemet (mukavemet/yoğunluk) ve özgül termal iletkenlik (termal iletkenlik/yoğunluk) değerleri diğer kompozit malzemelere göre daha yüksektir. Karbon malzemelerin termal genleşme katsayısının sıfıra çok yakın olması, bu malzemelerin kullanım alanını artırmaktadır. Karbon kompozitler; roket motoru çıkış konisi, uydu kanadı, uzay mekiği burun bölgesi, uçak fren diski, türbin motor kanadı gibi çeşitli uygulamalarda kullanılabilmektedir.

Karbon malzemelerin üretimi sıvı faz infiltrasyonu, sıcak izostatik basınçlı infiltrasyon karbonizasyonu ve sıcak presleme yöntemleriyle gerçekleşmektedir. Sıvı faz infiltrasyonu bu çalışmada uygulanan üretim yöntemidir. Sıvı faz olarak organik prekürsörler kullanılarak infiltrasyon işlemi yapıldıktan sonra, bu organik prekürsörlerin karbonizasyon aşamasında karbona dönüşünü gerçekleştirilir. Bu proses oldukça yavaş şekilde inert atmosferde gerçekleştirilir. Organik prekürsörlerden çok sayıda uçucu bileşen karbonizasyon aşamasında yapıyı terk eder. Geri kalan yapı ise amorf karbon yapısındadır. Karbonizasyon işlemi prekürsöre bağlı olarak 1300˚C'lere kadar gerçekleşebilir. Daha yüksek sıcaklıklarda ise grafitleşebilen bir organik prekürsör kullanıldığı takdirde yapıda grafitizasyon işlemi gerçekleştirilebilir.

Karbon malzeme üretim sürecinde istenen yoğunlukta malzemenin üretilmesi, yapıdaki uçucu bileşenlerin karbonizasyon işleminde yapıyı terk etmesi nedeniyle tekrarlı infiltrasyon ve karbonizasyon işlemlerinin gerçekleştirilmesiyle elde edilebilmektedir. Bu çalışmada infiltrasyon ve karbonizasyon çevrim sayısının azaltılabilmesi ve daha az sayıda ısıl çevrim ile malzemeden beklenen yoğunluğa ulaşılabilmesi için elektroforetik infiltrasyon (EPI) yöntemi kullanılmıştır.

1. KARBON MALZEMELER

Karbon; latincede yer alan, kömür anlamına gelen *carbo* kelimesinden gelir ve canlıların temel yapı taşı olmakla beraber, evrende miktar olarak altıncı sırada bulunmaktadır.

Karbon (C), periyodik tabloda 4A grubunda yer alan bir ametal elementtir. Atom numarası 6'dır. Değerlik elektronu 4'tür. En dış yörüngesinde 4 elektron bulunur ve bu elektronlardan ikisi $2s^2$ orbitalinde, diğer ikisi de $2p^2$ orbitalinde yer alır. Karbonun hibritleşmesi sonucu sp^3, sp^2 ve sp^1 bağları oluşmaktadır. Bu özellik sayesinde karbon kendisi ve diğer elementlerle tekli, çiftli ve üçlü bağ yapabilmektedir. Karbonun bazı özellikleri Tablo 1.1'de verilmiştir.

Tablo 1.1. Karbon atomunun bazı özellikleri

Atom ağırlığı		12,011 g/mol
Yoğunluk	Grafit	2,26 g/cm^3
	Elmas	3,52 g/cm^3
	Amorf Karbon	1,9 g/cm^3
Erime noktası		3550 °C
Kaynama noktası		4827 °C
Termal iletkenlik		129 W/m K
Erime ısısı		100 kj/mol
Buharlaşma ısısı		120 kj/mol

Karbonun tepkimesi düşük sıcaklıklarda azdır ve yükseltgenmesi zordur. Asit ve bazlarla tepkimeye girmez. Karbon elementi ısı ve elektriği iyi iletir.

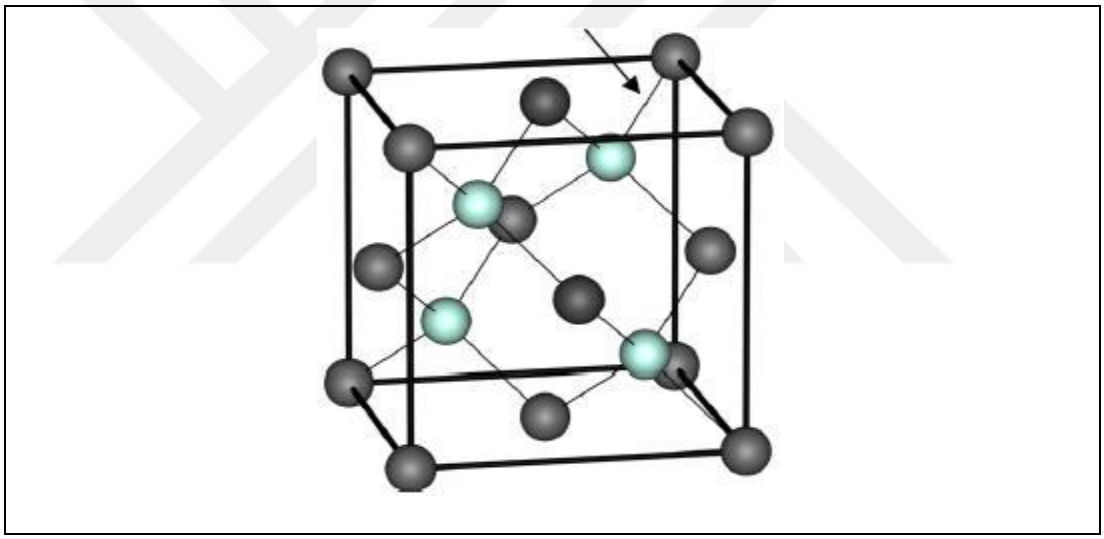
Karbon, endüstri için büyük önem arz eden bir maddedir. Kalkınmış ülkelerin ekonomilerinin büyüklüğü; karbon içeren yakıtlar, kimyasal maddeler, polimerler ve ilaçların üretilmesi ve işlenmesi ile doğru orantılıdır.

Demir-çelik sektöründe kullanımı çok yaygın olup, hayatımızdaki birçok malzemenin yapıtaşı olarak karşımıza çıkmaktadır. Yüksek fırınlarda demir cevherinin indirgenmesinde kullanılır. Karbon fiber, dayanıklı ve hafif bir malzemedir; otomotiv sanayi ve havacılıkta kullanım alanları vardır [1].

1.1. Kristalin Form

1.1.1. Elmas

Karbon atomunun allotroplarından biri olan elmasın molekül dizilimi düzgün dörtyüzlü olarak tanımlanmaktadır. C atomları sp^3 hibritleşmesi yaparak tetrahedral bir düzende dizilirler. Doğada bulunan en sert maddedir. Her bir elmasın ayrı karakteristiği bulunmaktadır. Şekil 1.1'de elmasın kristal kafes yapısı verilmiştir [2].



Şekil 1.1. Elmasın kristal yapısı

1.1.2. Grafit

C atomları düzgün altıgen kafesler oluşturarak üst üste katmanlar biçiminde dizilir ve birbiri üzerinde kolayca kayan atom katmanlarından oluşan yapı grafit olarak adlandırılır. Grafit, düzlemde kovalent bağ ile birbirine bağlı karbon atomlarının, düzlemler arası zayıf Van der Waals bağları ile bağlanmasından oluşmaktadır [3]. Grafitin iyi bir yağlayıcı olma özelliği de bu katmanlardan kaymasından kaynaklanmaktadır. Grafit, sıcaklığın yükseltilmesiyle, mekanik özelliklerinin geliştiği bilinen bir maddedir. Grafit yumuşak bir malzeme olduğu için kurşun kalemlerde kullanılmaktadır.

Grafit yapay ortamda da üretilebilir; bunun için ise kok kömürü çok yüksek sıcaklıklarda işlenmelidir. Isıya karşı dayanıklı olan grafit, bol oksijenli ortamda 620-670˚C'de yanmakta, 4500˚C'de buharlaşmaktadır. Normal sıcaklıklarda kararlı ve kimyasal bozulmaya karşı dirençlidir. Asit, baz ve tuzlara karşı dirençlidir. Grafitin aktif karbon, is, kemik kömürü gibi farklı pek çok şekli mümkündür. Grafit elektriği iyi iletmektedir. Grafit diğer karbon allotropları göz önüne alındığında daha düşük maliyetlidir. Ayrıca grafitin polimer malzemeler için iyi bir dolgu malzemesi olarak kullanılması da tercih edilebilirliğini arttırmaktadır [3].

1.1.3. Grafen

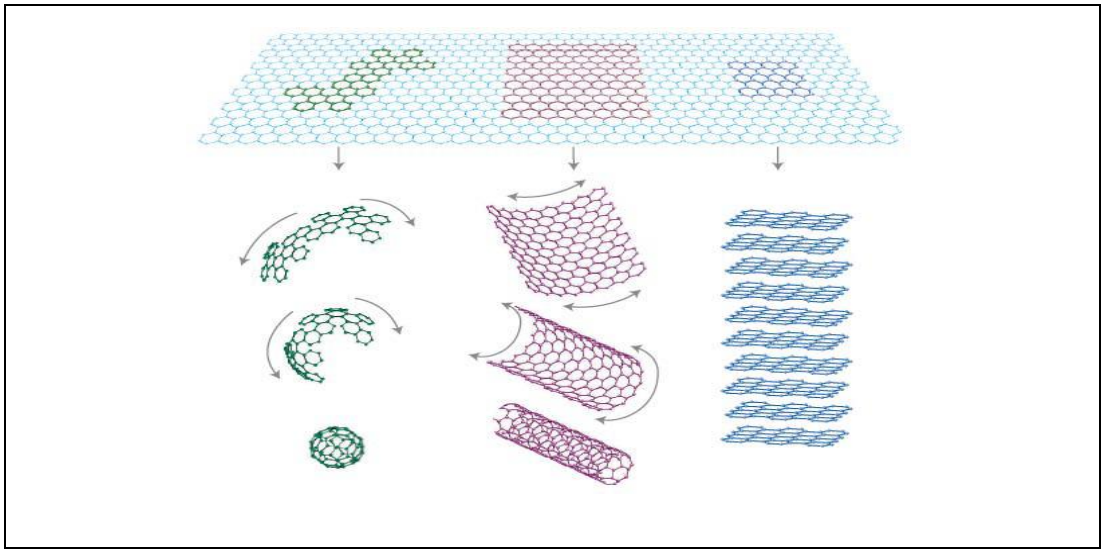
Bal peteği şeklinde dizilmiş karbon atomlarının oluşturduğu grafitten katmanların ayrılıp, tek katman ile elde edilen malzemeye grafen adı verilmiştir. Grafen, diğer kristallerden farklı olarak sadece tek katman üzerinde atomlar içermektedir, yani aslında grafenin yapısı 2 boyutludur. Bu 2 boyutlu yapı, grafene karakteristik bir takım yapısal, elektronik ve optik özellikler kazandırmaktadır. Sp^2 hibridizasyonu adı verilen bir bağ şekli yüzünden, grafen katmanlarına paralel kuvvetlere karşı elmas kadar dayanıklıdır. Grafenin esnekliği ve iletkenliği birçok farklı alanda uygulama yapılmasına olanak sağlamaktadır.

Grafenin önemli özellikleri şunlardır;

- Yük aktarım hareketliliği - oda sıcaklığında: ~ 250.000 $cm^2V^{-1}s^{-1}$
- Isıl iletkenlik: ~ 5000 $Wm^{-1}K^{-1}$
- Mekanik dayanıklılık – Elastisite modülü: 1100 GPa
- Sertlik: Elmastan sert ancak esnek, %20 oranında esneyebilir, bükülebilir.
- Saydam görünümlüdür [4].

İki boyutlu grafen aslında Şekil 1.2'de gösterilen diğer tüm karbon bazlı nanomalzemelerin yapı taşıdır.

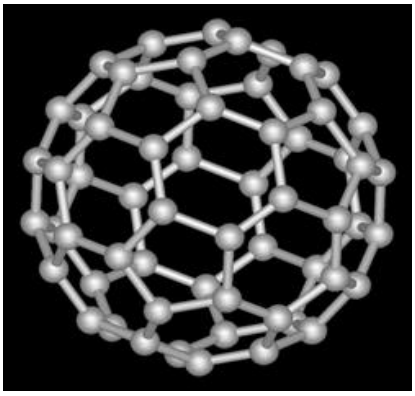
Grafen, diğer tüm boyutlardaki karbon bazlı nanomalzemeler için iki boyutlu yapı bloğudur. 0-D fullerenlere sarılabilir, 1-D karbon nanotüplerin içine yuvarlanabilir veya 3-D grafite istiflenebilir [5].



Şekil 1.2. Grafen ve etkileşimleri

1.1.4. Fulleren (Buckminsterfulleren)

Buckminsterfullerene, 12 beşgen ve 20 altıgen yüzey bir moleküler top oluşturmak üzere simetrik olarak düzenlenmiş ve şekil olarak futbol topuna benzemektedir. Molekül formülü C_{60} tır. Küredeki her karbon atomu üç komşu karbonuna bağlıdır. Sp^2 hibritleşmesi sayesinde çok güçlü bir yapısı vardır ve yüksek basınçlara karşı dayanım göstermektedir. Şekil 1.3'te fulleren yapısı verilmiştir [6].

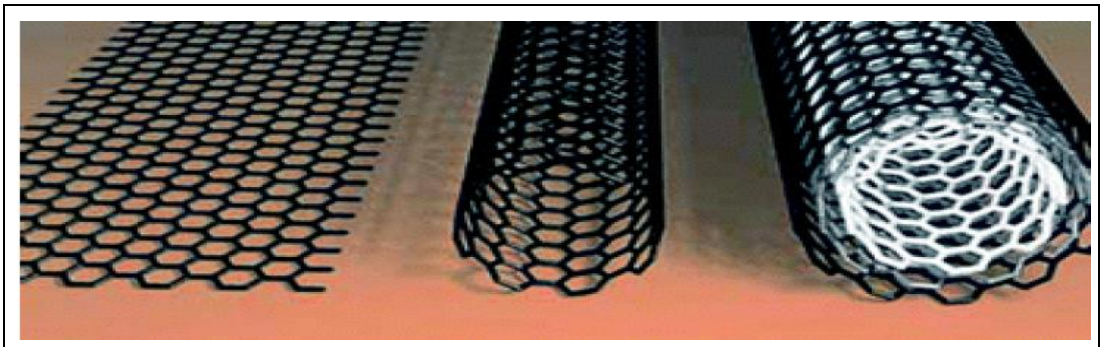


Şekil 1.3. Fulleren yapısı

1.1.5. Karbon nanotüp

Karbon nanotüpün iki ana yapısı vardır: tek duvarlı karbon nanotüp (TDKN) ve çok duvarlı karbon nanotüp (ÇDKN) olmak üzere Şekil 1.4'te şematik olarak gösterilmiştir. TDKN'ler 1-2 nm çapında tek bir grafen tabakasına benzerken, ÇDKN

birbirlerine yuvarlanmış (silindirik) 2-100 nm aralığında çaplara sahip birden fazla grafit tabakasına benzemektedir [7].



Şekil 1.4. Bozulmamış grafen tabakanın, TDKN ve ÇDKN grafiksel gösterimleri

1.2. Amorf (Aktif) Karbon

Amorf, katı atomların kararlı bir kristal yapıya sahip olmadığı katılar için kullanılan terimdir. Aktif karbon veya amorf karbon, karbon elementinin bir allotropudur. Yüksek gözenek veya yüzey alanına sahip bir malzemedir. Gözenek çapı ise 3 Å ile birkaç bin angstrom arasında değişmektedir. Eriyiklerde renk ve koku yapan bileşikleri tutması ve yakalaması için, ısı ve rutubet etkisine maruz bırakılan, çok ince toz halinde, siyah renkli organik bir maddedir. Odun, kömür, hindistancevizi gibi maddelerin çeşitli işlemlerden geçirilmesiyle elde edilir [8].

2. ELEKTROFORETİK BİRİKTİRME

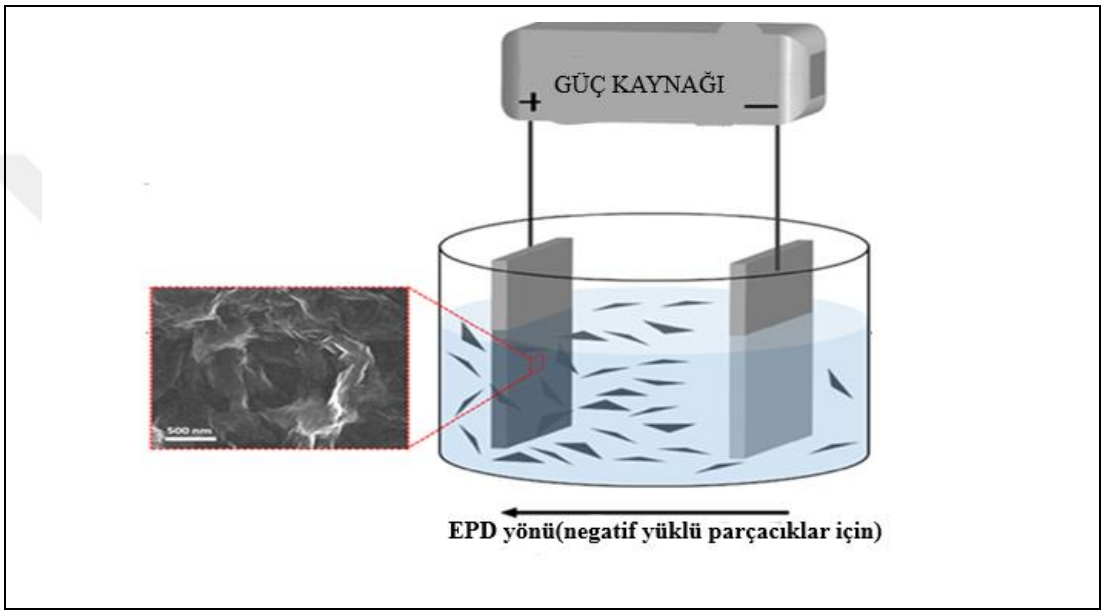
Elektroforetik biriktirme işlemi iki alt kademede gerçekleşir: (1) bir sıvı akımda asılı yüklü parçacıkların bir elektrik alanının etkisi altında bir elektroda doğru elektroforetik hareketi; (2) elektrot yüzeyinde parçacıkların toplanması ve bir birikim tabakasının oluşumu [9].

Bu teknik, mikron boyutlu veya nano boyutlu parçacıklardan başlayarak çeşitli makroskopik şekillerde, boyutlarda ve düzenlemelerde benzersiz mikro yapıların ve nanoyapıların yanı sıra yeni ve karmaşık malzeme kombinasyonlarının üretimini mümkün kılar. EPD tekniğinin geniş bir ölçekte malzemelere uygulanabilir olması ve basit ekipmanlarla ucuz maliyette prosesin gerçekleştirilebilmesi bu yönteme olan yönelimi arttırmıştır [10]. Örneğin, elektroliz tasarımı ve konumlandırmasında yalnızca küçük değişiklikler yapılarak düz, silindirik veya herhangi bir başka şekilli substrat üzerine biriktirme yapılabilir. Şekil 2.1'de şematik olarak verilmiştir. EPD prosesinde, biriktirme süresinin ve uygulanan voltajın ayarlanması yoluyla biriken filmin kalınlığı ve morfolojisi kolayca kontrol edilmektedir. EPD'de, bir sıvı ortamda dağılmış veya süspanse edilmiş yüklü toz partikülleri DC akımlı elektrik kaynağının uygulanması ile karşı yüklü iletken bir substrat üzerine yüklenir [11].

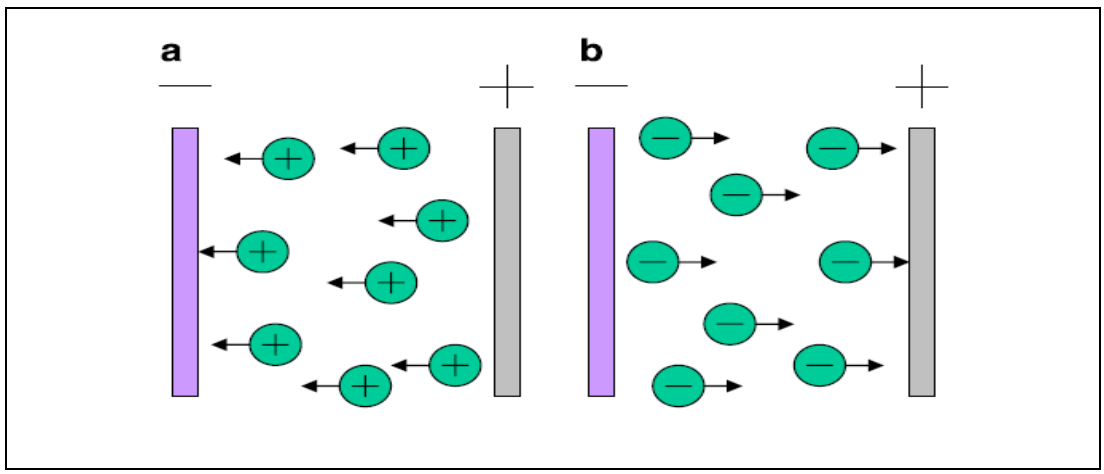
Elektroforetik biriktirme (EPD) için temel itici güç partikül üzerindeki yük ve süspansiyon içerisinde uygulanan elektrik alanının etkisi altındaki partiküllerin elektroforetik hareketliliğidir.

Hangi elektroda birikmenin gerçekleştiğine bağlı olarak iki çeşit EPD tekniği vardır. Partiküller artı yüklendiklerinde birikme katot üzerinde oluşur ve bu sistem katodik elektroforetik biriktirme yöntemi adını alır. Eksi yüklü partiküller anot üzerine biriktiğinde işlem anodik elektroforetik biriktirme adını alır (Şekil 2.2). Partiküllerin yüzeylerinin uygun bir şekilde yüklenmesinin değiştirilmesiyle her iki yöntem de uygulanabilir.

Son zamanlarda EPD, fonksiyonel ve kompozit seramiklerin, katmanlı ve fonksiyonel olarak derecelendirilmiş malzemelerin, ince filmlerin, yüksek performanslı seramik ve kompozit kaplamaların ve biyomalzemelerin işlenmesi için ve ayrıca ileri nanokonstrüktif malzemeler üretmek için nanopartiküllerin ve karbon nanotüplerin depolanması için kullanılmaktadır. EPD metodu sadece kaplama prosesi için değil monolitik, lamine edilmiş ve derecelendirilmiş farklı şekle sahip malzemelerin üretimi ve gözenekli yapıların infiltrasyonu için de uygulanabilir bir prosestir [12].



Şekil 2.1. Elektroforetik biriktirmenin şematik gösterimi



Şekil 2.2. EPD türleri, a) Katodik EPD b) Anodik EPD

Yüksek otomasyon seviyesi, düşük kirlilik seviyeleri, yüksek atış gücü ve kaplamanın homojenliği, elektroforetik biriktirmenin kullanılmasına neden olan avantajlardır. Diğer avantajları, elektroforetik olarak biriktirilen kaplamaların gelişmiş yapışması ve bunların daldırma veya püskürtme kaplamalarla karşılaştırıldığında daha yüksek yoğunluğudur [13]. Son senelerde kolloidal kaplamalar üzerinde sıkça çalışmalar yapılmaktadır. Kaplama yönteminin esası askıda kalan partikülleri içeren kararlı süspansiyonların hazırlanmasına dayandığı için kullanılacak olan nano veya mikron boyuttaki tozların zamanla dibe doğru çökmemesi çok önemlidir. Tozların askıda kalması için daha küçük boyutlu tozlar veya uygun dispersantlar kullanılabilir. Sıvı ortamdaki partiküllerin topaklanmasına engellenmesi proses için büyük önem arz etmektedir [14].

2.1. Bağımsız Şekilli Malzeme Üretimi

2.1.1. Monolitik malzeme üretimi

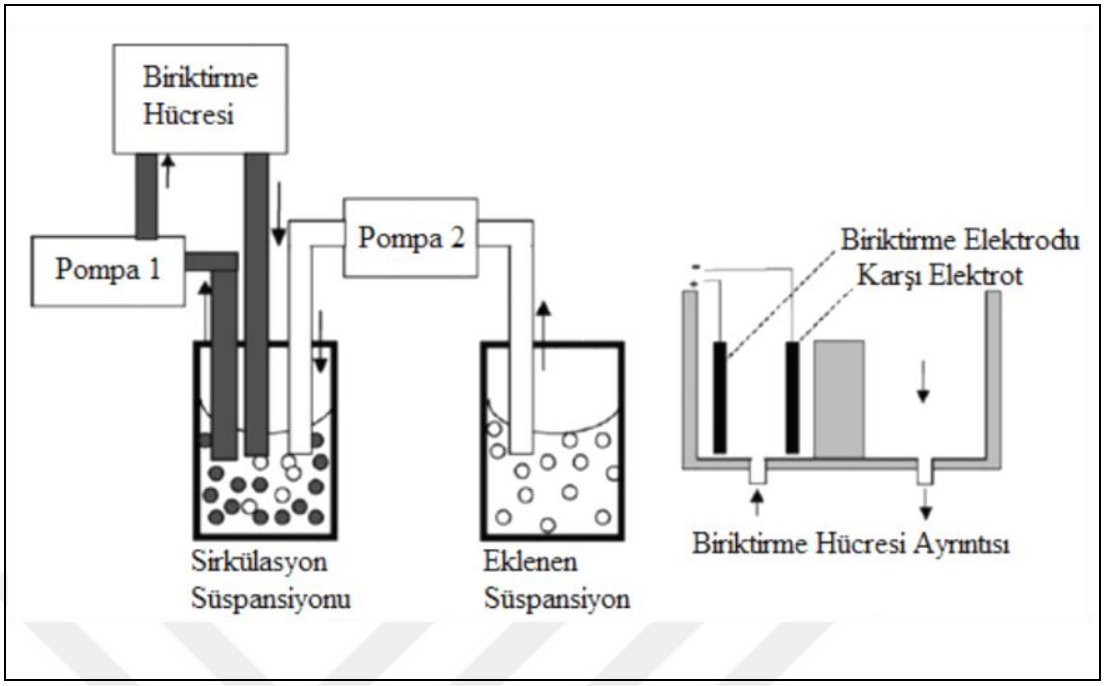
EPD, homojen birikme ve substrat yüzeyindeki girinti verimli bir şekilde nüfuz etmesi açısından bağımsız şekilli parça üretimi için uygun bir prosestir [10].

2.1.2. Lamine edilmiş malzeme üretimi

Laminatlar, şerit dökümü veya tozun polimer bazlı bir süspansiyonun şekillendirilmesi yoluyla üretilebilir. EPD, biriktirme sırasında iki veya daha fazla süspansiyon arasında tekrar tekrar değiştirilerek katmanlı mikro yapıların (laminatlar) şekillendirilmesi için çok uygundur [15].

2.1.3. Derecelendirilmiş malzeme üretimi

EPD prosesi sırasında konsantrasyon yüzdeleri değiştirilerek aynı kompozisyona sahip derecelendirilmiş malzeme üretmek mümkündür. EPD bu tür derecelendirilmiş malzemeleri karmaşık geometri ile üretebilen oldukça hızlı, düşük maliyetli bir işlemdir. Put S. ve diğerleri yaptıkları çalışmada EPD ile homojen ve sürekli derecelendirilmiş seramik-seramik (ZrO_2-Al_2O_3) ve seramik-metal kompozitlerin (WC-Co) üretebildiğini ispatlamışlardır. Çalışmaları için tasarladıkları EPD hücresinin şematik modeli Şekil 2.3'de verilmiştir [16].



Şekil 2.3. Derecelendirilmiş kompozit üretimi için EPD sistemi ve biriktirme hücresinin detayı

2.2. İnfiltrasyon Uygulaması

EPD, gözenekli malzemelerin infiltrasyonu için çok uygun bir prosestir. Uygulanan voltajın düşük olması, süspansiyon içindeki katı parçacık konsantrasyonunun miktarca fazlalığı ve bazik çözelti infiltrasyon kalitesini yükselten parametrelerden bazılarıdır. Stoll E. ve diğerleri etanol ile beraber ağırlıkça %25 Al_2O_3 içeren ve Hidroksibenzoik asitin dispersant görevi gördüğü süspansiyonları kullanmışlardır. Al_2O_3 matrisli fiber takviyeli kompozitin üretiminde infiltrasyon tekniğini kullanarak gözeneklerin azaltılması hedeflenmiştir ve infiltre edilen yapı sinterlenmiştir. İnfiltrasyon tekniği sayesinde proses adımları azalmıştır. Sonuç olarak yüksek yoğunluğuna sahip kompozit malzemeler üretilmiştir [17].

3. ELEKTROFORETİK BİRİKTİRMEYİ ETKİLEYEN FAKTÖRLER

EPD prosesi üç aşamadan oluşur; süspansiyon hazırlama, elektrik alan uygulanarak elektroforetik hareketi oluşturma ve elektrot yüzeyinde birikme sağlamadır. Bu prosesi etkileyen faktörler süspansiyon parametreleri ve elektriksel parametreleri içeren sürece dahil olanlardır.

3.1. Süspansiyon Parametreleri

3.1.1. Partikül boyutu

Elektroforetik biriktirmeye uygun partikül boyutlarını belirtmek için genel bir kural mevcut olmasa da, çeşitli seramik ve kil sistemleri için 1-20 μm boyutları aralığında iyi birikim meydana geldiği bildirilmiştir. Fakat bu, bu boyut aralığının dışındaki partiküllerin birikiminin mümkün olmadığı anlamına gelmez. Partiküllerin homojen ve düzgün birikim için tamamen dağılmış ve dengeli kalması önemlidir. Daha büyük partiküller için asıl problem yer çekimi nedeni ile çökelme eğiliminde olmasıdır. İdeal olarak, elektroforezden ötürü partiküllerin hareket kabiliyeti yer çekiminden daha yüksek olmalıdır. Büyük partiküllerin sedimentasyonu nedeni ile süspansiyon içerisinde üniform birikimin sağlanması oldukça zordur. Elektroforetik biriktirmenin daha büyük partiküller ile oluşması için ya çok güçlü bir yüzey yükü elde edilmeli ya da elektrikli çift katmanlı bölgenin boyutunda artış olmalıdır [11].

3.1.2. Sıvının dielektrik sabiti

Empüritelerin özellikle suyun iletkenliğini etkilediği belirtilmiştir. Dielektrik sabiti çok düşük olduğunda, yetersiz çözünme gücü nedeniyle birikim başarısız olurken, çok yüksek dielektrik sabitiyle sıvıdaki yüksek iyonik konsantrasyon, çift katmanlı bölgenin boyutunu ve dolayısıyla elektroforetik mobiliteyi azaltır [11]. C_0 hava veya vakum ortamındaki kapasite, C dielektrik medyadaki kapasite olmak üzere

ε_r dielektrik sabiti;

$$\varepsilon_r = C/C_0 \quad (3.1)$$

olarak ifade edilir [10]. Tablo 3.1.' de bazı solventlerin formülleri ve dielektrik sabit değerleri verilmiştir [18].

Tablo 3.1. 25 ℃ de bazı solventlerin kimyasal formülleri ve dielektrik sabitleri

Solvent	**Kimyasal Formül**	**Dielektrik Sabiti (ε_r)**
Metil Formamit	$HCONHCH_3$	182.4
Formamit	$HCONH_2$	109.5
Aseton	$(CH_3)_2CO$	20.7
Su	H_2O	78.5
Etilen Glikol	$C_2H_4(OH)_2$	40.7
Metanol	CH_3OH	32.6
Etanol	C_2H_5OH	24.3
n-Propanol	C_3H_7OH	20.2

3.1.3. Süspansiyonun viskozitesi

Dağılmış parçacıkların miktarı ve pH, süspansiyonun viskozitesini etkiler. Sıvı viskozitesi (η) süspansiyondaki yüklenmiş partiküllerin mobilitesini direkt olarak etkileyen bir parametredir. Başarılı EPD için düşük viskoziteler gereklidir ve optimum dispersant konsantrasyonu deneysel olarak belirlenebilir. Tablo 3.2'de oda sıcaklığında ve 1 atm basınç altında bazı sıvılara ait viskozite değerleri yer almaktadır [19].

Tablo 3.2. Bazı sıvılara ait viskozite değerleri

Sıvı	**Viskozite, η (cP)**
Metanol	0.557
Etanol	1.0885
n-Propanol	1.9365
Su	0.89

3.1.4. Elektriksel iletkenlik

EPD'de, biriken parçacıkların miktarı, elektrik alanın kuvveti ile ilgilidir. Anot ve katot arasındaki uygulanan elektrik alanı sadece yüklü parçacıklar tarafından değil, aynı zamanda serbest halde birlikte bulunan iyonlar tarafından da elde edilir. Öte yandan, birlikte bulunan iyonların miktarı, EPD'de önemli bir faktör olan süspansiyonun iletkenliğini belirler. Süspansiyonun iletkenliği çok yüksekse, yani, serbest iyonların miktarı oldukça büyükse, zeta potansiyeli azaldığı için parçacık hareketliliği azalır. Eğer iletkenlik çok düşükse, süspansiyon dirençli olacaktır ve bu da stabilitede kayıplara yol açacaktır. İletkenlik, çözücünün dielektrik sabiti veya çözündürme gücü ile ilgilidir [19].

3.1.5. Sıvının pH değeri

Hazırlanan solüsyondaki partiküle bağlı olarak pH değeri değiştikçe partikülün zeta potansiyeli de değişir. Pozitif yüklenmiş partikül için süspansiyonun pH değeri düştükçe zeta potansiyeli artarken negatif yüklenmiş partikül için zeta potansiyeli azalmaktadır [10].

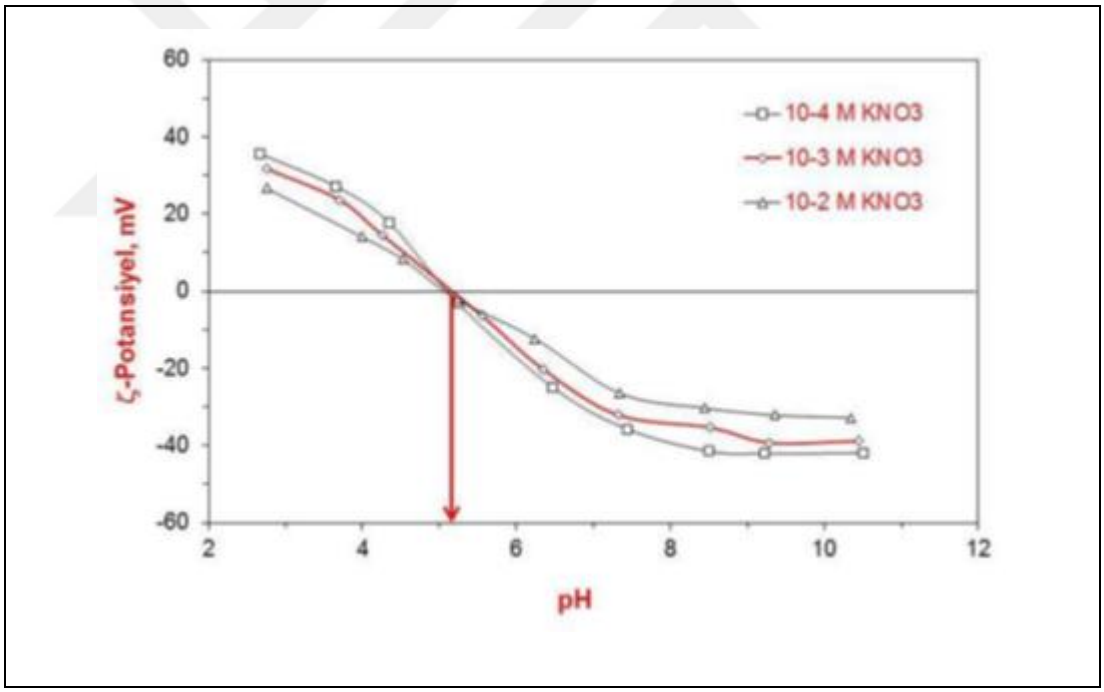
3.1.6. Zeta potansiyeli (ζ)

Zeta potansiyeli; partiküller arasındaki itme veya çekme değerlerinin bir göstergesidir. Partikül yüzey yükü için niceliksel bir ölçüt olan zeta potansiyeli, benzer şekilde yüklü partiküller arasındaki iticilik derecesini ve kolloidal sistemin kararlılığını gösterir. Partiküllerin zeta potansiyeli EPD prosesi için kilit faktördür [11].

Askıdaki partiküllerden yüksek ve düzgün yüzey yükü elde edilmesi gereklidir. Zeta potansiyeli; (i) partiküller arasındaki itici etkileşimin yoğunluğunu belirleyerek süspansiyonun stabilize edilmesi, (ii) EPD sırasında partikülün yönünün ve yer değiştirme hızının belirlenmesi, (iii) biriktirme öncesi yoğunluğunun belirlenmesinde rol oynar. Bir sistemin genel kararlılığı süspansiyon içindeki partiküller arasındaki etkileşime bağlıdır. Bu etkileşimi, elektrostatik ve Van der Waals kuvvetlerinden kaynaklanan iki mekanizma etkiler. Aglomerasyonu önlemek için yüksek parçacık yükünden dolayı yüksek bir elektrostatik itme gerekir. Biriktirme sırasında artan çekim kuvveti ile partiküller birbirine daha yakın konuma gelirler. Partikül yükü düşükse,

partiküller göreceli olarak büyük parçacıklar arası mesafelerde dahi gözenekli, sünger benzeri çökeltilere yol açar. Aksine, partiküller biriktirme sırasında yüksek bir yüzey yüküne sahip olursa, birbirlerini püskürterek, yüksek partikül paketleme yoğunluğuna götürecek pozisyonları meydana gelecektir. Dolayısıyla, birikimin mümkün olan en yüksek ön yoğunluğuna ulaşmak için EPD süspansiyonundaki katıların ve katkı maddelerinin oranı ve konsantrasyonunun kontrol edilmesi çok önemlidir. Zeta potansiyeli, süspansiyonda asitler, bazlar ve özellikle adsorbe edilmiş iyonlar veya polielektrolitler gibi çeşitli şarj maddeleri tarafından kontrol edilebilir [11].

Kararlı ve kararsız sulu çözeltilerin zeta potansiyelleri ile tanımlaması, genellikle +30 ile -30 mV değerleriyle yapılır. +30 mV dan daha yüksek zeta potansiyeline sahip tanecikler kararlı, -30 mV dan daha düşük zeta potansiyeline sahip olan tanecikler ise kararlı olarak kabul edilir [20].



Şekil 3.1. Zeta potansiyeli ve pH ilişkisi

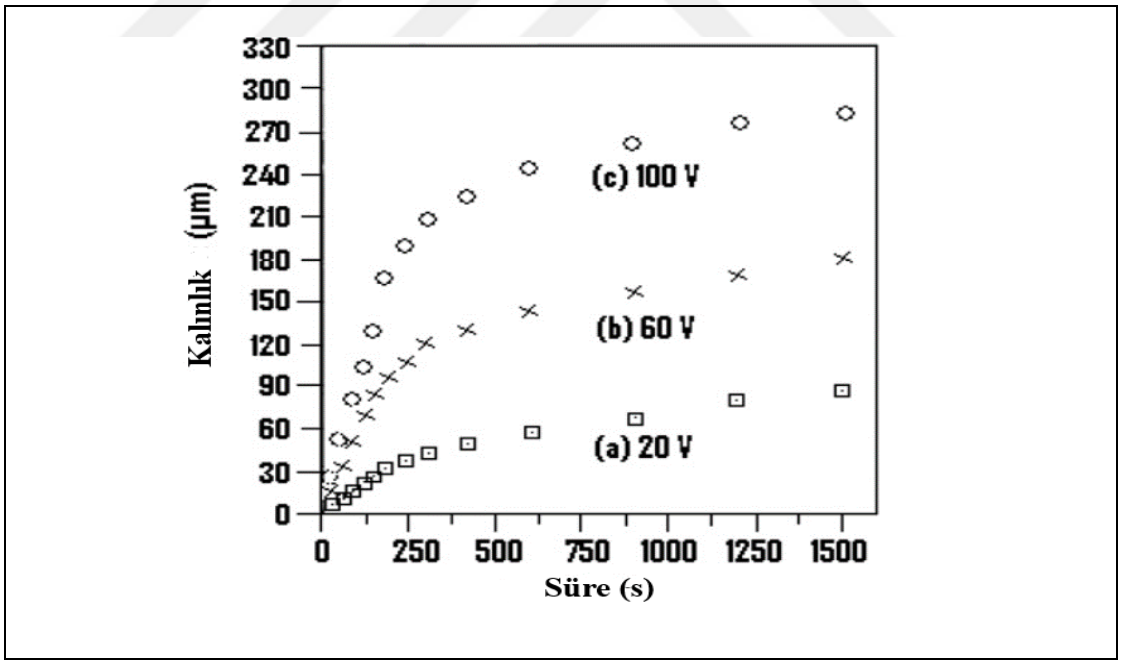
Şekil 3.1'de görüldüğü gibi eğrinin 0 noktasında bulunduğu yer eş elektrik (izoelektrik) nokta olarak tanımlanır ve bu nokta stabilite açısından çok önemlidir. Bu nokta sistemin en kararsız olduğu pH anlamını taşır ve bu değer pH 5 civarında gözükmektedir. pH izoelektrik noktadan düştükçe yani ortam asitliği arttıkça veya izoelektrik noktadan sonra yükseldikçe yani ortam bazikliği arttıkça zeta potansiyeli değeri yükselecek ve ortam kararlı hale gelecektir [20].

3.2. Proses Parametreleri

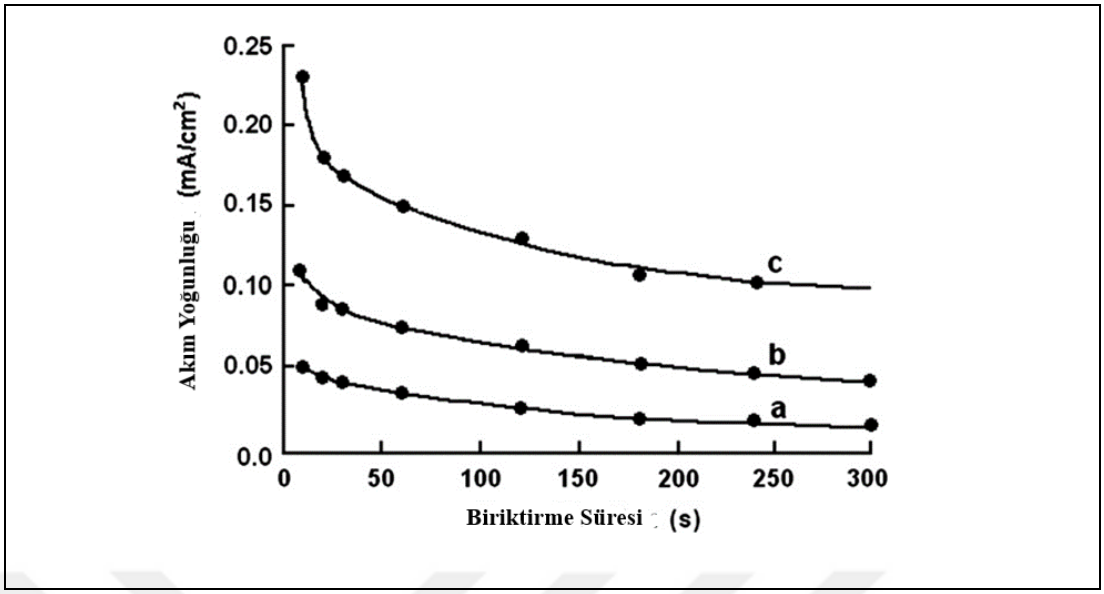
3.2.1. Biriktirme süresi

Basu ve diğerleri biriktirme hızının artan biriktirme süresi ile birlikte düştüğünü bulmuşlardır. Chen ve Liu tarafından da benzer gözlem yapılmıştır. Şekil 3.2 artan biriktirme süresi ile birlikte, farklı potansiyellerde bakır elektrot üzerinde ZnO kaplamanın tipik biriktirme özelliklerini göstermektedir. Açıkça gözükmektedir ki biriktirme başlangıcında zamanla doğrusal bir artış vardır. Ancak süre arttıkça, biriktirme oranı azalır ve çok yüksek biriktirme sürelerinde bir plato oluşumu vardır [11].

Şekil 3.3'te elektroforezi etkileyen elektrik alan biriktirme süresi ile birlikte azalır çünkü elektrod yüzeyinde seramik partiküllerin yalıtkan bir tabakası oluşmaktadır. Proses başlangıcıyla beraber akım yoğunluğu azalmakta ve zamanla sabitlenmektedir [11].

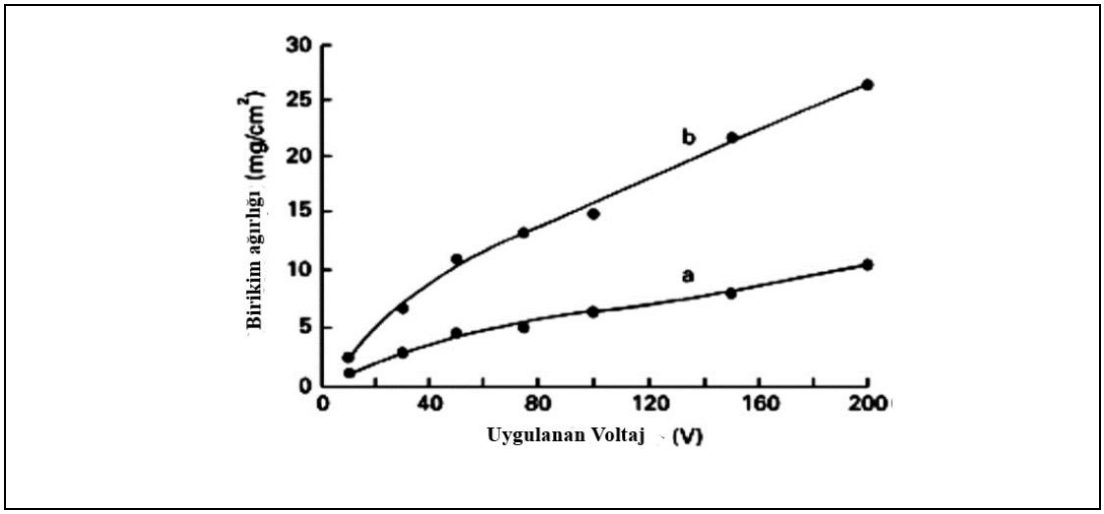


Şekil 3.2. Farklı voltajlarda ZnO kaplaması için biriktirme kalınlığı ve biriktirme süresi arasındaki ilişki



Şekil 3.3. Uygulanan farklı voltajlarda HA birikiminde birikim zamanı-akım yoğunluğu ilişkisi; a) 50 V; b) 100 V; c) 200 V

Normalde biriktirme miktarı uygulanan gerilimle birlikte artar. Şekil 3.4'te izopropil alkol içerisindeki süspansiyondan Ti6Al4V substratı üzerine biriken hidroksiapatitin ağırlığı görülmektedir. Daha büyük alan uygulandığında tozlar daha hızlı birikim elde edilebilir ancak birikimin kalitesi zarar görebilir. Basu ve diğ. orta derecede uygulanmış elektrik alanlarda (25-100 V/cm) daha fazla homojen birikim elde edildiğini, nispeten yüksek uygulanmış elektrik alanların (> 100 V/cm) kullanılması durumunda ise kaplama film kalitesinin kötüleştiğini tespit etmiştir [11].



Şekil 3.4. Farklı biriktirme süreleri için uygulanan voltaja karşı Ti6Al4V substrat üzerine biriken HA ağırlığı, a) 30 s b) 120 s

3.2.2. Süspansiyondaki katı konsantrasyonu

Süspansiyondaki katının hacim oranının, özellikle çok bileşenli EPD sisteminde önemli bir rolü vardır. Bazı durumlarda, partikül türlerinin her biri aynı yüzey yükü işaretine sahip olsa da, süspansiyondaki katıların hacim oranına bağlı olarak farklı oranlarda birikebilir. Katıların hacim oranı yüksekse, tozlar denk oranda birikebilir. Eğer katıların hacim oranı düşükse, partiküller kendi elektroforetik mobiliteleriyle orantılı oranlarda birikebilir [11].

3.2.3. Substratın iletkenliği

Peng ve Liu'nun gözlemlerine göre substratın düşük iletkenliği düzgün olmayan ve yavaş bir birikime neden olmaktadır [11].

Bu bilgiler ışığında açıkça görülmektedir ki, elektroforetik biriktirme kinetiği ve oluşan birikim kalitesi çok sayıda parametreye bağlıdır. Elektroforetik biriktirme sırasında bu parametrelerin dikkatli bir şekilde kontrol edilmesi gerekmektedir. Elektroforetik biriktirmenin kalitesinin ağırlıkla süspansiyon koşullarına bağlı olduğuna dikkat çekilmektedir. Genel olarak, iyi dağılmış stabil bir süspansiyon, EPD sırasında kararsız veya topaklanmış bir toz süspansiyonuna kıyasla daha iyi bir birikim sağlayacaktır. Zeta potansiyeli süspansiyon kararlılığı ve mobilitesi ile ilgili önemli bir parametredir. Genel olarak, ölçülen zeta potansiyelinin mutlak değeri ne kadar yüksek olursa, partiküllerin süspansiyondaki dağılımı o kadar iyidir. pH değeri 7,5'ten (izoelektrik nokta) 4,5'e düştüğü zaman, zeta potansiyelinin değerinin arttığı görülmektedir. Bu, elektrostatik itme kuvvetini artıran partikül yüzeylerine H^+ iyonlarının adsorbsiyonuna bağlanır. Bununla beraber, süspansiyona daha fazla H^+ iyonu eklendiğinde, yani pH değeri 4.5'den 2.0'a düştüğünde, pozitif iyonların büyük miktarı çift katman kalınlığının azalmasına ve dolayısıyla partiküller arasındaki itme kuvvetinde bir azalmaya neden olur. Bu, partikül aglomerasyonunu tetikleyecek ve daha düşük biriktirme sonuçlarına yol açacaktır [11].

4. ELEKTROFORETİK BİRİKTİRME KİNETİĞİ

Elektroforetik biriktirmenin kinetiği çok sayıda araştırmanın konusu olmuştur. Hamaker basitçe kütlenin korunması ilkesine başvurarak (4.1) deki denklemi hesaplamıştır [13];

$$dY/dt = fESc\mu \quad (4.1)$$

Y: çöktürme verimi (kg)

t: çöktürme zamanı (s)

μ: elektroforetik hareketlilik ($m^2.V^{-1}.s-1$)

S: elektrodun yüzey alanı (m^2)

c: katı konsantrasyonu ($kg.m^{-3}$)

E: elektrik alan şiddeti

f: sabit

Bu denklem elektroforetik biriktirme kinetiğinin temelini tanımlamış olarak kabul edilmektedir [13].

Elektrotların yüzey alanı ve bir süspansiyonda katı madde konsantrasyonu proses sırasında kolaylıkla belirlenebilir veya hesaplanabilir. Elektroforetik mobilite de ölçülebilir. Elektrik alanının kuvveti ile ilgili nitel bir düşünce ölçümle elde edilebilse de, elektrik alan kuvveti hemen hemen her zaman uygulanan voltaj ve elektrodlar arası mesafeden değerlendirilir. Bununla birlikte, böyle bir hesaplama koşullara tabidir. Düz eşit yüzey alanlı elektrotlu bir elektroforetik biriktirme ünitesi üzerindeki gerilim düşmesi (4.2) deki denklemle açıklanabilir [13];

$$V_a=\Delta\phi_1 + I.R_d.d_1 + I.R_s.(d-d_1) + \Delta\phi_2 \quad (4.2)$$

Burada V_a uygulanan potansiyel (V); *I* geçen akım (A); Rd ve Rs sırasıyla, biriktirmenin ve süspansiyonun birim uzunluğu başına dirençtir (Ohm/m); d elektrot

aralığı (m); d_1 birikimin kalınlığı (m); $\Delta\phi_1$ ise bir elektrottaki potansiyel düşüşü (V) ifade eder. Birim uzunluğundaki direnç, elektrotların yüzey alanına (m^2) bölünen özgül direnç (Ohm/m) olarak tanımlanır [13].

Denklem (4.3) e göre;

$$\mu = \frac{\varepsilon 0 \varepsilon r \zeta}{\eta} \tag{4.3}$$

elektroforetik mobilite (μ), dielektrik sabiti (ε_r), vakumun dielektrik geçirgenliği (ε_0) ve zeta potansiyeli (ζ) ile doğru orantılı iken kayma viskozitesi (η) ile ters orantılıdır. Buna göre daha viskoz bir çözücü veya daha düşük bir yüzey yükü, daha düşük bir elektroforetik hareketliliğe ve sonuç olarak düşük bir birikim oranına neden olacaktır. Elektroiletken yük cihazları, zeta potansiyelinin (ζ) mutlak değerini arttırarak parçacık elektroforetik mobilitesini (μ) arttıracak ve bu da verimde orantılı bir artışa neden olacaktır [9].

5. ELEKTROFORETİK BİRİKTİRME UYGULAMA ALANLARI

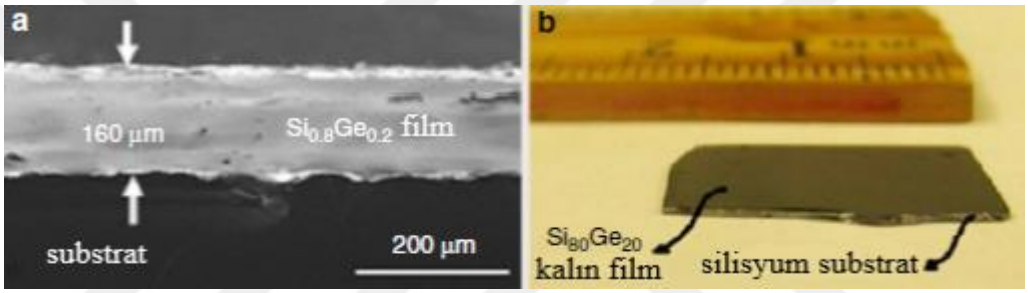
EPD uygulamalarına geleneksel seramiklerde, ileri teknolojik malzemelerde, nanopartiküllü malzemelerde karşılaşılmaktadır. EPD prosesinin klasik daldırma veya püskürtme yöntemleriyle elde edilenlere kıyasla daha iyi pürüzsüzlük ve düzgünlük sağladığı tespit edilmiştir [21]. Çeşitli alanlarda EPD uygulamaları Tablo 5.1. de yer almaktadır [22]. Şekil 5.1 ve Şekil 5.2' de uygulamalara ait bazı görseller verilmiştir [23].

Tablo 5.1. EPD Uygulamaları

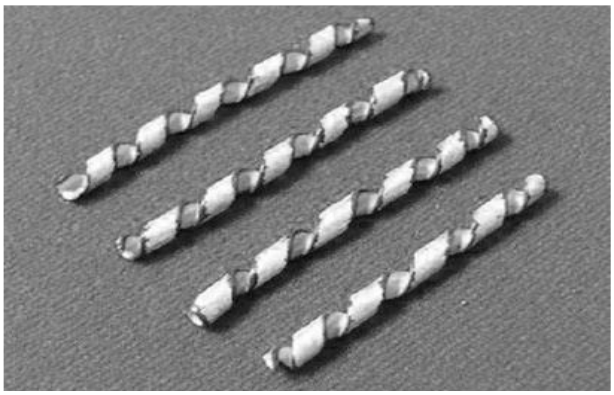
No	Kategori	Uygulama
1	Çok katmanlı kompozitler	Çok katmanlı alümina
		Sandviç yapı kompozitlerin üretimi
2	Termoelektrik kalın film	Si-Ge filmi
3	Nanotüplerde biriktirme	Grafen sentezi
		SiO_2 / CNT kompozit
		TiO_2 / CNT kompozit
		HA / CNT kompozit
		Bioaktif cam / CNT kompozit
4	Güneş pili	Boya duyarlı güneş pili
5	Batarya ve elektrokimyasal kapasitörler	Lityum iyon bataryaları
		Süper kapasitörler
6	Katı oksit yakıt hücreleri	Y_2O_3 katkılı stabilize ZrO_2
		Perovskit yapılar
7	Sensörler	Gaz sensörleri
8	Piezoelektrik malzemeler	PZT aktüatörler

Tablo 5.1. (Devam) EPD Uygulamaları

No	Kategori	Uygulama
9	Biomedikal malzemeler	Bakteriler
		İmplantların korozyondan korunumu
		Biouyumlu katmanların oluşturulması
10	SiC fiber takviyeli kompozit	Füzyon reaktörleri



Şekil 5.1. a) Si substrat üzerinde 160 μm kalınlığında filmin SEM görüntüsü ve b) Si substrat üzerine sinterlenmiş Si80Ge20 EPD kaplamasının fotoğrafı



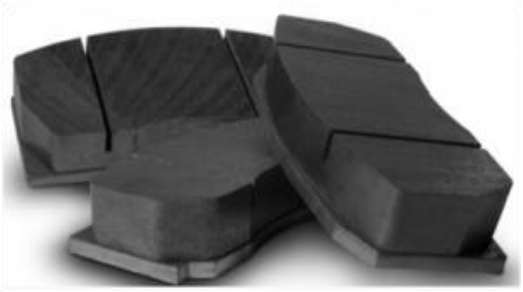
Şekil 5.2. Grafit çubuklar üzerinde biriktirme ile yapılan piezoelektrik aktüatörlerin görüntüsü

6. KARBON-KARBON KOMPOZİTLER

Karbon-karbon kompozitleri, saf karbon partiküllerinin (primer karbon) karbon esaslı bağlayıcılar (sekonder karbon) ile karışımından elde edilir. Sonuç olarak, malzemenin tümü karbon olup karbonlar iki farklı türevde yer alırlar. Biri dolgu, diğeri bağlayıcı şeklindedir.

Karbon-karbon kompozitlerde her iki bileşen de karbon esaslı olmasına rağmen, matris amorf karbondan grafite, grafitten grafene kadar değişebilmektedir. Bu yüzden karbon-karbon kompozitler çok farklı özelliklere sahip olabilmektedir. Kompozitin özellikleri, ayrıca kullanılan takviye malzemelerinin özellikleri ve uygulanan ısıl işleme de bağlıdır.

Bu malzeme, bir hayli yüksek sıcaklıkta ısıl işlem uygulandığı zaman yüksek dayanıklılık ve sertlik özelliği kazanmış olur. Ayrıca bunlardan farklı olarak bu malzemeler çok hafiftir. Yüksek sıcaklıkta deformasyona karşı dirençlidirler. Yüksek kırılma tokluğuna sahiptirler. Düşük genleşme katsayısına sahiptirler. Yüksek termal iletkenlik ve mekanik mukavemetleri yüksektir ayrıca yüksek elastikiyete sahiptirler.



Şekil 6.1. Karbon-karbon kompozit örnek ürünleri

Elektronik sektöründe, otomotiv ve diğer ulaştırma araçlarında, savunma sanayisinde, endüstriyel fırınlarda, çevre ve enerji alanlarında, ayrıca roket motorları, yüksek performanslı otomobil frenlerinde ayrıca trenlerin fren balatalarında ve hava araçları için sürtünme malzemesi olarak tercih edilir.

Bu kompozit malzemelerin dezavantajları ise; hammaddenin pahalı olması, örnek vermek gerekirse uçaklarda tercih edilebilecek kalitede karbon elyafının bir metre karelik kumaşının fiyatı ortalama 50 $'dır. Oksidasyon dirençleri zayıftır ve kompozitler kırılgan (gevrek) malzeme olduklarından ötürü rahatlıkla zarar görürler.

Karbon-karbon kompozitler, karbon esaslı matris içinde karbon fiberlerinin yerleştirilmesi ile üretilir. Kompozit fren balatalarının üretimi, ham maddelerin makul oranlarda karıştırılır ve sıcak presleme ya da soğuk preste kaplama işlemi ve de kür işlemlerinin ardı ardına oluşmaktadır. Malzemenin hepsi karbon olup iki farklı faz içermektedir. Bunlardan biri, «dolgu» ötekisi ise «bağlayıcı» durumunda bulunan karbondur. Karbon-karbon kompozitlerde, çoğunlukla karbon fiberleri, dolgu karbon bileşeni olarak tercih edilir. Karbon fiberleri arasındaki boşluk, esas gaz ya da sıvı durumdaki karbon hammaddesi emdirilerek doldurma işlemi yapılır. Bunlardan 'sıvı fazla doldurma (infiltrasyon) tekniği' çok yaygın olarak tercih edilmektedir. 'Gaz fazı ile doldurma (infiltrasyon) yöntemi', daha çok bir kaç cm kalınlığa varan ince cidarlı parçalara kullanılmakta, buna rağmen kalın parçaların üretilmesinde sıvı faz ile doldurma tercih edilir [24].

7. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalarda karbon verimi yüksek bir poliaromatik hidrokarbon olan, aynı zamanda bağlayıcı özelliğe sahip Carbores P (Rütgers Basic Aromatics GmbH) tozları kullanılmış olup ilerleyen aşamalarda grafit gibi (1-10 μm partikül boyut dağılım aralığına sahip) çeşitli dolgu ve diğer takviye malzemelerle karbon kompozit numuneler üretilmiştir. Grafit tozlarının matristeki dolgu oranları %25, %50 ve %75 şeklindedir. Hazırlanan karışım soğuk eksenel pres yardımıyla şekillendirilmiştir. Kalıplanmış numuneler 900 °C'ye varan sıcaklıklarda karbonize edilmiştir. Elde edilen kompozitlere SiC partikülleri içeren süspansiyon ile EPD infiltrasyonu yöntemi uygulanmış ve SiC partiküllerinin karbon malzeme içerisindeki gözeneklere infiltre olması hedeflenmiştir. Kurutulan numuneler furfuril alkol ile sıvı faz infiltrasyonundan geçtikten sonra polimerize edilmiş ve tekrardan karbonizasyon ile ısıl işlemi yapılmıştır. Deneysel çalışmalar sonucu üretilen malzemeler Arşimed prensibi ile yoğunluğu ölçülmüş, sertlik ve aşınma testleri yapılmış ve elde edilen malzemelerin optik mikroskop ve SEM'de görüntüleri incelenmiştir.

7.1. Carbores P

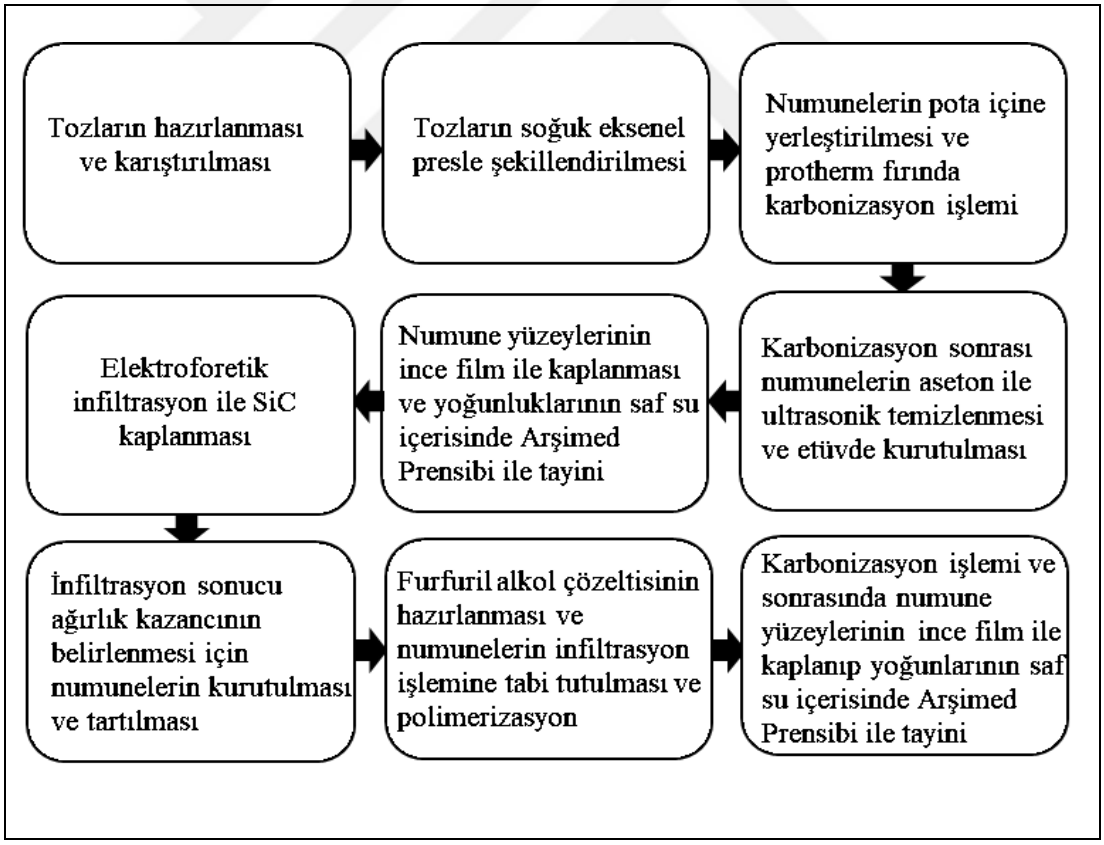
Carbores P adını Rütgers (Almanya) firmasının ürün gamındaki karbon esaslı bir reçineden alır ve CTP ürünlerinin ve fenolik reçinelerin avantajlarını birleştiren özel olarak değiştirilmiş bir CTP ürünü ailesidir. Pelet veya toz halde 200 °C üzerinde ergime noktasına sahip karbon ürünlerde yüksek sıcaklık bağlayıcısıdır. Toz reçineler ve zift yerine kullanılabilir ve grafitleşebilir yapıdadır. Karbon kaynağı ve bağlayıcı olarak kullanılan Carbores P standart zift esaslı aromatik hidrokarbonlara (10.000 ppm) göre daha az miktarda (300 ppm) kanserojen polisiklik aromatik hidrokarbon içerir. Tablo 7.1' de Carbores P ye ait özellikler gösterilmiştir [25].

Tablo 7.1. Carbores P özellikleri

Bağlayıcı	Carbores P (toz)
Camsı geçiş sıcaklığı [°C]	213
Kok değeri (ISO 6998) [%]	85.5
Benzoapiren içeriği [mg/kg]	300
Granülometri (< 200 μm) [%]	90

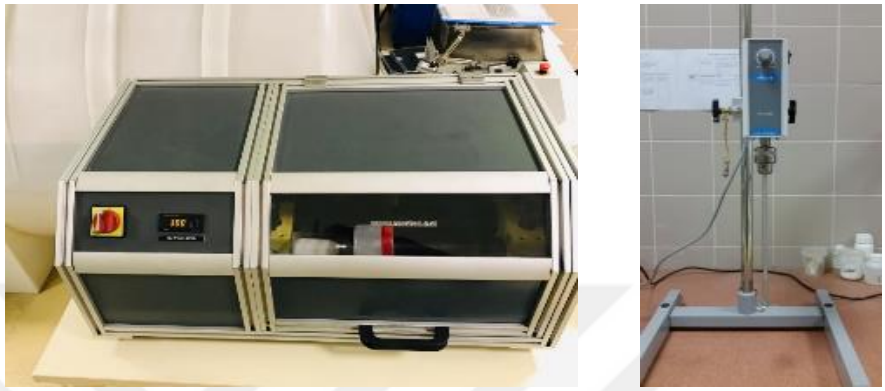
7.2. Karbon Malzemelerin Üretimi

Çalışmalar kapsamında öncelikli olarak karbon malzeme üretimi için Carbores P tozları soğuk eksenel preslenmiştir. Carbores P tozlarına takviye edilen grafit tozları da aynı parametreler ile şekillendirilmiştir. Şekil 7.1. de üretim akış şeması gösterilmiştir.



Şekil 7.1. Karbon malzeme üretimi akış şeması

Toz karışımları Toz Metalurjisi Laboratuvarında bulunan mekanik karıştırıcı cihaz ile kuru halde yapılmıştır. Karıştırmada zirkonya bilyalar kullanılmıştır. Bazı numunelerde ise saf su ile süspansiyon halinde karıştırmalar mikser tipi karıştırıcı (homojenizatör) ile yapılmıştır. İlgili cihazlara ait görseller Şekil 7.2.'de verilmiştir.



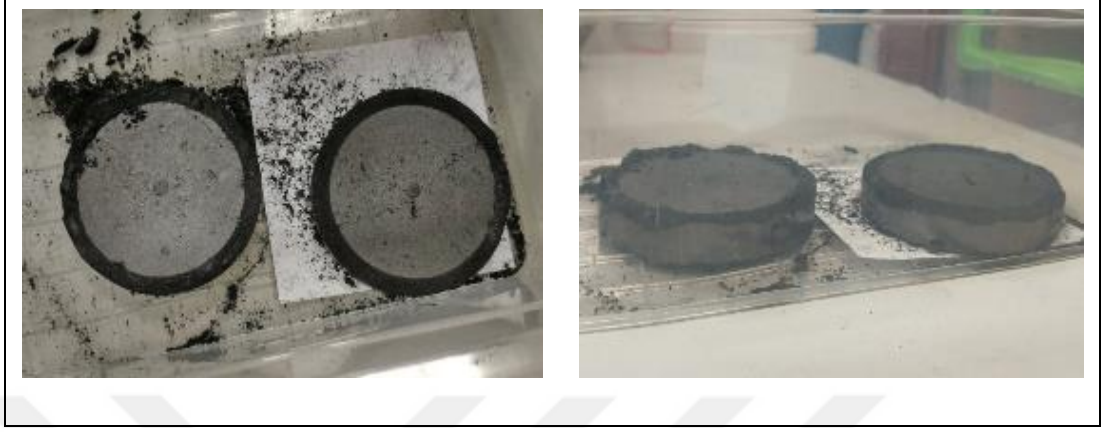
Şekil 7.2. Mekanik karıştırıcı ve homojenizatör



Şekil 7.3. Hidromode soğuk eksenel pres kalıp ve teknik resmi

Hidrolik sistemle hareket ettirilen pres cihazı kalıp parçalarının konum ayarları için detaylı bir çalışma gerektirmiştir. Hidromode firmasından teknik destek alınarak tek eksenli üstten tahrikli pres cihazının üst kısımdaki koç mesafesi, koç baskı gücü, koç stoper pozisyonu gibi çeşitli parametrelerin yanı sıra alt kalıp stoper ayarı, parça çıkarıcı hareket mesafe ayarı gibi pek çok parametrenin doğru ayarlanması

sağlanmıştır. Ham mukavemete sahip Carbores P hammaddesinden preslenen numunelerden görseller Şekil 7.4'de verilmiştir.



Şekil 7.4. Preslenmiş 60 mm çapındaki Carbores P numuneleri

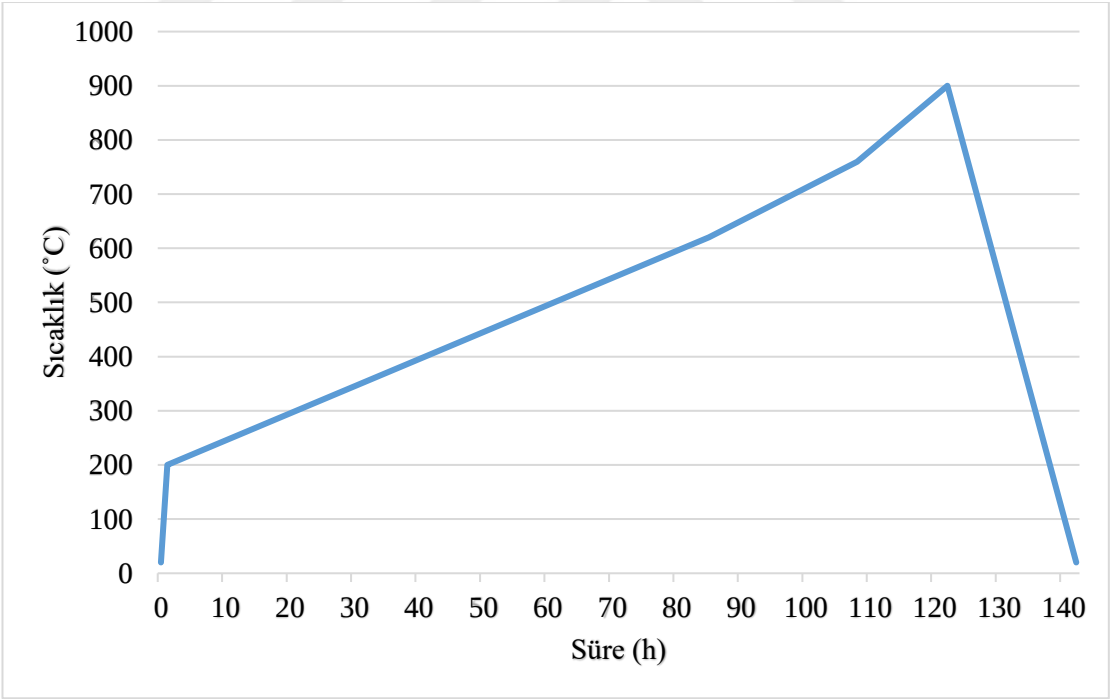
Numunelerin yan duvar kısımları kalıp içerisinde bulunan tozların kalıp içerisinde akış özelliklerinin yetersiz olması nedeniyle bütün halde elde edilememektedir. Aynı zamanda yaş mukavemetin yan duvarlar ve taban arasındaki bağlanma için yetersiz olduğu düşünülmektedir. Projenin ilerleyen aşamalarında ilave bağlayıcı takviyeler yapılmıştır.

Preslenenen numuneler karbonizasyon işlemi için içi aktif karbonla doldurulmuş grafit bir potaya gömülmüştür ve kapak kısmı refrakter bir parçayla kapatılıp havadaki oksijen ile etkileşime girmesi engellenmiştir. Karbonizasyon organik prekürsörün, tamamı karbon olan bir malzemeye dönüştüğü prosese denilir. Prekürsör redükleyici ve inert bir atm'de yavaşça ısıtılır. Bu proseste uçucu bileşenler karbon yapıyı terk eder. Uçucu bileşenlerin difüzyonu kritik bir aşamadır ve karbon ağının parçalanmaması ve ayrılmaması için yavaşça yapılmalıdır. Dolayısıyla karbonizasyon yavaş bir prosestir. Nihai ürünün bileşimine, prekürsörün tipine, malzemenin kalınlığına ve diğer faktörlere (sıcaklık vb.) bağlı olarak büyük değişim gösterir. Karışık bir prosestir ve pek çok reaksiyon aynı anda meydana gelebilir. Karbonize malzeme amorf veya pişmiş karbon olarak da adlandırılır. Amorf karbon sert, abrazyon dirençli, kırılgandır ve düşük ısıl ve elektriksel iletkenliğe sahiptir.



Şekil 7.5. Grafit pota ve içerisine parçaların gömüldüğü halde karbonizasyona hazır haldeki görünümü

Karbonizasyon işlemleri Protherm marka fırında gerçekleşmiştir. Karbonizasyon işleminin zamana bağlı sıcaklık çevrimi Şekil 7.6'da verilmiştir.



Şekil 7.6. Karbonizasyon işlemi, zamana bağlı sıcaklık değişimi

Karbonizasyon işlemi ile 900 °C ye çıkılmış ve bu süreç toplamda 123 saat almıştır ve oda sıcaklığına soğuması beklenmiştir. Görece uzun bir çevrime sahip olduğu için yüksek sıcaklıkta ayrıca tutma aşaması ve süresi planlanmamıştır. Bu işlem sonrası

potadan numuneler tek tek çıkartılıp ve yine tek tek ultrasonik karıştırıcıda aseton çözeltisi içerisinde karıştırılmıştır. Bu işlem her numune için üç kez tekrarlanmış ve toplamda 6 dakika sürmüştür. Bileşenler yapıyı terk ettikten sonra kurutulmak üzere numuneler etüve konulmuştur. Etüv sıcaklığı 70 °C olarak ayarlanmıştır.

Etüvde kurutulan numunelerin yoğunlukları Arşimed prensibi ile saf su içerisinde ölçülür. Numune içine su sızmasını önlemek amacıyla numunelerin etrafı polimer bir malzeme ile ince bir film oluşturmak üzere kaplanmıştır. Yoğunluk ölçümü için hassas terazi kullanılır, denge ayarları yapılır. Kısa kafesin içine yoğunluğu ölçülecek olan numune konulur. Bu numunenin ağırlığı tartılarak Gh bulunur. Aynı cisim bu defa saf su içerisine aynı şekilde daldırılarak tartılır, böylece Gs ağırlığı tespit edilir. Yoğunluk (ρ) hesabı Denklem 7.1'de verilmiştir;

$$\rho = Gh / (Gh - Gs) \quad (7.1)$$

7.3. Elektroforetik İnfiltrasyon

Karbonize edilmiş numunelerin yoğun gözenek içermesi, bu gözeneklilik oranının çoklu infiltrasyon teknikleri yerine daha az adımda ve daha etkili bir şekilde takviye edilmesini sağlamak amacıyla SiC'ün elektroforetik infiltrasyon işlemi yapılmıştır.

SiC içeren infiltrasyon çözeltisi hazırlanırken izopropil alkol, n-propanol vb. içerisine değişen konsantrasyonlarda SiC tozu ilave edilerek çeşitli yüzey aktif maddeler (SDS, sodyum poliakrilat, polivinil alkol) ile çözeltinin uygun yüzey elektrik yük dengesine ulaştırılması amacıyla ultrasonik karıştırıcı ile veya yüksek devirli mekanik karıştırıcı ile karıştırma yapılmıştır. Optimum koşulların sağlanabilmesi için öncelikle metalik elektrotlar ile kaplama yapılmış ve proses koşulları uygun hale getirilmeye çalışılmıştır. Süspansiyon içerisindeki partiküllerin yüzey elektrik yük dengelerinin zeta potansiyeli ölçülerek belirlenmesi kararlı bir süspansiyon için önem arz etmektedir. Zeta potansiyel ölçümü yapılamadığı durumda ise deneysel çalışmalar sedimentasyon deneyi yapılarak devam ettirilmiş ve süspansiyon için uygun konsantrasyon ve karıştırma yöntemi belirlenmiştir. Optimize edilen süspansiyon ile bir elektrot karbon ve karşıt elektrot paslanmaz çelik olarak kullanılarak ikili elektrot sistemi ve kaplamanın yapılacağı elektrot karbon olmak üzere karşıt elektrot olarak iki

paslanmaz çelik kullanılarak üçlü elektrot sistemi ile kaplama ve infiltrasyon çalışmaları yapılmıştır.

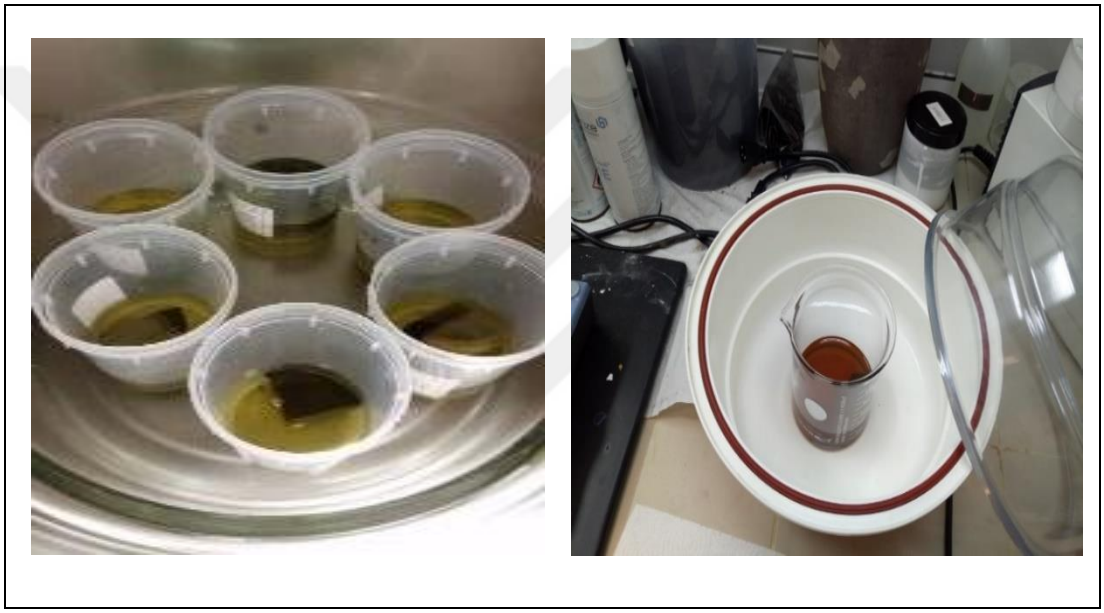
Elektroforetik infiltrasyon için ön çalışmalar ikili elektrot sistemi ile 25×25×2,5 mm boyutlarında 316 L paslanmaz çelik levhalar kullanılarak yapılmıştır. Levhaların yüzeyinde kaplama tabakasının tutunabilmesi için yüzeyleri 320 numaralı zımpara ile zımparalanarak pürüzlendirilmiş ve aseton ile temizlenmiştir. Elektrotların konumu karşılıklı ve aralarındaki mesafe 20 mm'dir. İşlem oda sıcaklığında yapılmış olup, doğru akım güç kaynağı olarak TT Technic RXN-3010D marka cihaz kullanılmıştır ve elektrik devreleri seri olarak bağlanmıştır. SiC içeren infiltrasyon çözeltisi hazırlanırken izopropil alkol, n-propanol vb. içerisine değişen konsantrasyonlarda SiC tozu ilave edilerek çeşitli yüzey aktif maddeler ile çözeltinin uygun yüzey elektrik yük dengesine ulaştırılması amacıyla ultrasonik karıştırıcı ile veya yüksek devirli mekanik karıştırıcı ile 1 saat karıştırılmıştır. Dikkat edilecek diğer husus ise çözelti pH değeridir. Kaplamanın levha üzerinde homojen bir şekilde oluşabilmesi için çözeltinin zaman içerisinde homojenitesinin değişmemesi, içeriğindeki SiC partiküllerinin yüzeylerinin uygun şekilde yüklenerek partiküllerin çözelti ortamında askıda kalması ve bu sürecin kaplama süresi boyunca devam etmesi gerekmektedir. Kaplama süresince yapılan düşük rpm değerlerindeki karıştırma çözeltinin homojenitesi açısından avantaj sağlamakta, SiC partiküllerinin çökelmesini engellemektedir. Ancak elektrik alanın etkisi ile levha yüzeyine kaplanmış olan partiküllerin zaman içerisinde yüzeyden uzaklaşmasına neden olabilmektedir. Sonuç olarak çözeltinin pH'ı, çözelti hazırlanması sırasında uygun karıştırma yöntemi, kaplama voltajı ve süresinin optimizasyonu için çalışılmıştır.

7.4. Furfuril Alkol İnfiltrasyonu

Elektroforetik infiltrasyon ile yüzeyine SiC kaplanan karbon numuneler etüvde kurutularak ağırlık değişimleri belirlenmiştir. Bu aşamadan sonra numunelerin yoğunluklarının arttırılması için furfuril alkol ile infiltrasyon işlemi yapılmıştır. Gözenekli malzemeler için furfuril alkol çözeltileri, uzun saklama ömrüne sahip olmalı ve kürlendiğinde yüksek karbon verimi sağlamalıdır. Düşük viskoziteye sahip bu çözelti, karbon gibi gözenekli malzemelerin kimyasal dirençlerini arttırmak ve mekaniksel özelliklerini geliştirmek için kullanılmaktadır. Literatürde yapılan

çalışmalarda %28.2 lik poroziteye ve 1.35 g/cm^3 yoğunluğa sahip karbon malzemeye furfuril alkol infiltrasyonu ile görünen porozite %9.8 e düşmüştür. Bu işlem ikinci kez tekrarlandığında ise %1.6 gözenek ve 1.68 g/cm^3 yoğunluğa ulaşılmıştır [26].

Furfuril alkol çözeltisi 10 gr su, 10 gr $C_4H_6O_6$ (tartarik asit) ve 180 ml furfuril alkol karıştırılarak hazırlanmıştır. Plastik kaplara eşit miktarlarda koyulan çözeltilerin içine numuneler bırakılmış ve vakumlu ortam sağlanabilmesi için Şekil 7.7'deki gibi bir desikatör kullanılmıştır. Vakum pompasına bağlı olan desikatör etüv içerisine yerleştirilmiş, 100˚C'de 24 saat polimerizasyon işlemi devam ettirilmiştir.



Şekil 7.7. Numunelerin furfuril alkol polimerizasyonu için plastik kaplara koyulması ve desikatör içine yerleştirilmesi

Polimerize edilen furfuril alkolün karbonizasyonu için Şekil 7.8'de verilen sıcaklık çevrimi uygulanmıştır. Buradaki çevrim, Şekil 7.6'da verilen ilk karbonizasyon çevriminden süre olarak daha kısadır.



Şekil 7.8. Polimerizasyon sonrası karbonizasyon için kullanılan sıcaklık çevrimi

7.5. Numune Hazırlama

Numuneler yarı saydam bakalit kalıplara alınmış ve sulu ortamda zımpara ile yüzeyleri düzleştirilmiştir. 320-600-1200 ve 2500 numaralı zımparalar kullanılarak yüzey hazırlama işlemi yapılmıştır.

7.6. Sertlik Deneyleri

Numunelerin sertlik ölçümleri Zwick/Roell marka makro Vickers sertlik cihazı ile ölçülmüştür. Uygulanan yük 1 kg-f olarak seçilmiştir. Sertlik sonuçları Olympus marka ışık mikroskobu üzerinde iz ölçümü ile hesaplanmıştır.

7.7. Aşınma Deneyleri

Aşınma deneyleri için Nanovea marka ball-on-disk tipi tribometre kullanılmıştır. Kuru sürtünme aşınma deneylerinde kullanılan test parametreleri Tablo 7.2'de verilmiştir.

Tablo 7.2. Aşınma Deney Parametreleri

Yük (N)	Bilya		Aşınma İzi yarıçapı (mm)	Sıcaklık	Atmosfer	Kayma	
	Malzemesi	Çapı (mm)				Hızı (m/s)	Mesafe (m)
1,0	100Cr6	3,0	4,3	Oda sıcaklığı	Hava	0,012	50

7.8. Optik Mikroskop İncelemeleri

Numunelerin aşınma deneyi sonrası aşınma bölgesi incelemeleri ve aşınma iz genişliklerinin ölçümü ile sertlik deneyi sonrası sertlik izlerinin ölçümü Olympus marka ışık mikroskobu ile yapılmıştır.

7.9. Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) İncelemeleri

Numunelerin mikroyapısal karakterizasyonu Jeol JSM 6060 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile ve elemental analizler Enerji Dağılımlı X-Işını Analizi (EDX) ile yapılmıştır.

8. BULGULAR VE TARTIŞMA

Carbores P numuneleri önce takviyesiz preslenmiş ve daha sonra iki adet numuneye kısa fiber ve kumaş fiber takviyesi yapılmıştır (A1;A3). Karbonizasyon işlemi sonucunda numunelerden oldukça düşük yoğunluk elde edilmesi nedeniyle ilerleyen işlemlerde yoğunluğun arttırılabilmesi için grafit tozlarının dolgu amaçlı karışıma eklenmesine karar verilmiştir (B1;B2). Matrise yapılan grafit dolgu katkısı ile Carbores P bileşeninin kendi bağlayıcı özelliği, sıcak şekillendirme yapılmadığından tüm matris için yeterli olamayacağı düşünülerek preslemede yaş mukavemetin elde edilebilmesi için ilgili numunelere ilk denemelerde polivinil alkol (PVA) bağlayıcı olarak ilave edilmiştir (C1;C2). Numunelere yapılan grafit takviye oranı belirleyebilmek için hazırlanan numunelerde %25 grafit ve %50 grafit oranları denenmiştir. Sonraki denemelerde bağlayıcı olarak PVA yerine gliserol %1 oranında karışımlara ilave edilmiştir. Bu aşamada toz karışımları mekanik karıştırıcıda karıştırıldıktan sonra %1 gliserol içeren saf su ilavesi yapılmış ve tozların daha kolay preslenmesi ve presleme sonrası yaş mukavemetlerini koruyabilmeleri için bilyasız olarak karıştırılarak pelet haline gelmesi sağlanmıştır. Yüksek oranda su içeren peletlerin %1-3 civarında nemlilik oranına ulaştırılabilmesi için peletler ağırlık kaybı takibi yapılarak etüvde kurutulmuştur. Kurutulan peletlerin görünümü Şekil 8.1'de verilmiştir. Peletlerin preslenmesi ile hazırlanan numuneler karbonize edilmiş ve özellikleri incelenmiştir (D1;D2).



Şekil 8.1. Pelet haline getirilen presleme karışımı

Pelet haline getirilerek preslenen numunelere %1 oranında yapılan gliserol ilavesinin optimum değerinin bulunabilmesi için ise %1, 3 ve 5 oranlarında gliserol içeren numuneler hazırlanmıştır. Bu grup numunelerin hazırlanmasında ise toz karışımları 250 ml saf su ile bir süspansiyon haline getirilmiş, bu süspansiyona gliserol ilaveleri yapılmış ve karışımlar mikser tipi karıştırıcı ile karıştırıldıktan sonra etüvde kurutma işlemi yapılmıştır. İlave edilen su kurutularak uzaklaştırıldıktan sonra, toz karışımları ile hazırlanan numuneler preslenmiş ve karbonizasyon işlemi yapılmıştır (E1-E6).

Karbonizasyon işleminden sonra tüm numuneler etanol ile ultrasonik banyoda temizlenmiş ve kurutulmuştur. Tablo 8.1'de verilen numune yoğunlukları Arşimed prensibi ile ölçülmüştür. Tüm numuneler yoğunlukları ve bütünlüğünü koruyabilmeleri açısından incelenmiştir.

Tablo 8.1. Karbon numuneler ve özellikleri

No	**İçerik ve Takviye Oranı**	**Karıştırma ve Açıklama**	**Yoğunluk (g/cm^3)**
A1	Carbores P %2 kısa fiber		
A2	Carbores P		
A3	Carbores P Tek tabaka kumaş fiber		
A4	Carbores P		
B1	%75 Carbores P %25 Grafit	Tozlar mekanik karıştırıcı ile karıştırıldı	
B2	%75 Carbores P %25 Grafit %7,7 kısa fiber	Tozlar mekanik karıştırıcı ile karıştırıldı	
C1	%50 Carbores P %50 Grafit %4,8 PVA	Tozlar mekanik karıştırıcı ile karıştırıldı	
C2	%50 Carbores P %50 Grafit %8,3 kısa fiber %5 PVA	Tozlar mekanik karıştırıcı ile karıştırıldı	

Tablo 8.1. (Devam) Karbon numuneler ve özellikleri

No	İçerik ve Takviye Oranı	Karıştırma ve Açıklama	Yoğunluk (g/cm^3)
D1	%50 Carbores P %50 Grafit % 1 Gliserol	Tozlar mekanik karıştırıcı ile karıştırıldı, pelet yapıldı ve peletler etüvde kurutuldu - 60 g numune preslendi	
D2	%50 Carbores P %50 Grafit % 1 Gliserol	Tozlar mekanik karıştırıcı ile karıştırıldı, pelet yapıldı ve peletler etüvde kurutuldu - 80 g numune preslendi	
E1	%50 Carbores P %50 Grafit % 1 Gliserol	Tozlar sulu süspansiyon halinde mikser karıştırıcı ile karıştırıldı ve etüvde kurutuldu - 75 g numune preslendi	1,281
E2	%50 Carbores P %50 Grafit % 3 Gliserol	Tozlar sulu süspansiyon halinde mikser karıştırıcı ile karıştırıldı ve etüvde kurutuldu- 65 g numune preslendi	1,232
E3	%50 Carbores P %50 Grafit % 5 Gliserol	Tozlar sulu süspansiyon halinde mikser karıştırıcı ile karıştırıldı ve etüvde kurutuldu – 65 g numune preslendi	1,155
E4	%75 Carbores P %25 Grafit % 1 Gliserol	Tozlar sulu süspansiyon halinde mikser karıştırıcı ile karıştırıldı ve etüvde kurutuldu- 80 g numune preslendi	1,092
E5	%75 Carbores %25 Grafit %3 Gliserol	Tozlar sulu süspansiyon halinde mikser karıştırıcı ile karıştırıldı ve etüvde kurutuldu- 80 g numune preslendi	1,06
E6	%75 Carbores %25 Grafit %5 Gliserol	Tozlar sulu süspansiyon halinde mikser karıştırıcı ile karıştırıldı ve etüvde kurutuldu- 80 g numune preslendi	1,028
F1	%25 Carbores %75 Grafit %1 Gliserol	Tozlar sulu süspansiyon halinde mikser karıştırıcı ile karıştırıldı ve etüvde kurutuldu- 80 g numune preslendi	1,406
F2	%25 Carbores %75 Grafit %3 Gliserol	Tozlar sulu süspansiyon halinde mikser karıştırıcı ile karıştırıldı ve etüvde kurutuldu- 80 g numune preslendi	1,395

Tablo 8.1. (Devam) Karbon numuneler ve özellikleri

No	İçerik ve Takviye Oranı	Karıştırma ve Açıklama	Yoğunluk (g/cm^3)
F3	%25 Carbores %75 Grafit %5 Gliserol	Tozlar sulu süspansiyon halinde mikser karıştırıcı ile karıştırıldı ve etüvde kurutuldu- 80 g numune preslendi	1,343

Tabloda bilgileri verilen numunelerden yalnız Carbores P ile hazırlanan A grubu numuneleri incelendiğinde yoğunlukların oldukça düşük olduğu görülmüştür. Dolu bir malzeme özelliklerini sağlayamayan numuneler köpük formunda elde edilmiştir. Bunun nedeni Carbores P'nin yapısında karbonizasyon işleminde uçucu bileşenlerin yapıdan uzaklaşması ve oldukça büyük boyutlarda makro gözeneklere sahip olmasıdır. A1 ve A3 fiber takviyeli numunelerde biraz yoğunluk artışı olmasına rağmen beklenen değerlerin uzağındadır ve fiberlerin matris içinde bütünlük oluşturamadığı gözlemlenmiştir.

Numune yoğunluklarını grafit takviyesi ile arttırabilmek için matrise yapılan %25 ve %50 oranlarında grafit takviyesi yoğunluklarda artış sağlamıştır. Burada grafitin matrise takviye ve dolgu amacıyla kullanılmasının karbon malzeme özelliklerine katkı sağlayacağı düşünülebilir. Fiber takviyesi yapılan numunelerin ise fiber takviyesi ile bütünlüğünü koruyamadığı ve fiberlerin matrise tutunamadığı görülmektedir. Benzer durumda olan C2 no'lu numune ise PVA ilavesi yapılmış şekilde üretilmiştir. Bu numunenin bütünlüğünü daha iyi koruyabildiği görülmektedir. Fiberler ve karbon matrisin arayüzey tutunmasının incelenmesi detaylı bir çalışma olup, parametre çeşitliliğinin gerekli numune sayısını çok fazla artırması, sınırlı zaman ve hammadde stoğu ile çalışılması zorunluluğu gibi nedenlerle bu tezin haricindeki başka bir çalışmanın konusu olması gerektiği kararlaştırılmıştır. Öncelikle matrisin geliştirilmesi amacıyla fiber takviyesiz ancak EPD ile SiC partikül takviyesi sağlanmış numuneler ile çalışmalara devam edilmiştir.

B1;B2 ve C1;C2 no'lu numunelerin yoğunluk ve parça bütünlüğü açısından özelliklerinin yetersiz olması nedeniyle ilerleyen çalışmalarda tozlar pelet haline getirilmiştir. %1 gliserol içeren saf su ilavesi yapılmış numunelerde tozların daha kolay preslenmesi sağlanmıştır. Tablo 8.1'de verilen D1 ve D2 no'lu numuneler kendi içerisinde incelendiğinde preslenen pelet miktarı arttıkça numunelerin nihai yoğunluk

ve parça bütünlüğünün daha iyi olduğu tespit edilmiştir. D1 no'lu numune karbonizasyon sonrası ultrasonik olarak temizlenmiş ve sonrasında tabakalara ayrıştığı görülmüştür. Pres kalıbına tek şarj karışım kütlesi 80 g olarak hazırlanan aynı içerikli D2 numunesinin ise yoğunluk değeri istenilen değerlerin altında olmasına rağmen parça bütünlüğü açısından çok kompakt bir yapı gösterdiği için SiC infiltrasyonu yapılmış, polimerize ve karbonize edilerek SEM' de incelenmiştir.

Gliserolün numunelerde bağlayıcı olarak kullanılmasının numune özelliklerine avantaj sağladığı görülmüştür. Gliserolün buharlaşma noktası (290 ºC, 1 atm) karbonizasyon sıcaklığından oldukça düşük olduğu için karbonizasyon sonrasında numune yapısından gliserol tamamen uzaklaşmaktadır. Gliserol numunelerde ham mukavemet sağlamakta kalıp içerisinde numunelerin akış özelliklerini iyileştirmektedir. Gliserolün pelet numuneler haricinde preslenecek tozların yüzeylerine homojen olarak dağılıp her partikülün birbirine bağlanma özelliklerinin iyileştirilmesi için E1-E3 numaralı numunelerde grafit ve Carbores P tozları 250 ml saf su ile bir süspansiyon haline getirilmiş, bu süspansiyona gliserol ilavesi yapılmıştır. Karışımlar mikser tipi karıştırıcı ile karıştırıldıktan sonra etüvde kurutma işlemi yapılmıştır. İlave edilen su kurutularak uzaklaştırıldıktan sonra, toz karışımları ile hazırlanan numuneler preslenmiş ve karbonizasyon işlemi yapılmıştır. Uygun gliserol oranının belirlenebilmesi için ağ.-%1, 3 ve 5 oranlarında ayrı ayrı hazırlanan numuneler preslenmiştir. Numunelerden % 3 gliserol içeren E2 numaralı numunede parça bütünlüğü iyi gözükse de yoğunluk açısından E1 numunesinden düşük değer hesaplanmıştır. %5 gliserol içeren numunede parça geometrisinin oldukça bozulduğu, ultrasonik temizleme sonrasında numuneden ağırlıkça kayıp olduğu bilgileri elde edilmiştir. Karbonizasyon işleminde sıcaklık arttıkça malzemede belirli bir hacim kaplayan gliserol buharlaşarak yapıdan uzaklaştığı için numune hacminde gözeneklerin oluşmasına neden olabilmektedir. Bağlayıcı olarak kullanılan gliserolün %1 oranında kullanılmasının uygun olabileceği düşünülmektedir. Ağ.-%1.0'ın altındaki karışım oranları yine zaman kısıtlılığı ve numune çeşitliliğinin çok artması nedeniyle diğer çalışmalara konu olarak bırakılması kararlaştırılmıştır. E4-E6 numunelerinde grafit miktarı %25'e düşürülerek %1, 3 ve 5 gliserol katkılı olarak hazırlanmış fakat numunelerin parça bütünlüğünü koruyamadığı ve partiküllerin karbonizasyon sonrası numuneden sürekli uzaklaştığı görülmüştür.

İstenilen yoğunluk değerlerine ulaşılamaması sebebiyle grafit oranı %75 ve %1, 3 ve 5 oranlarında gliserol içeren F1-F3 grubu numuneler hazırlanmıştır. Hem yüzey olarak daha kompakt bir yapı elde edildiğinden hem de yoğunlukları daha önce hazırlanan 16 farklı numuneden yüksek değerlere sahip olduğundan çalışmanın devamının %75 grafit %25 Carbores P ve gliserol katkılı numuneler ile yürütülmesine karar verilmiştir.

Tüm numunelere bakıldığında ilk grup numunelerden A2 numaralı numune yüksek gözeneklilik oranına sahip olduğu için elektroforetik infiltrasyon için uygun parametrelerin araştırılması süresince kullanılmıştır.

Elektroforetik infiltrasyon için ön çalışmalar ikili elektrot sistemi ile bir tarafta kaplanacak numune ve karşısında 316L paslanmaz çelik olarak yapılmıştır. Başlangıçta yapılan deneylerde kaplama ile ağırlık kazancı oldukça düşük çıkmıştır. Kaplama parametrelerinin tamamında kaplama performansını etkileyen parametrenin kaplama çözeltisinin kararlı olmaması olduğu düşünüldüğünden, kaplama parametreleri ve çözeltinin kararlılığı açısından daha avantajlı sonuçlar elde edilebilmesi amacıyla çözeltiler ile sedimentasyon deneyleri yapılmıştır.

İzopropil alkolün çözücü olarak kullanıldığı çalışmalarda SiC partiküllerinin çökelme eğiliminde olması ve çözelti içerisindeki elektrik alandan akım geçmesi nedeniyle kaplamalar başarısız olmuştur. Alkollere nazaran yüksek dielektrik sabitine sahip olması ve dispersant ile uyumlu özellik göstermesi sebebiyle saf suyun süspansiyon sıvısı olarak kullanılmasına karar verilmiştir. Çözelti bilyalı değirmende 2 saat süre ve 250 rpm devirde karıştırılmıştır. Saf su ile hazırlanan %1 SiC içeren bu çözeltiye yüzey elektrik yük dengesini değiştirebilmesi amacıyla 0,5 g sodyum poli akrilat ilave edilmiştir. Çözelti hazırlamada ilave edilen kimyasalların sıralaması da önem arz ettiği için öncelikle 100 ml saf su içerisine 0,5 g sodyum poli akrilat ilave edilmiş ve en son SiC partikülleri eklenmiş, bilyalar ilave edilmiş ve plastik bir kap içerisinde çözelti karıştırılmıştır. Saf su ile yapılan sedimentasyon deneyine ait sonuçlar Tablo 8.2'de verilmiştir.

Tablo 8.2. Saf su ile hazırlanan (%1 SiC içeren saf su ve 0,5 g sodyum poliakrilat içeren) kaplama çözeltisi için sedimentasyon deneyleri

Günler	1	2	3
%1 SiC içeren saf su, 0,5 g sodyum poliakrilat			

Deney sonuçlarına göre ancak üçüncü günün sonunda süspansiyon içerisinde çok az çökelmeler olduğundan kaplama çalışmalarına bu süspansiyon ile devam edilmiştir. Yapılan kaplama çalışmalarına ait veriler Tablo 8.3'te verilmiştir. Elektroforetik infiltrasyon ile yüzeyine SiC kaplanan karbon numuneler etüvde kurutularak ağırlık değişimleri belirlenmiştir. Bazı numunelerde ağırlık kazancı olurken bazılarında ise kaplamaya rağmen ağırlıkta azalma meydana gelmiştir. Bunun nedeni uzun süren kaplama süreleri esnasında numunenin zayıf bölgelerinden parçaların kopması ile uzaklaşması olduğu düşünülmektedir. Kaplama çözeltisinin tabanında kaplama sonrası bu partiküller görülebilmiştir.

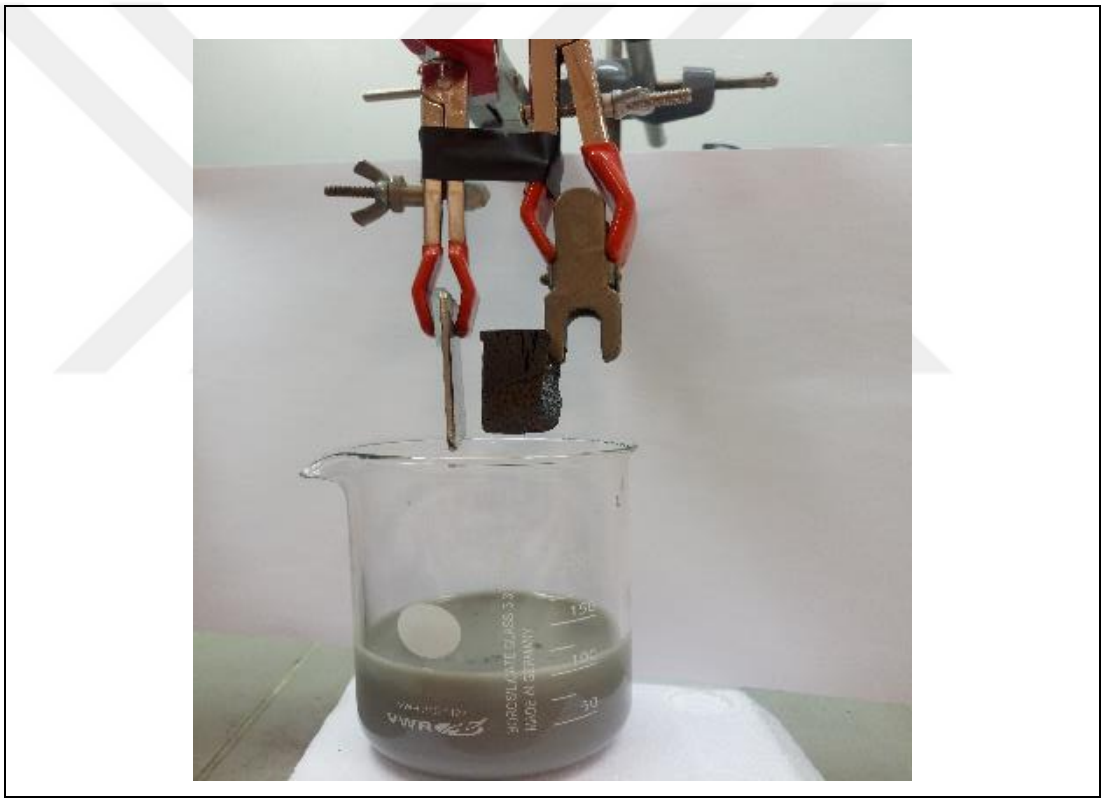
Tablo 8.3. EPI ile SiC kaplama yapılan numunelerin ağırlık değişimleri

Süre (dakika)	Gerilim (V)	Kaplama ile ağırlık kazancı (g)
5	30	0,0084
10	30	0,011
60	30	0,002

Tablo 8.3. (Devam) EPI ile SiC kaplama yapılan numunelerin ağırlık değişimleri

Süre (dakika)	Gerilim (V)	Kaplama ile ağırlık kazancı (g)
5	60	0,0125
10	60	0,042
30	60	0,0093
60	60	0,005
120	60	-0,0367

Tablodaki verilere dayanarak 10 dk / 60 V değerleriyle seçilmiş olan F1-F3 numunelerine elektroforetik infiltrasyon işlemi yapılmasına karar verilmiştir. Şekil 8.2'te çözelti ve elektrot malzemeleri gösterilmiştir.



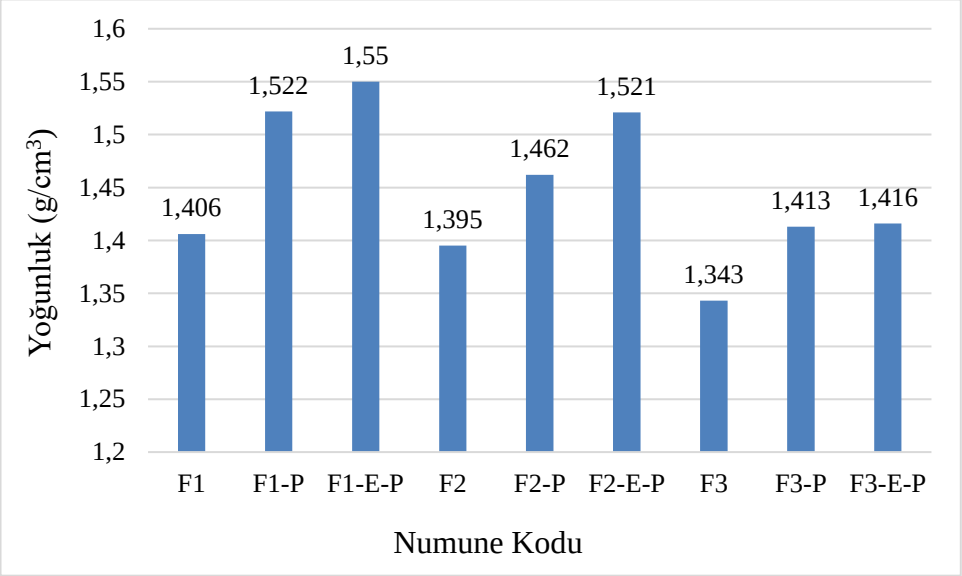
Şekil 8.2. Elektroforetik kaplama düzeneği

F1, F2 ve F3 numuneleri kontrol amaçlı olarak bırakılmış, F1-P, F2-P ve F3-P numunelerine furfuril alkol infiltrasyonu (polimerizasyon) ve karbonizasyon işlemleri devam ettirilmiş ve F1-E-P, F2-E-P ve F3-E-P numune grubuna da SiC ile elektroforetik infiltrasyon uygulanıp, polimerizasyon ve karbonizasyon çevrimleri tekrarlanmıştır. Uygulanan işlemler Tablo 8.4'te detaylandırılmıştır.

Tablo 8.4. Karbon numuneler ve yapılan işlemler

Numune Kodu	Birinci Karb.	SiC EPI	Furfuril Alkol İnf	İkinci Karb.	SiC EPI	2. Furfuril Alkol İnf	Üçüncü Karb.
F1	+						
F2	+						
F3	+						
F1-P			+	+		+	+
F2-P			+	+		+	+
F3-P			+	+		+	+
F1-E-P		+	+	+	+	+	+
F2-E-P		+	+	+	+	+	+
F3-E-P		+	+	+	+	+	+

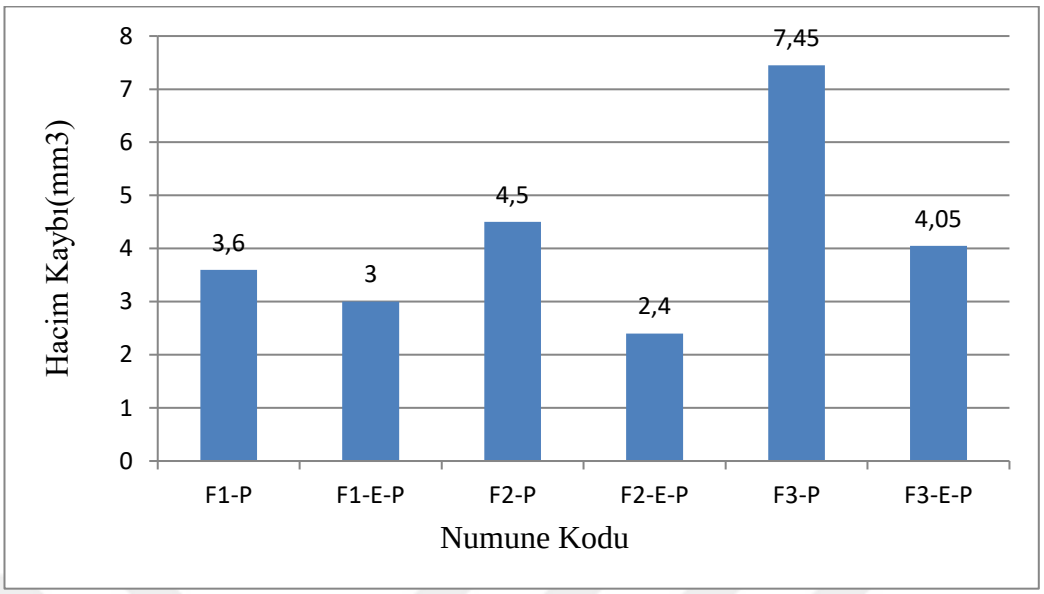
Şekil 8.3'te Tablo 8.4'te verilen numunelerin yoğunlukları kıyaslanmıştır. Her üç grup numunede de yoğunluk elektroforetik infiltrasyon işlemi ve karbonizasyon işlemi sonrası artış göstermiştir. En yüksek artış F1 grubunda F1-E-P numunesinde gerçekleşmiştir.



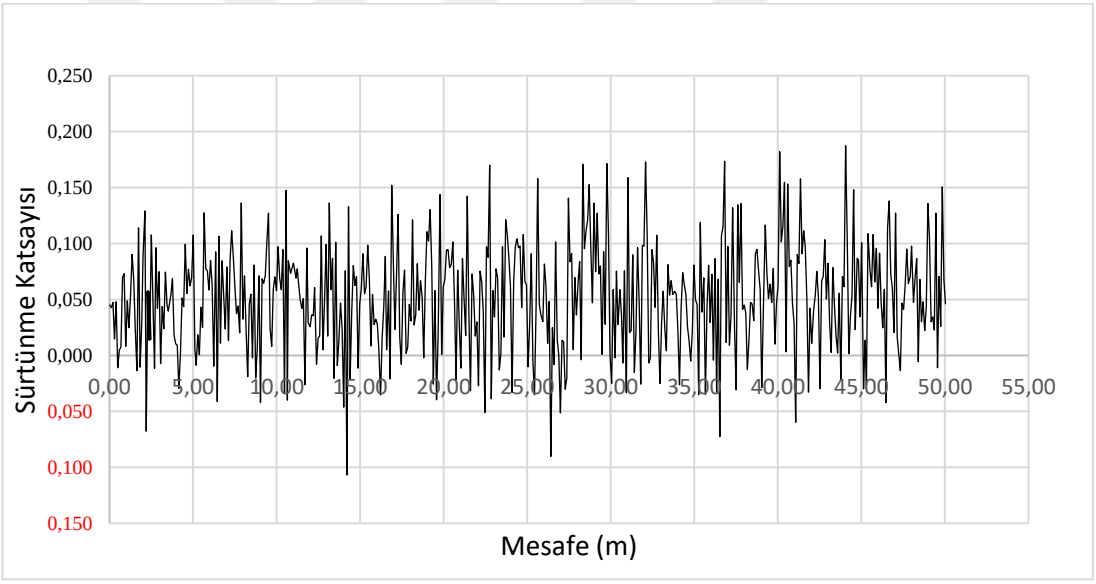
Şekil 8.3. Numunelerin yoğunluk değerleri

Şekil 8.4'te numunelerin aşınma kayıpları kıyaslanmıştır. SiC infiltrasyonu yapılan numunelerin sadece furfuril alkol infiltrasyonu yapılmış numunelere göre aşınma dirençleri daha yüksek çıkmıştır. En az aşınma kaybı F2-E-P numunesinde gerçekleşmiştir. F2-E-P ve F1-E-P numunelerine ait sürtünme katsayısı-mesafe diyagramları Şekil 8.5. ve Şekil 8.6' da verilmiştir. Bu diyagramlardan alınan verilere göre maksimum sürtünme katsayısı F2-E-P numunesi için 0,17; F1-E-P için 0,19 olarak hesaplanmıştır. Ortalama sürtünme katsayı değerleri ise F2-E-P için 0,036 iken F1-E-P numunesinde 0,051 olarak hesaplanmıştır. Bu değerleri de göz önünde bulundurarak ışık mikroskobunda aşınma izi genişlikleri ölçülerek yapılan hesaplamalarda F2-E-P numunesinin en az aşınan numune olduğu tespit edilmiştir (Şekil 8.7.). Kullanılan formül Denklem 8.1'de verilmiştir.

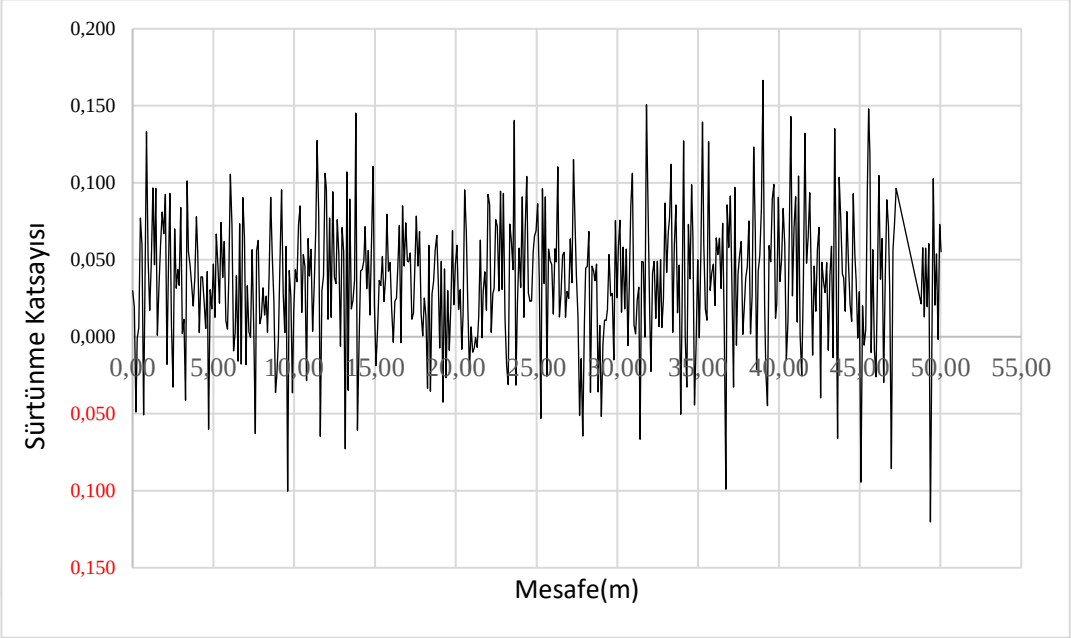
$$\text{Aşınma Kaybı}(mm^3) = \frac{\pi * \text{Aşınma iz yarıçap}(mm) * \text{Aşınma genişliği}(mm)^3}{6 * \text{Bilya yarıçapı } (mm)} \qquad (8.1)$$



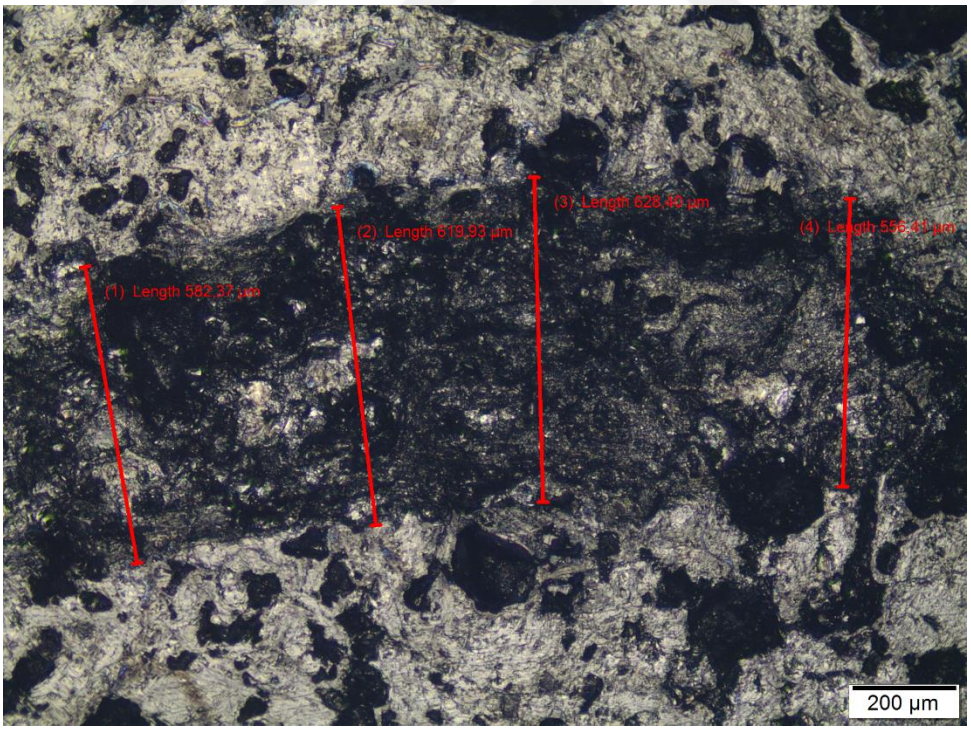
Şekil 8.4. Numunelerin aşınma kayıpları



Şekil 8.5. F1-E-P numunesi için sürtünme katsayısı-mesafe grafiği



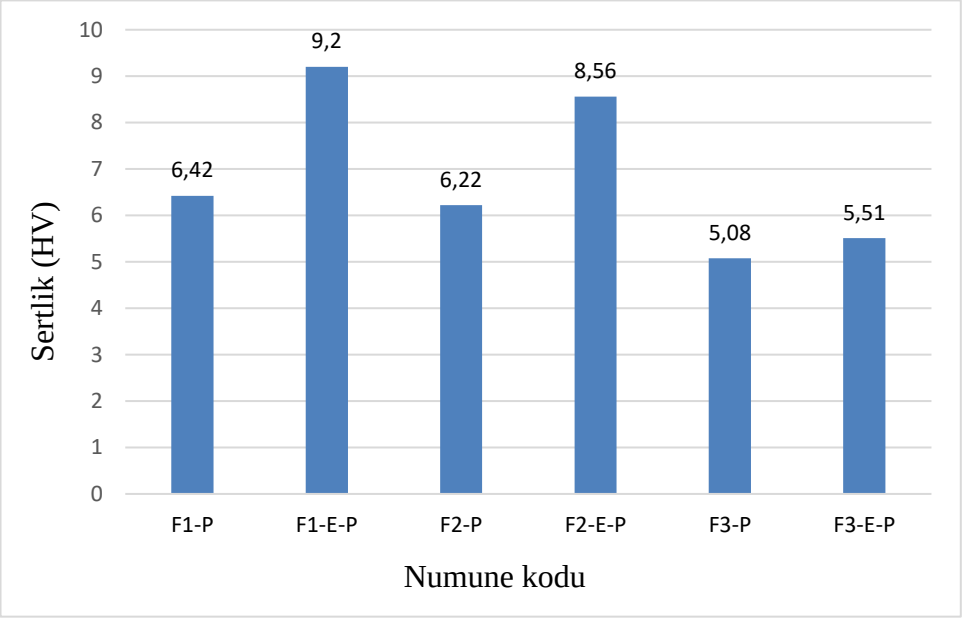
Şekil 8.6. F2-E-P numunesine ait sürtünme katsayısı-mesafe grafiği



Şekil 8.7. F2-E-P numunesinin ışık mikroskobunda 5x objektif ile aşınma iz genişliği ölçümü

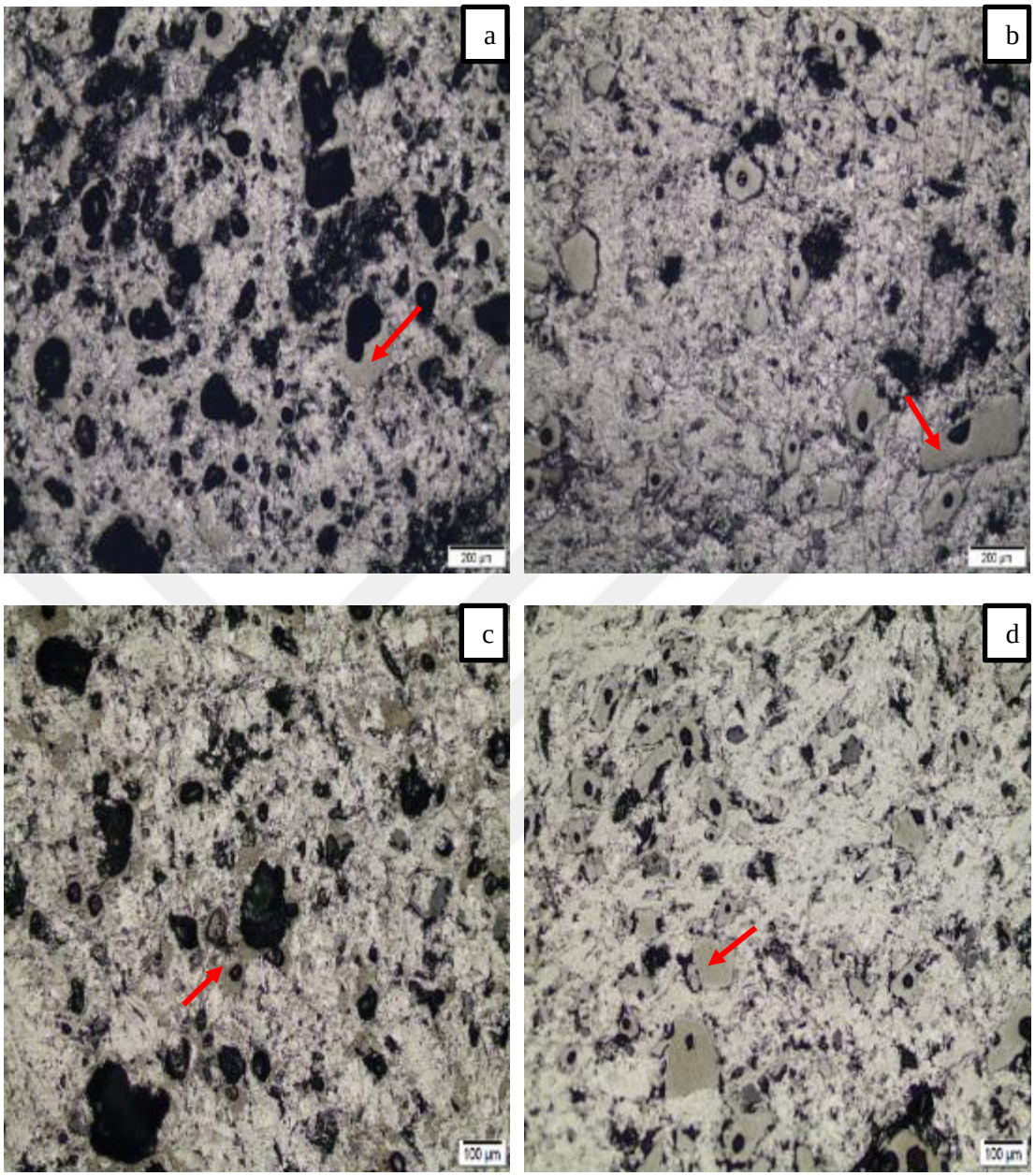
Numunelerin birinci karbonizasyon sonrası furfuril alkol infiltrasyonu gerçekleştirilmiş ve elektroforetik infiltrasyon sonrası furfuril alkol infiltrasyonu gerçekleştirilmiş gruplarda, ikinci karbonizasyon işlemi sonrasında 1 kg-f yük altında

ölçülen Vickers sertlik değerlerine ait grafik Şekil 8.8'de verilmiştir. Tüm numunelerde sertlik artışı gözlenmiştir. Artan gliserol oranında sertlik değerlerinde düşüş meydana gelmiştir. Bu durumun yoğunlukla benzer ilişkiden dolayı malzemede artan gözeneklilik nedeniyle meydana geldiği düşünülmektedir. Üzerinde durulması gereken noktalardan biri de numunelerin sertlik değerleridir. Elde edilen en yüksek sertlik F1-E-P numunesine ait 9,2 HV ortalama sertlik değeridir. Genel malzeme gruplarıyla karşılaştırıldığında oldukça düşük olan bu sertlik değerlerinin, numunelerin yapısında %75 oranında grafit bulunmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

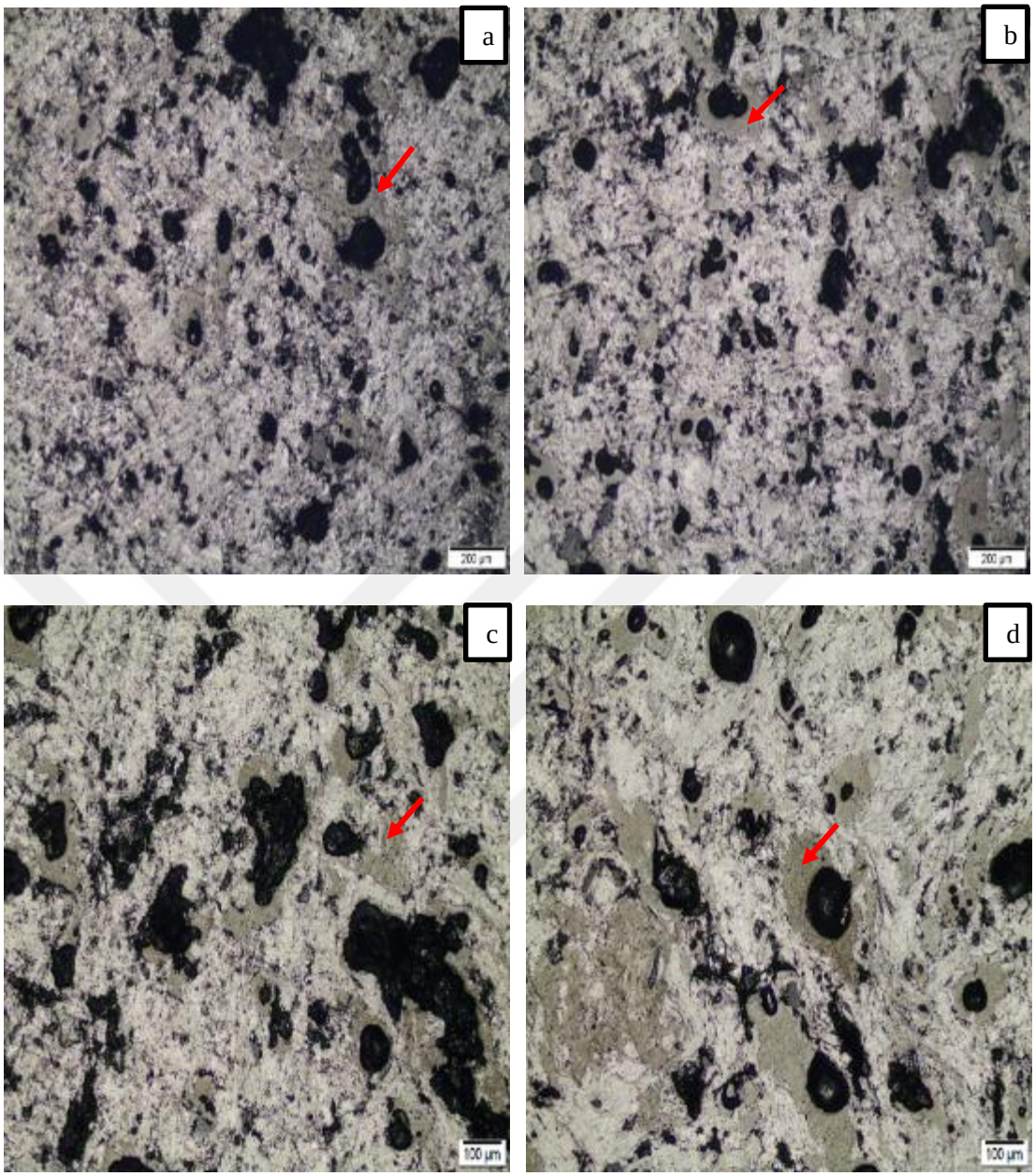


Şekil 8.8. Numunelerin Vickers cinsinden sertlik değerleri

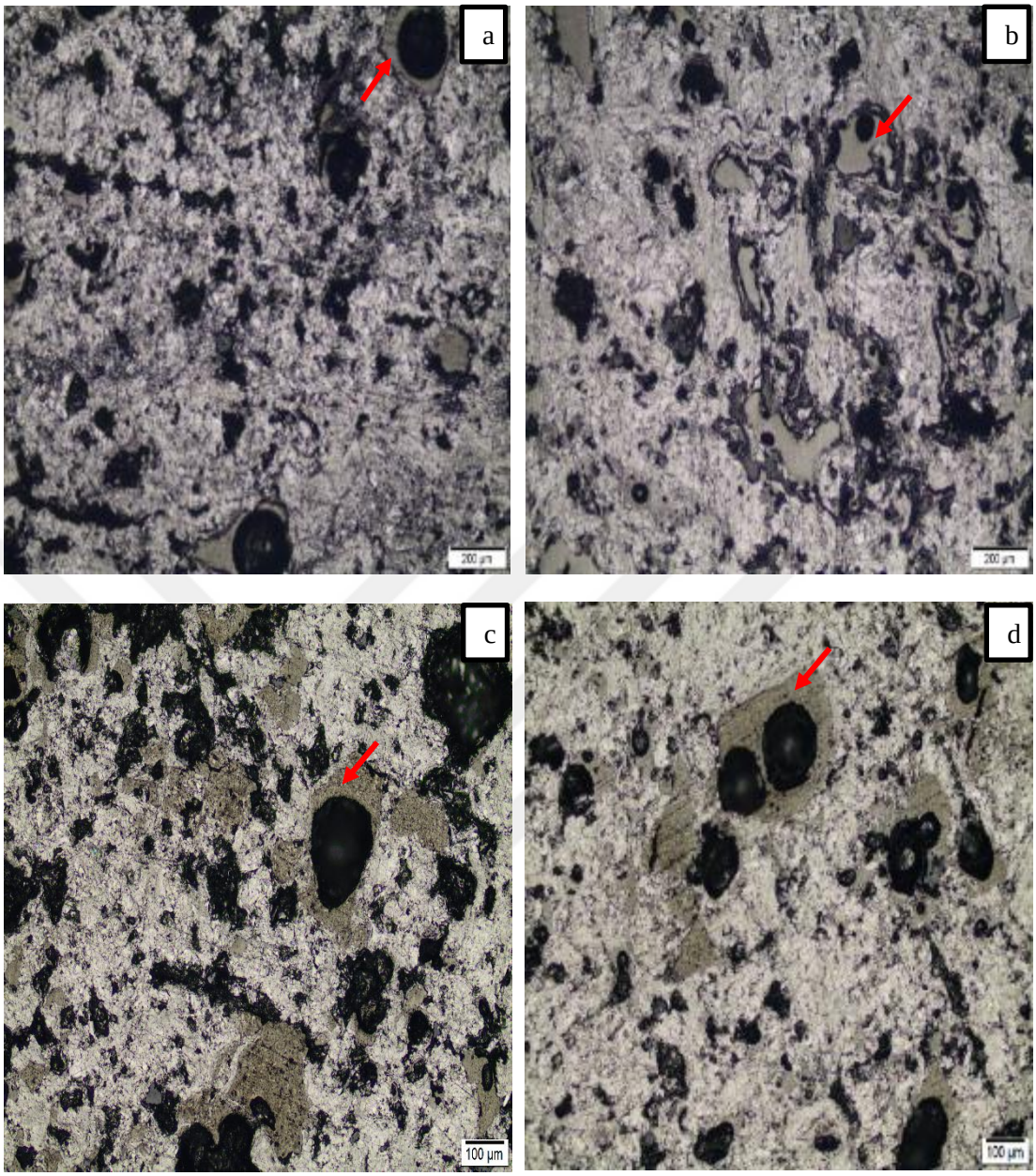
Numunelere ait 5x ve 10x objektiflerle alınmış olan ışık mikroskobu görüntülerinde, siyah renkli bölgeler gözenekleri göstermektedir. Şekil 8.9, 8.10. ve 8.11'de kırmızı ok ile gösterilen bölgeler ise gözenek içerisine nüfuz etmiş olan polimerize furfuril alkolden dönüşmüş amorf karbon bölgelerini göstermektedir. Gri renkli görünen diğer bölgeler ise Carbores P'den dönüşmüş amorf karbon yapısındadır. Elektroforetik infiltrasyon yapılmış numuneler kendi içlerinde kıyaslandığında elektroforetik infiltrasyon yapılmayanlara göre daha az gözenekli yapıya sahip olduğu görülmektedir. Furfuril alkol infiltrasyonunun ise gözeneklerin etrafında ve yer bulabildiği kadar numunelerin içine nüfuz ettiği gözlemlenmektedir.



Şekil 8.9. (a) F1-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x objektif), (b) F1-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x objektif), (c) F1-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (10x objektif), (d) F1-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü

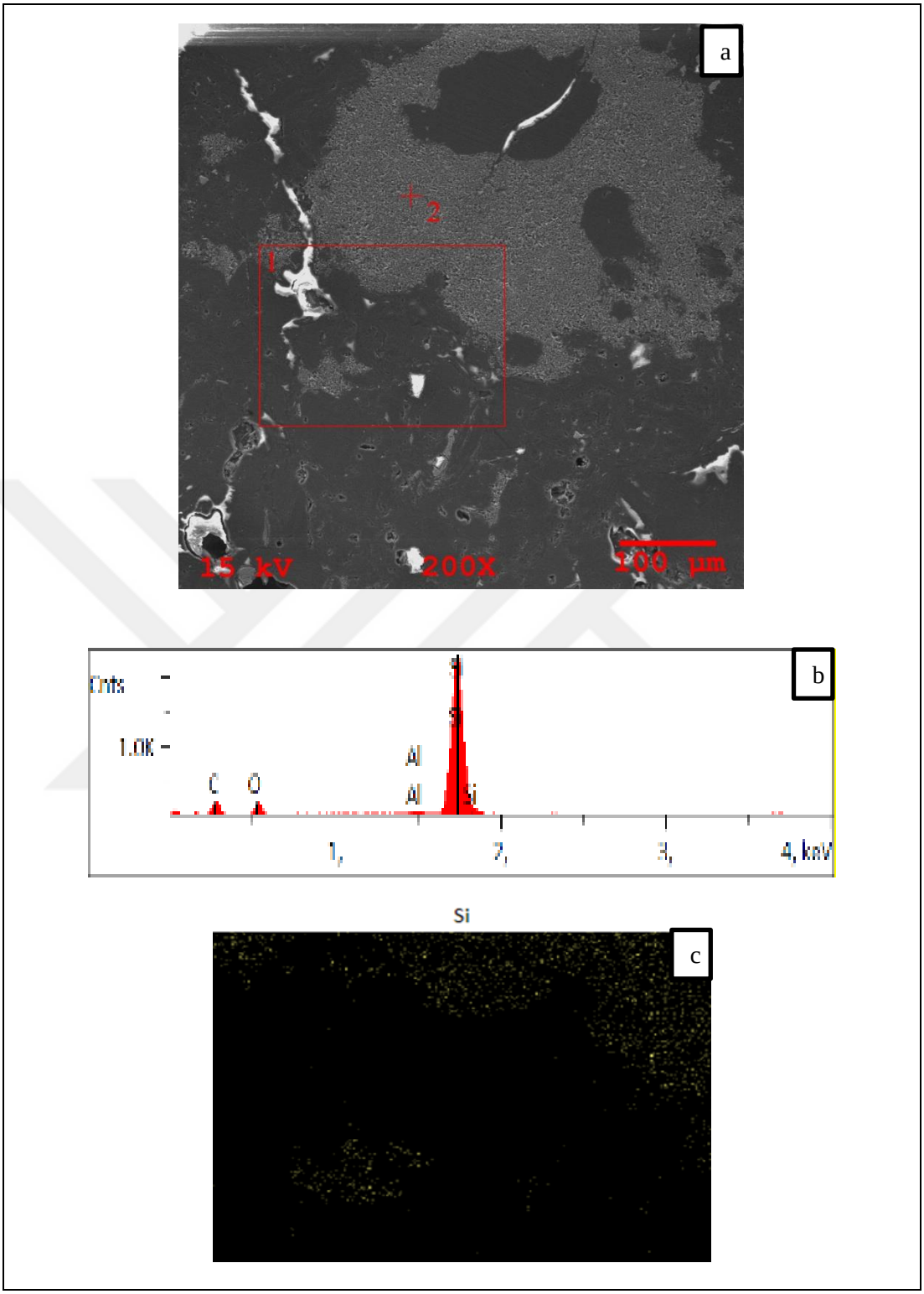


Şekil 8.10. (a) F2-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x obj.), (b) F2-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x obj.), (c) F2-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (10x obj.), (d) F2-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (10x obj.)



Şekil 8.11. (a) F3-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x obj.), (b) F3-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (5x obj.), (c) F3-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (10x obj.), (d) F3-E-P numunesine ait ışık mikroskobu görüntüsü (10x obj.)

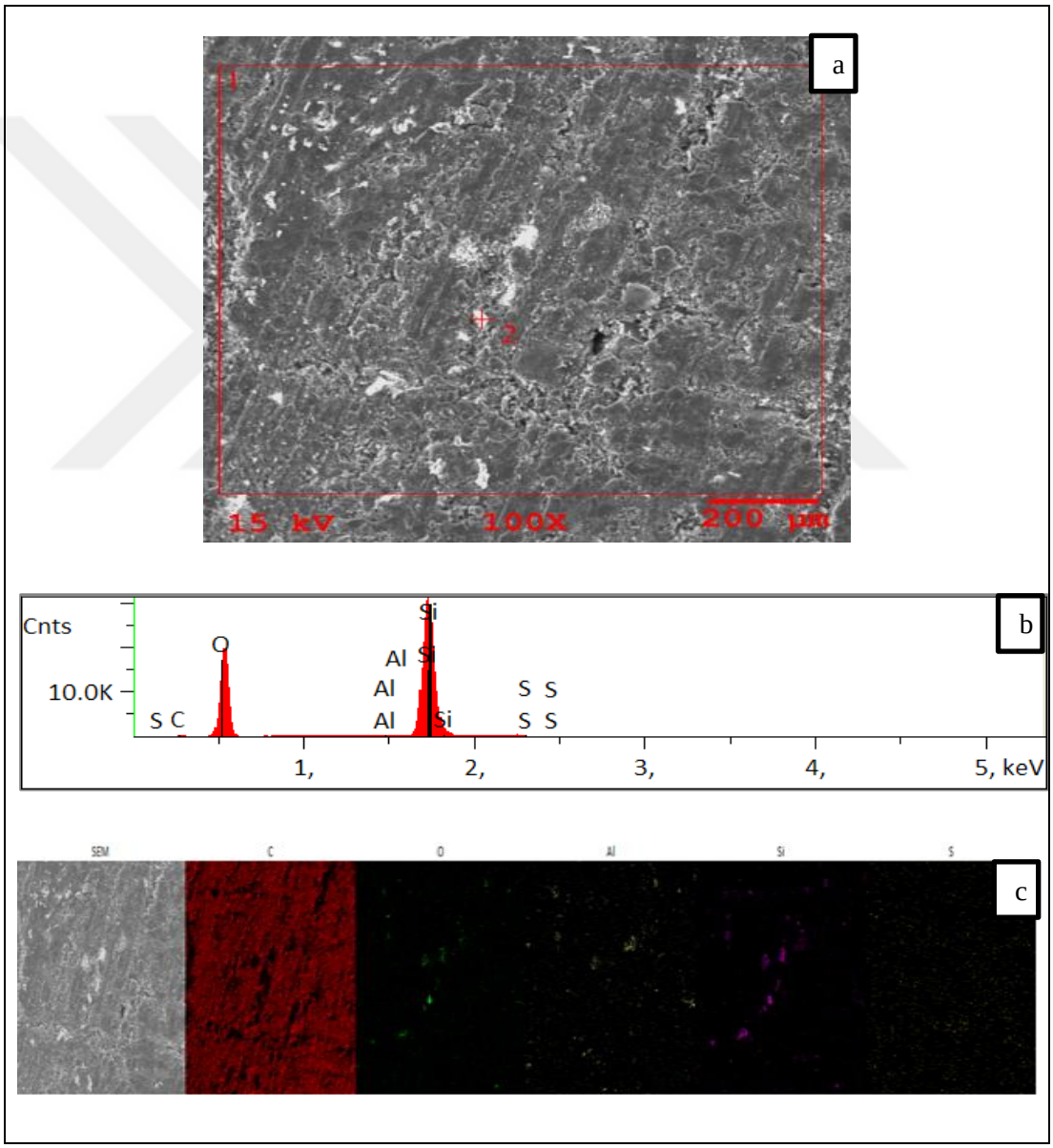
SEM ile yapılan çalışmalarda D2 no'lu numunenin de görüntüleri verilmiştir. SiC infiltrasyonu yapılmış D2 numunesinden SEM BEI-Shadow görüntüleme modunda alınmış olan görüntü Şekil 8.12'de verilmiştir. Gri kontrastta belirli bölgelerde birikmiş durumda olan SiC partikülleri görülmektedir. SiC partiküllerinin gözenek olması muhtemel belirli bölgeleri doldurduğu görülmektedir



Şekil 8.12. (a) D2 numunesinin kaplama bölgesine ait SEM görüntüsü (200x), (b) 2 no'lu bölgeden yapılan noktasal EDX sonuçları, (c) 1 no'lu alandan yapılmış analiz sonucu olarak Si varlığı

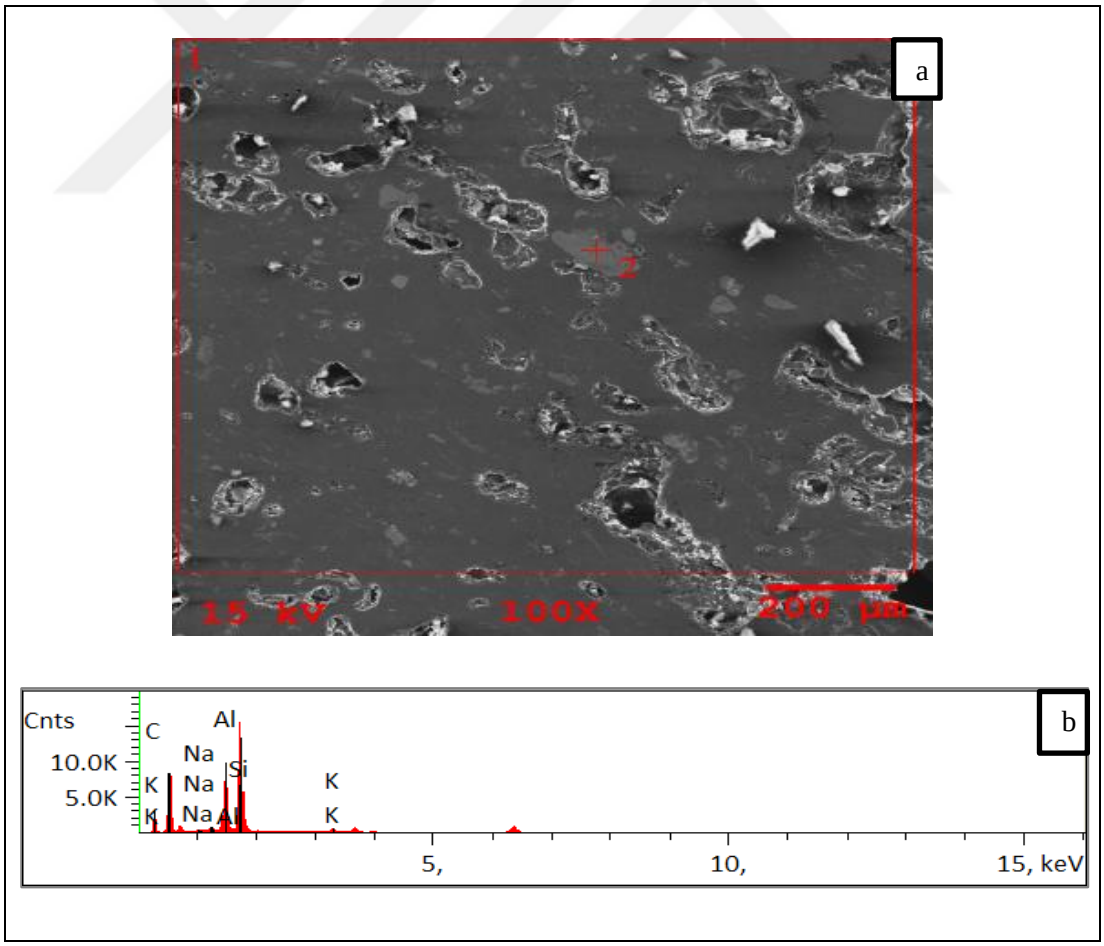
Şekil 8.12'de 2 numara ile görülen bölgede yapılan nokta EDX analiz sonucunda en yüksek yoğunlukta Si elementine ait pik ayrıca Al, C ve O görülmektedir. 1 numaralı çerçevede yapılan EDX elemental haritalamada Si'a ait sonuçtan bu bölgelerin SiC olduğu sonucuna kesin olarak ulaşılmaktadır.

Çalışmanın devamında F grubu numunelerden F1-E-P ve F2-E-P numunelerinden SEM ile görüntüler alınmıştır. Şekil 8.13'de F2-E-P için kesitten alınmış SEM görüntüsü, alan spektrum analizi ve noktasal EDX sonuçları verilmiştir.



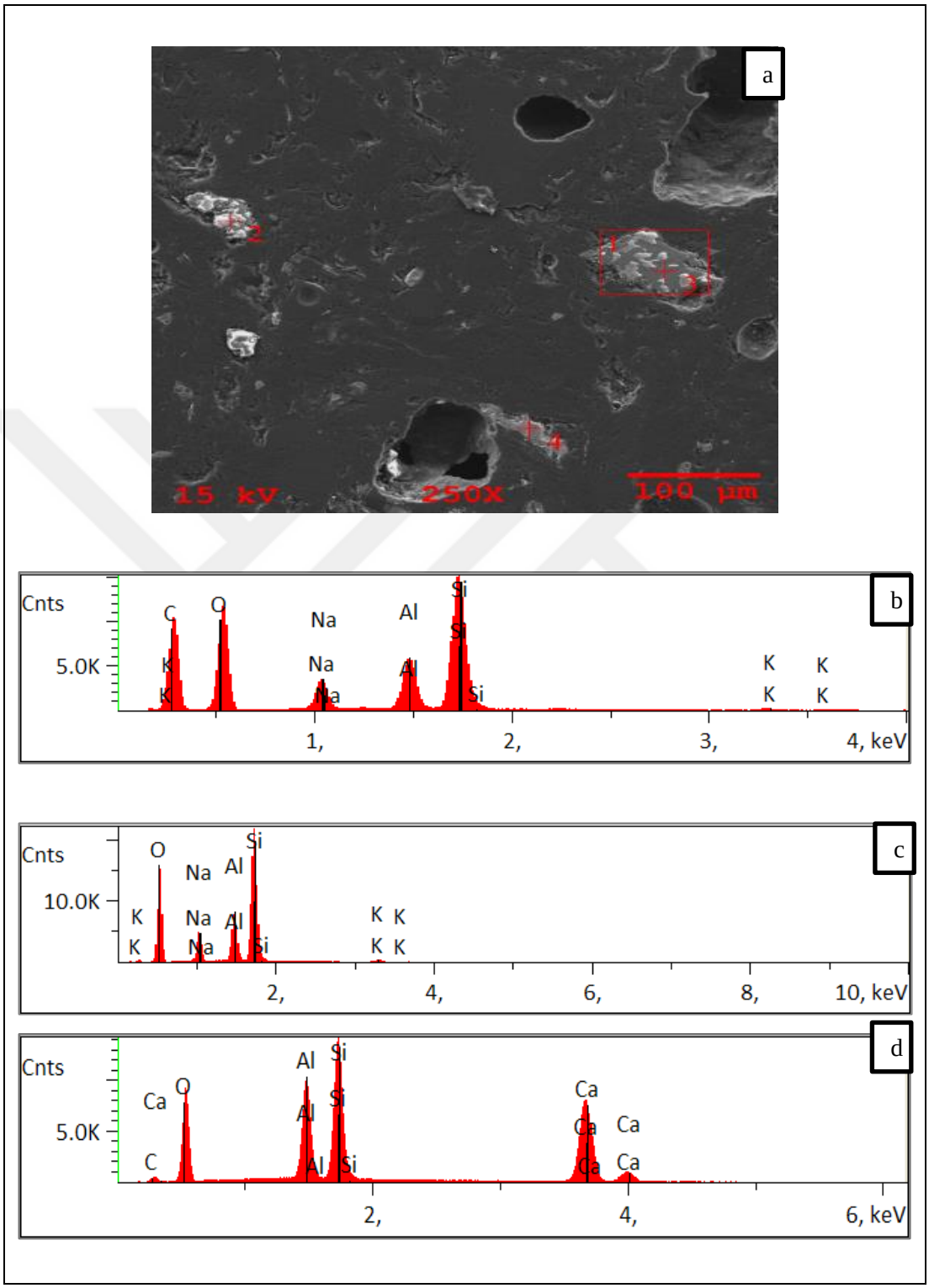
Şekil 8.13. (a) F2-E-P numunesinden kesitten alınmış ve 100x büyütülmüş SEM görüntüsü, (b) 2 no lu kısmın noktasal EDX analizi, (c) 1 no lu alanın spektrum analizi

Si ve C pikleriyle beraber O elementi ile de karşılaşılması SiC kaplamanın oksitlendiği şeklinde yorumlanmıştır ancak 8.14'de yüzeyden alınan görüntülerde farklı kontrasttaki bölgenin analizinde Na, K, Al ve Si piklerinin birlikte görüntülenmesi yapıda feldispat olduğunu ve SiC bileşenlerinin yüzey hazırlama işlemleri sırasında yüzeyden aşındırıldığını açıklamaktadır. Numunelerin geometrik olarak zor ve sınırlı olması çalışmalar esnasında bu gibi kayıpların nedeni olarak yorumlanmış ve D2 no'lu numune ile yapılan çalışmalarda SiC içeriğiyle rastlanması bu hipotezi doğrulamıştır. Feldispat içeriğinin ise Carbores P üreticisi firma tarafından sinterlemeyi kolaylaştırmak için ilave edildiği öngörülmektedir. Nitekim aslen refrakter ürünlerin imalatında bağlayıcı olarak kullanılan Carbores P refrakter malzemelerin sinterleme kademesinde sıvı faz sinterlemesi mekanizması ile yapıda kontrollü bir yoğunluk artırımı ve genel mukavemetin yükseltilmesi noktasında katkı sunması amacıyla bileşime eklendiği değerlendirilmektedir.



Şekil 8.14. (a) F2-E-P numunesinden yüzeyden alınmış ve 100x büyütülmüş SEM görüntüsü, (b) 2 no'lu kısmın noktasal EDX analizi

Şekil 8.15’de yüzeyden alınan SEM görüntüsü ve EDX analizleri sonuçları verilmiştir.



Şekil 8.15. (a) F1-E-P numunesinden yüzeyden alınmış ve 250x büyütülmüş SEM görüntüsü, (b) 1 no’lu alanın EDX analizi, (c) 2 no’lu bölgenin noktasal EDX analizi, (d) 3 no’lu bölgenin noktasal EDX analizi

9. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Karbon malzemelerin üretiminde birden fazla yöntem uygulanmaktadır. Bunlardan biri sıvı prekürsör infiltrasyon işlemidir. Her infiltrasyon işleminden sonra prekürsörün karbona dönüşmesi için karbonizasyon işlemi çok düşük ısıtma hızlarında ve inert atmosferde uygulanmaktadır. Karbon malzemeden beklenen yoğunluk elde edilene kadar infiltrasyon ve karbonizasyon işlemlerinin tekrarlanması gereklidir. Bu işlemlerin tekrarlanması ise üretim yöntemini zaman ve maliyet açısından dezavantajlı hale getirmektedir.

Kısa fiber ve kumaş fiber takviyelerinde arayüzeyde tutunma yeterli olmamış ve numuneler bütünlüğünü koruyamamıştır. Kısa fiberler ve kumaş fiberler için matris ve fiber arayüzey özelliklerinin iyileştirilmesi ayrı bir çalışmanın konusu olabilecek durumdadır. Matrise grafit gibi karbon türevi bir malzemenin inert dolgu amaçlı katılması başarılı sonuçlar vermiştir. Grafit dolgu katkısını optimum etmek amacıyla çeşitli miktarlarda grafit ihtiva eden karbon malzemeler üretilmiş ve son olarak %75 grafit içerikli numunelerde görece üstün özellikler elde edilmiştir.

Yapılan SiC infiltrasyonunda karşıt plaka olarak kullanılan paslanmaz çelik levha geometrisi numunelerin alt ve yan kenarlarının da kaplanabileceği şekilde ayarlanabilecek ve kaplama oluşturulan yüzeyler artacağı için bu infiltrasyon işleminin homojen olarak numunede elde edilmesi sağlanabilecektir. Ayrıca furfuril alkol infiltrasyonu sonrası yapılan polimerizasyon işleminde de optimize edilmesi gereken, vakum altında polimerizasyon işleminde furfuril alkolün düşen kaynama noktası nedeniyle daha düşük sıcaklıklarda polimerizasyonu yapılması gerekliliği düşünülmektedir.

Elektroforetik infltrasyon işlemi ile malzeme yoğunluklarında artış gözlemlenmiştir. Gözenekli yapılara furfuril alkol ve SiC infiltrasyonu ile daha az gözenekli ve daha yoğun malzeme elde edilmiştir. Sertlik deneylerinde elde edilen veriler numunelerde sertliğin oldukça düşük olduğunu göstermektedir. Yapılan çalışmalar ile benzer özelliklerde olan ve kıyaslanabilecek bir sertlik değerine literatürde rastlanmamıştır.

Ayrıca yapılan aşınma deneylerinde numunelerin düşük sertlikte olmasından dolayı ve aynı zamanda yapıda grafit takviyesinin aşınmada yağlayıcı olarak rol alması nedeniyle düşük sürtünme katsayısı değerleri elde edilmiştir.

Bu çalışmada karbon malzemelerin üretiminde zaman ve maliyet açısından üretim süreci optimizasyonu ve elektroforetik infiltrasyon yöntemiyle malzeme mekanik özelliklerinde iyileştirme yapılmak istenmiştir. Elde edilen veriler üretim yönteminde elektroforetik infiltrasyon işleminin, üretimin bir basamağında sağladığı avantajlı özellikleri ortaya koymaktadır. Elektroforetik infiltrasyon ile karbonize edilen numunelerin mekanik özellikleri ve yoğunluklarının daha iyi olduğu yapılan testler sonucunda gözükmektedir. Daha yüksek sıcaklıklarda çalışılıp grafitizasyon işlemi gerçekleştirilebilirse daha üstün mekanik özelliklerin elde edileceği düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

[1] Kılıç M., Biyokütle Esaslı Karbon Köpük Üretimi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, 2015, 392209.

[2] Zerrin T., Elmas Benzeri Karbon İnce Filmlerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2014, 372804.

[3] Agin Ç., Fiziksel ve Kimyasal Yöntemlerle Nano Boyutlu Grafit Tabakaların Eldesi ve İletken Kompozit Uygulamalarında Kullanımı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2013, 352223.

[4] Erikli E., Grafen Oksit/Aramid ve Grafen/Aramid Kompozitlerinin Geliştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana, 2014, 374585.

[5] Seunghyun L., Graphene Nanoelectronics - From Synthesis to Device Applications, Doctor of Philosophy, The University of Michigan, Electrical Engineering, Michigan, 2013.

[6] Şimşek U., Effects of Spatial Distribution of Fullerenes on the Mechanical Behaviour of Graphene Fullerene Composites, M.Sc.Thesis, Istanbul Technical University, Graduate School of Science Engineering and Technology, Istanbul, 2016, 444223.

[7] Wang Q., Carbon-Based Materials: Application in Electrochemical Sensing, These de Doctorat, Universite de Lille, Science et Technologies, Lille, 2016.

[8] Orbak İ., Aktif Karbon ile Çevre Kirletici Bazı Unsurların Giderilmesi, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2009, 252372.

[9] Diba M.,Fam W.H. D., Boccaccini A.R., Shaffer M.S.P., Electrophoretic Deposition of Graphene Related Materials: A Review of the Fundamentals, *Progress in Material Science*, 2016, **82**, 83-117.

[10] Aldıç G., Bor'un Elektroforetik Yöntemle Biriktirilmesine Yönelik Koloidal Özelliklerinin ve Birikme Kinetiğinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2013, 332901.

[11] Besra L., Liu M., A Review on Fundamentals and Applications of Electrophoretic Deposition (EPD), *Progress in Materials Science*, 2007, **52**, 1-61.

[12] Corni I., Ryan M.P., Boccaccini A., Electrophoretic Deposition: From Traditional Ceramics to Technology, *Journal of the European Ceramic Society*, 2008, **28**, 1353-1367.

[13] Van Der Biest O. O., Vandeperre L. J., Electrophoretic Deposition of Materials, *Annu. Rev. Mater. Sci*., 1999, **29**, 327–352.

[14] Zhitomirsky I., Cathodic Electrodeposition of Ceramic and Organoceramic Materials, *Advances in Colloid and Interface Science*, 2002, **97**(1-3), 279-317.

[15] Van Der Biest O., Vandeperre L., Put S., Anne G., Vleugels J., Laminated and Functionally Graded Ceramics by Electrophoretic Deposition, *Advances in Science and Technology*, 2006, **45**, 1075-1084.

[16] Put S., Vleugels J., Van Der Biest O., Microstructural Engineering of Functionally Graded Materials by Electrophoretic Deposition, *Journal of Materials Processing Technology*, 2003, **143-144**, 572-577.

[17] Stoll E., Mahr P., Krüger G., Kern H., Thomas B.J.C., Boccaccini A.R., Fabrication Technologies for Oxide-Oxide Ceramic Matrix Composites Based on Electrophoretic Deposition, *Journal of European Ceramic Society, 2006*, **26**, 1567-1576.

[18] Masliyah J. H., Bhattacharjee S., *Electrokinetic and Colloid Transport Phenomena*. 1st ed., John-Wiley & Sons, Inc, New Jersey, 2006.

[19] Ammam M., Electrophoretic Deposition Under Modulated Electric Fields: A Review, *Article in RSC Advances*, 2012, **2**, 7633-7646.

[20] Erdemoglu M., Kolloitler, Yüzey Yükü, Zeta Potansiyel, Ders Notu, İnönü Üniversitesi, Maden Mühendisliği Bölümü, Malatya.

[21] Yavaş U. D., Ti6Al4V İmplantların Elektroforetik Biriktirme Yöntemi ile Hidroksiapatit Kaplanması, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli, 2017, 474087.

[22] Amrollahi P., Krasinski J.S., Vaidyanathan R., Tayebi L., Vashaee D., Electrophoretic Deposition: Fundamentals and Applications from Nano to Microscale Structures, Editors: Aliofkhazraei M., Makhlouf A.S., *Handbook of Nanoelectrochemistry*, 1st ed., Springer International Publishing, Switzerland, 561-591, 2016.

[23] Nozariasbmarz A., Rad A. T., Zamanipour Z., Krasinski J.S., Tayebi L., Vashaee D., Enhancement of Thermoelectric Power Factor of Silicon Germanium Films Grown by Electrophoresis Deposition, *Scripta Materialia*, 2013, **69**, 549-552.

[24] Örs S., Farklı Karbon Tekstilleriyle ve Reçinelerle Oluşturulan Karbon Kompozitlerin Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2014, 451035.

[25] Jun L., Xia L.H., Haixia F., Influence of Carbores Binder on the Strength of Magnesia-Carbon Materials, *3rd International Conference on Material, Mechanical and Manufacturing Engineering*, Guangzhou, China, June 27-28 2015.

[26] Goldstein I., Dreher W., Stable Furfuryl Alcohol Impregnating Solutions, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 1960, **52**(1), 57-58.

KİŞİSEL YAYIN ve ESERLER

[1] Yılmaz M., **Çelik R.B**., Türedi E., Elektroforetik İnfiltrasyon Tekniği Kullanılarak SiC Partikül Takviyesiyle Yoğunluğu Artırılan Karbon Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Geliştirilmesi, *Bayburt Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 2019, 2(2), 242-238.

[2] Türedi E., Yılmaz M., **Çelik R.B**., Karbon Matrisli Kompozitlerin SiC ile Elektroforetik Kaplama ve İnfiltrasyon Parametrelerinin Optimizasyonu, *Uluslararası Marmara Fen ve Sosyal Bilimler Kongresi*, Kocaeli, Türkiye, 23-25 Kasım 2018.

ÖZGEÇMİŞ

1991 yılında Kocaeli / Karamürsel' de doğdu. İlköğretim ve lise eğitim hayatını Karamürsel' de tamamladı. 2009 yılında Kocaeli Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde lisans eğitimine başladı ve 2014 Şubat ayında mezun oldu. 2015 yılında Kocaeli Üniversitesi'nde Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde yüksek lisans eğitimine başladı.