



BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ

**Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine ve İmalat Mühendisliği Anabilim Dalı**

**DİZEL PARTİKÜL FİLTRE
KARAKTERİZASYONU**

**Emre GÜRLEK
Yüksek Lisans Tezi**

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. Şeref SOYLU
İkinci Danışman
Doç. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ**

BİLECİK, 2016

Ref. No: 10125149



BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ

**Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine ve İmalat Mühendisliği Anabilim Dalı**

**DİZEL PARTİKÜL FİLTRE
KARAKTERİZASYONU**

**Emre GÜRLEK
Yüksek Lisans Tezi**

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. Şeref SOYLU
İkinci Danışman
Doç. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ**

BİLECİK, 2016

Ref. No: 10125149



**BILECIK SEYH EDEBALI
UNIVERSITY**

**Graduate School of Sciences
Mechanical and Manufacturing Engineering**

**CHARACTERIZATION OF A DIESEL PARTICLE
FILTER**

**Emre GÜRLEK
Master Thesis**

**Advisor
Prof. Dr. Şeref SOYLU
Co-Advisor
Assoc. Prof. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ**

BILECIK, 2016

 BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ	YÜKSEK LİSANS <u>JÜRİ ONAY FORMU</u>
---	---

Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulununtarih ve sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafındantarihinde tez savunma sınavı yapılan Emre GÜRLEK'in "DİZEL PARTİKÜL FİLTRE KARAKTERİZASYONU " başlıklı tez çalışması Makine ve İmalat Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak oy birliği ile kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Prof. Dr. Şeref SOYLU

ÜYE : Prof. Dr. Naci ZAFER

ÜYE : Doç. Dr. Mustafa Ertunç TAT

MAKİNE VE İMALAT MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI BAŞKANI:

Prof. Dr. Şeref SOYLU

ONAY

Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunun/....../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

İMZA/ MÜHÜR

TEŐEKKÖR

Tezimizin konusunun belirlenmesinde, araştırma aşamasında ve tamamlanmasında destek olan değerli tez danışmanlarım Prof. Dr. Şeref SOYLU ve Doç. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ'a sağladıkları destek için teşekkür ederim.

Tezimizin başlangıcından bitimine kadar bana inanan, benden yardımlarını esirgemeyen, her zaman yanımda olan, bildiklerini paylaşan Arş. Gör. Yiğit TÜRE'ye teşekkürü bir borç bilirim.

Tofaş Türk Otomobil Fabrikası'nın desteğinden dolayı Motor, Transmisyon Ve Kontrol Sistemleri Müdürü Türker GÜDÜ'ye teşekkür ederim.

Her daim yanımda olan maddi ve manevi desteklerini hiç esirgemeyen Anneme, Babama ve Ablama verdikleri desteklerden dolayı tüm içtenliğimle teşekkür ederim.

Emre GÖRLEK

ÖZET

Yapılan tez çalışmasında, dizel araçların egzoz gazı arıtma sistemlerinde kullanılan dizel partikül filtrenin üretim süreçlerinin tespiti, kimyasal kompozisyonun belirlenmesi ve yapı çözümlenmesi için farklı karakterizasyon teknikleri ile analizler gerçekleştirilmiştir.

Çalışmada optik mikroskop, taramalı elektron mikroskobu ikincil elektron detektörü (SEM-SE), geri yansıyan elektron detektörü (SEM-BSE), enerji saçınımlı x-ışını detektörü (SEM-EDX) ve x-ışınları saçınımı (XRD) karakterizasyon teknikleri kullanılmıştır. Optik mikroskop ile dizel partikül filtrenin makroyapı analizi yapılmış olup kare şeklindeki açık ve kapalı hücrelerden oluştuğu ve ekstrüzyon şekillendirme tekniği ile üretildiği bilgisine ulaşılmıştır. Taramalı elektron mikroskobu (SEM-SE-BSE-EDX) ile elementel analiz ve mikroyapı analizi yapılmış olup, temel olarak silisyum ile karbon elementlerinden oluştuğu, SiC tanelerinin 10-50 µm tane boyutu aralığında, keskin köşeli morfolojide olduğu ve reaksiyon bağlamalı üretildiği tespit edilmiştir. XRF cihazı ile elementel analizi yapılarak SEM-EDX sonuçlarını destekler nitelikte sonuçlar elde edilmiştir. Termal, mekanik ve fiziksel testler yapılarak mukavemeti, yoğunluğu, ısı iletkenlikleri hakkında bilgi edinilmiştir. Toplam % gözenek miktarı ve bulk yoğunluğun belirlenmesinde Arşimet prensibi uygulanmıştır. XRD ile yapılan analiz sonucunda ana faz SiC olarak tespit edilmiştir.

Yapılan çalışma bu tür parçaların yerli üretiminin yapılması için ilk adımı oluşturmaktadır. Dizel partikül filtreler hakkında detaylı teknik bilgiler elde edilerek ülkemizde üretimi için önemli bir aşama kaydedilecektir.

Anahtar Kelimeler

Dizel partikül filtre, Karakterizasyon, Mikroyapı, Silisyum Karbür

ABSTRACT

In this study, the analyses of a commercially available diesel particulate filter (DPF) that is specifically used in diesel engine exhaust gas after-treatment systems, were carried out for the identification of the manufacturing processes, determination of the chemical composition, and microstructural analysis, utilizing different characterization techniques. The characterization techniques involved were optical microscopy, scanning electron microscopy with secondary electron detector (SEM-SE), backscattered electron detector (SEM-BSE), energy dispersive x-ray detector (SEM-EDX), and x-ray diffraction. Microstructural characterization of the DPF was carried out with the optical microscope showing cubic shaped open and closed cells which are evidencing an extrusion based manufacturing technique. Scanning electron microscope (SEM-SE-BSE-EDX) used for the elemental analysis and microstructural determination yielded a structure with silicon and carbon elements, the SiC particles is of the size range 10-50 μm with a sharp edged morphology, and manufactured by reaction bonding sintering. By performing ultimate analysis with XRF device, the results are obtained in furtherance of SEM results. The information about its strength, density, and thermal conductivity has been informed by performing thermal, mechanical and physical experiments. Archimedes principle technique was applied to determine its % total porosity and bulk density. The XRD analysis resulted in the determination of a major phase of SiC.

The first stage of the study comprises the local manufacturing of these type of engine system parts. In our country, an important step can be achieved for the production of diesel particle filter by obtaining detailed technical information about it.

Key Words

Diesel Particle Filter, Characterization, Microstructure, Silicon Carbide

İÇİNDEKİLER

Sayfa

JÜRİ ONAY FORMU

TEŞEKKÜR

ÖZET i

ABSTRACTii

İÇİNDEKİLERiii

ÇİZELGELER v

ŞEKİLLER vi

KISALTMLARviii

SİMGELERix

1. GİRİŞ 1

2. DİZEL PARTİKÜL FİLTRE 3

2.1.DPF Çalışma Prensipleri5

2.2.Dizel Partikül Filtre Malzemesinden İstenilen Özellikler..... 8

2.3.Dizel Partikül Filtre Malzemeleri.....9

2.3.1.Kordiyerit 9

2.3.2.Alüminyum titanat 10

2.3.3.Silisyum nitrür..... 10

2.3.4.Silisyum karbür 10

2.3.5. Mullit..... 12

2.4. Gözenekli seramikler 12

2.4.1. Gözenekli seramiklerin çeşitleri 13

2.4.2. Gözenekli seramiklerin üretim yöntemleri 14

2.4.2.1. Polimer köpük replikasyonu yöntemi 14

2.4.2.2. Mekanik karıştırma ile gaz oluşumu gözenekli seramiklerin üretimi 14

2.4.2.3. Por yapıcı ilaveler kullanılarak gözenekli seramiklerin üretimi 14

2.5. DPF Üretim Yöntemleri 15

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR 17

3.1. Malzeme..... 17

3.2. Makroyapı Analizleri 18

3.3. Mikroyapı Analizi ve Elementel Analiz 19

3.4. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi	20
3.5. Faz Analizi	20
3.6. X-Işınları Floresans (XRF) Tekniği ile Elementel Analiz	21
3.7. 3 Nokta Eğme Testi.....	22
3.8. Gözeneklilik Miktarının Tespiti.....	22
3.9. Termal Analiz.....	24
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	25
4.1. Makroyapı Analizi	25
4.2. Mikroyapı ve Elementel Analiz	28
4.3. XRF Analizi	38
4.4. Faz Analizi	39
4.5. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi Analizi.....	40
4.6. Üç Nokta Eğme Testi	40
4.7. Gözeneklilik Miktarı	42
4.8. Termal Analiz.....	42
5. GENEL SONUÇLAR	44
KAYNAKLAR	45
ÖZGEÇMİŞ	49

ÇİZELGELER

Sayfa

Çizelge 2.1. Binek araçlarda kullanılan EURO standartları	3
Çizelge 2.2. Dizel partikül malzemesi olarak kullanılan saf malzemelerin özellikler	8
Çizelge 4.1. Kaba SiC tanelerine ait EDX analizi	29
Çizelge 4.2. Si tanesine ait EDX analizi	29
Çizelge 4.3. DPF numunesine ait Ce/CeO ₂ 'çe zengin bölgenin elementel % Ağırlığı...	31
Çizelge 4.4. Koyu gri renkli ve ince tanelerden alınan EDX alan analizi	31
Çizelge 4.5. DPF'nin İskelet yapısının EDX analizi.....	32
Çizelge 4.6. İskelet yapının hücre duvarında alınan EDX analizi	36
Çizelge 4.7. Harç malzemesinin EDX alan analizi	38
Çizelge 4.8. İskelet yapısının XRF analizi	40
Çizelge 4.9. Üç nokta eğme testi sonuçları	41
Çizelge 4.10. Arşimed prensibi ile ölçülen DPF'ye ait bulk yoğunluk ve %toplam gözenek değerleri	42
Çizelge 4.11. Isıl iletkenlik sonuçları	43

ŞEKİLLER

Sayfa

Şekil 2.1. Dizel araçlarda kullanılan egzoz filtreleme sistemi.....	4
Şekil 2.2. Dizel partikül filtre iç yapısı ve çalışma prensibi	5
Şekil 2.3. a) Egzoz gazı girişi ve b) partikül maddelerin hücre duvarlarında tutulması.....	6
Şekil 2.4. Dizel partikül filtrenin çalışma prensibi	8
Şekil 2.5. NGK firması tarafından üretilmiş kordiyerit DPF	10
Şekil 2.6. NGK firmasının ürettiği SiC DPF (NGK, 2003)	12
Şekil 2.7. Gözenekli seramiklerin üretiminde kullanılan yöntemler a) polimer köpük replikasyonu b) mekanik karıştırma ile gaz oluşumu c) Por yapıcı ilaveler	15
Şekil 3.1. Fiat linea marka modelli aracın a) egzoz gazı arıtma sistemi b) dizel partikül filtresi	17
Şekil 3.2. DPF'ye uygulanan test/analiz/karakterizasyon teknikleri	18
Şekil 3.3. (a) Kalıba alınmadan önceki ve (b) kalıba alınan DPF numunesinin görüntüleri	18
Şekil 3.4. Çalışmada kullanılan FEI Nova NanoSEM650 Model Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	19
Şekil 3.5. Çalışmada kullanılan atomik absorpsiyon spektrometresi (AAS) a) Analitik Jena-ContrAA 300 ve b) CEM-Mars 6 cihazları	20
Şekil 3.6. Çalışmada kullanılan Panalytical Empyrean model X-ışını difraksiyon (XRD) cihazı	21
Şekil 3.7. Çalışmada kullanılan Rigaku ZSX Primus model XRF cihazı	21
Şekil 3.8. 3-nokta eğme test düzeneğinin şematik görünümü	22
Şekil 3.9. Arşimet prensibi ile yoğunluk ölçümü deney düzeneği	23
Şekil 3.10. Çalışmada kullanılan C-Therm marka termal analiz cihazı	24
Şekil 4.1. DPF'nin kare şeklindeki segmentlerin bir kenarının ölçüsü.....	25
Şekil 4.2. DPF'nin makroyapısının a) genişlik ölçüsü b) yükseklik ölçüsü c) uzunluk ölçüsü	25
Şekil 4.3. (a) DPF makroyapısı, (b) optik mikroskop ile açık ve kapalı hücre, iskelet yapısının gösterimi, (c) segmentlerin birleşme bölgeleri, (d) açık hücrenin optik mikroskop görüntüsü	26
Şekil 4.4. DPF'nin SEM-SE detektörü ile alınmış görüntüsü (100x)	27
Şekil 4.5. Duvar akışlı DPF altlık yapısı ve kütle akış paterni.....	27

Şekil 4.6. DPF'nin iskelet yapısının SEM-BSE görüntüsü.....	28
Şekil 4.7. Kaba SiC tanesine ait SEM görüntüsü ve EDX alan analizi Spektrumu	29
Şekil 4.8. Si tanesini SEM görüntüsü ve EDX alan analizi spektrumu	30
Şekil 4.9. Beyaz renkli bölgeden alınan EDX alan analizi spektrumu	30
Şekil 4.10. Koyu gri renkli ve ince tanelerden alınan EDX alan analizi spektrumu.....	31
Şekil 4.11. DPF'nin iskelet yapısının EDX alan analizi spektrumu	32
Şekil 4.12. DPF'nin iskelet yapısındaki hücre duvarlarının SEM-EDX alan analizi spektrumu	33
Şekil 4.13. DPF segmentleri birleştirme harcının EDX analizi.....	34
Şekil 4.14. İskelet yapıdaki gözeneklerin boyut dağılımını gösteren SEM görüntüsü..	35
Şekil 4.15. DPF'nin içerisindeki ince SiC taneleri	35
Şekil 4.16. Hücre duvarları arasından alınan kesitin (a) mikroyapısı ve (b) duvarlar arasındaki por boyutları.....	36
Şekil 4.17. DPF'nin SEM ile harç yapısındaki gözenek	37
Şekil 4.18. DPF'nin içerisindeki kaba SiC taneleri	37
Şekil 4.19. DPF'nin iskelet yapısındaki tane ve gözenek ölçümleri	38
Şekil 4.20. DPF'nin iskelet ve harç yapısının XRD spektrumu	40
Şekil 4.21. 3 nokta eğme testi gerilme-uzaman grafiği	41
Şekil 4.22. a) “y” yönünde yer alan bir kanalın kesit görüntüsü, b) Isıl iletkenlik testinin uygulanma yönleri	43

KISALTMALAR

DPF	: Dizel Partikül Filtre
PM	: Partikül Madde
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SE	: İkincil Elektron
EDX	: Enerji Saçınımlı X-Işını
BSE	: Geri Yansıyan Elektron
XRF	: X-Işını Floresans
XRD	: X-Işını Difraksiyonu
AAS	: Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi



SİMGELER

σ	: Gerinim (Pa)
δ	: Yoğunluk (g/cm ³)
f	: Bükülme
k	: Termal iletkenlik katsayısı
ϵ	: Deformasyon miktarı



1. GİRİŞ

Günümüzde dizel yakıt kullanan motorlu taşıtlar daha yüksek performans ve yakıt ekonomisine sahip olmalarından dolayı yaygın olarak tercih edilmektedirler. Bu araçlarda dizel yakıtın yanması sonucunda oluşan egzoz gazlarının zararlı olduğu kesinleşmiştir. Egzoz gazı içerisinde bulunan partikül maddeler (PM) canlıların yaşamsal fonksiyonlarını olumsuz yönde etkilemektedirler. Bu partikül maddeleri engelleyebilmek için kullanılmakta olan yöntemlerin en yaygın olanı dizel partikül filtrelerdir (DPF).

DPF'lerde, PM boyutlarına göre filtrenin içerisindeki gözenekler vasıtası ile yakalanarak doğaya salınımı engellenir. Böylelikle PM'lerin salınımı azaltılarak canlılara olan zararları en aza indirilmiş olur. Kullanılmakta olan filtrelerin özellikleri incelendiğinde, DPF'ler partikül maddeleri yakalama açısından %90'ı geçen verimlere sahiptirler. DPF'lerde filtre malzemesi olarak genellikle gözenekli seramikler kullanılmaktadır. Bu malzemeler yüksek sıcaklıklarda çalışmaları için dayanımlarının çok iyi olması istenmektedir. Bunun için seramik malzemeler sahip oldukları fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikler sebebiyle filtre malzemesi olarak daha çok tercih edilirler.

Bu tez çalışmasının amacı, ticari olarak kullanılan bir DPF'nin çeşitli karakterizasyon ve test yöntemleri ile makroyapısının, mikroyapısının, kimyasal yapısının, fiziksel, mekanik ve termal özelliklerinin belirlenmesi ve DPF'nin üretim süreçleri hakkında bilgi edinilmesidir.

Bu amaçla Fiat Linea marka araçtan alınan ticari bir DPF'nin makroyapı ve hücre yapıları hakkında bilgi edinmek için optik mikroskop, mikroyapı ve elementel analiz için taramalı elektron mikroskobu teknikleri (ikincil elektron, geri yansıyan elektron, EDX) kullanılmıştır. Elemental analiz için XRF cihazı kullanılarak EDX sonuçları desteklenmiştir. Yapının faz analizi için XRD tekniği uygulanmıştır. Malzemenin mekanik testleri 3 nokta eğme cihazı ile yapılmıştır. Fiziksel özellikleri hakkında Arşimet prensibi ile analizler gerçekleştirilerek gözenek miktarı ve bulk yoğunluğu hesaplanmıştır. C-Therm marka termal iletkenlik cihazıyla DPF'nin oda sıcaklığındaki ısı iletkenliği hesaplanmıştır.

Bu alıřmada tez akıřı ařağıdaki řekilde sıralanmıřtır. Bölüm 2’de DPF’lere ait bilgiler verilmiř, Bölüm 3’te deneysel alıřmalar, Bölüm 4’de sonuçlar ve Bölüm 5’te ise genel sonuçlar yer almaktadır.



2. DİZEL PARTİKÜL FİLTRE

Son zamanlarda hızla artan dünya nüfusu ile birlikte sanayi ve şehirleşmenin gelişmesi, ulaşımda kullanılan motorlu taşıt sayısında önemli bir artış meydana getirmiştir. Motorlu araçların sayısının artması ile yakılan fosil yakıtların oluşturduğu emisyonların atmosferi kirletici unsurları, canlıların sağlığını tehdit eden boyutlara ulaşmıştır. Motorlu araçların atmosferi kirletici etkisinin oldukça önemli boyutlara ulaşmış olması sebebi ile bu zararları minimize edebilmek için çalışmalar uzun süredir yürütülmektedir.

Dizel yakıt kullanan araçlardan kaynaklanan emisyonların içerisinde bulunan partikül maddelerin zararları 1970'li yıllarda kabul edilmiştir (Vincent D., 2008). 1980'li yıllardan itibaren dizel motor kaynaklı PM emisyonları başta Amerika Birleşik Devletleri (ABD) olmak üzere gelişmiş ülkelerde yönetmelikle sınırlandırılmaya başlanmıştır (CONCAWE, 1994; Heavy-Duty, 2016; DieselNet, 2016). EURO emisyon standartları geliştirilmiş olup belirli dönemlerde partikül maddelerin değerleri daha da düşürülmüştür. Avrupa'da 1993 yılında EURO 1 ile başlayan standartlar, günümüzde EURO 6 seviyelerine ulaşmıştır. Çizelge 2.1 de binek araçlarda kullanılmış ve halen kullanılmakta olan EURO standartları gösterilmiştir (DieselNet, 2016).

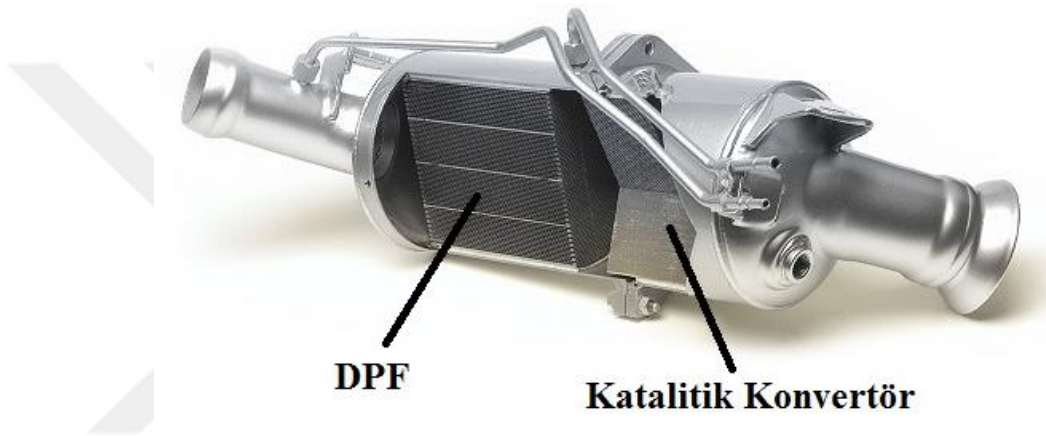
Çizelge 2.1. Binek araçlarda kullanılan EURO standartları.

	CO (g/km)		HC (g/km)		NOx (g/km)		PM (g/km)	
	Dizel	Benzinli	Dizel	Benzinli	Dizel	Benzinli	Dizel	Benzinli
Euro 1	2.72	2.72	-	-	-	-	0.14	-
Euro 2	1	2.2	-	-	-	-	0.08	-
Euro 3	0.64	2.3	-	0.2	0.5	0.15	0.05	-
Euro 4	0.5	1	-	0.1	0.2	0.08	0.025	-
Euro 5	0.5	1	-	0.1	0.18	0.06	0.005	0.005
Euro 6	0.5	1	-	0.1	0.08	0.06	0.005	0.005

Yasal olarak Dizel Partikül Filtre (DPF) kullanımı zorunlu olmamasına rağmen, PM sınır değerlerinin sürekli olarak yeni yönetmelikler ile düşürülmesi motorlu taşıt

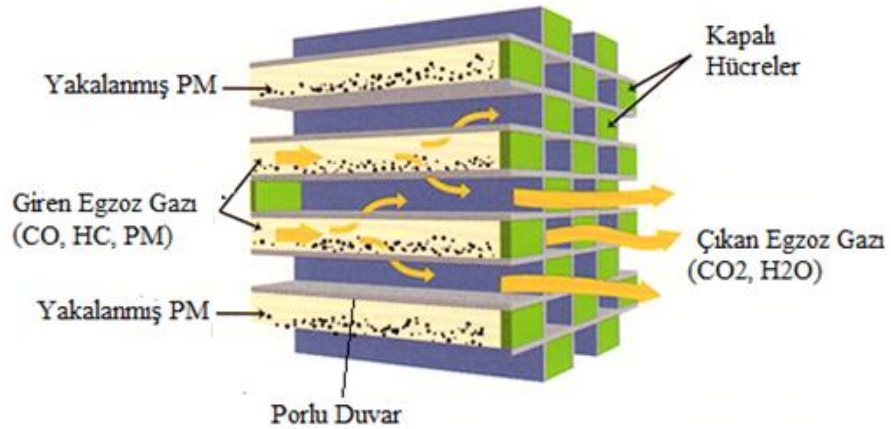
üreticilerini DPF kullanımı konusunda alternatifsiz bırakmaktadır. DPF'ler PM emisyonlarını %90'ı geçen oranlarda elimine edebilmektedirler (Christensen, 2002).

DPF'nin yapısal görünümü Şekil 2.1.'deki gibidir. Bu sistemde egzoz gazının filtreleme kanalı boyunca geçişine olanak sağlanıp, PM emisyonlarını toplamaktadır. Belirtilen bu sistemin işleyebilmesi için yapı gözenekli bir seramik veya metal filtreden oluşmalıdır (OILEM, 20015).



Şekil 2.1. Dizel araçlarda kullanılan egzoz filtreleme sistemi (OILEM, 20015).

Taşıtlarda yakıtın yanması sonucu meydana gelen PM'nin DPF kanalları boyunca akışı gerçekleşir. Şekil 2.2.'de de görüldüğü üzere filtre sisteminin ardışık olacak şekilde uçları açık ve kapalıdır. Sistemin yapısından dolayı akış sırasında, emisyonlar doğrudan sistemden dışarı çıkamazlar. DPF kanallarından basıncında etkisiyle kanal yüzeylerinden filtrelenirler. Bu kısımda gerçekleşen mekanizmalar; difüzyonal çöküntü, eylemsiz çöküntü ve yüzey mekanizmalarının kombinasyonlarıdır (Mutlu, 2011; Keskin, 2009).



Şekil 2.2. Dizel partikül filtre iç yapısı ve çalışma prensibi (empire-cat, 2015).

DPF'ler egzoz sistemlerinin çalışma koşulları gereği yüksek sıcaklığa, neme ve sarsıntılardan dolayı yeterli mukavemete sahip olmaları gereken ürünlerdir. Özellikle yüksek sıcaklık parametresine dikkat edilmelidir. DPF'ler filtreleme yaptıkları süre boyunca PM'ler tarafından tıkanır. Oluşan bu tıkanıklığı gidermek amacıyla belirli periyotlarla DPF kendisini arındırır. Bu sürece “rejenerasyon” adı verilir. Rejenerasyon sırasında PM'lerin oluşturduğu geri basınç artışını ortadan kaldırmak için sıcaklıkta yükselme gerçekleşir. Gerçekleşen bu sıcaklık yükselmesi DPF'de termo-mekanik gerilimlere yol açar (Benaqqa, 20014). Filtre malzemesinin oluşabilecek bu tür gerilimlere dayanıklı olması gerekmektedir. DPF'nin performans açısından da karşılaması gereken parametreler vardır. Bunlar; yüksek PM yakalama kabiliyeti ve düşük basınç kaybı oranına sahip olmasıdır. Günümüzde bu özellikleri karşılayabilecek filtreleme malzemesi olarak seramikler ön plandadır. DPF olarak kullanılacak malzemelerde aranan genel özellikler; yüksek sıcaklık kararlılığı ve dayanımı ($\sim 1400^{\circ}\text{C}$), korozyon dayanımı, yeterli mekanik mukavemet ($>12 \text{ MPa}$), düşük termal genleşme katsayısı ($1,0 - 1,5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, $\sim 800^{\circ}\text{C}$ 'de), oluşabilecek termal gerilimin etkilerini azaltmak için iyi derecede ısı iletkenlik ve yakıt tüketimini azaltmak için düşük ağırlıktır (Adler, 2005; Keskin, 2009; Pyzik, 2008; Watkins, 2011).

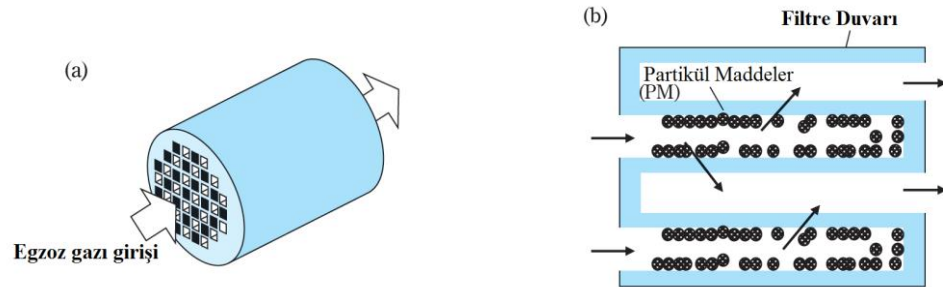
2.1. DPF Çalışma Prensipleri

Motorlu taşıtların hava kirliliğinde önemli bir payı bulunmaktadır. Bu ise emisyon kontrol teknolojilerinin geliştirilmesini zorunlu hale getirmiştir. Dizel motorlarının yüksek verimi, düşük kullanım maliyetleri, yüksek dayanım ve

güvenilirlikleri onları ağır hizmet araç pazarında lider duruma getirmiştir. Son zamanlarda özellikle yakıt fiyatlarının yüksekliğinden dolayı dizel motorlarının hafif hizmet araç pazarındaki payı da giderek artmaktadır.

Dizel motorlarında yakıtın yanması sonucu açığa çıkan emisyonların en önemlileri partikül madde (PM), azotoksitler (NO_x), hidrokarbonlar (HC) ve karbonmonoksit (CO)'tir (Ferguson, 1986). Dizel motorlu araçlar dizel motorların yanma karakteristikleri sebebiyle benzin motorlu araçlardan daha az CO ve yanmamış HC çıkartırlar. Ancak açığa çıkan emisyonlardaki PM ve NO_x değerleri daha büyüktür. Bununla beraber, sadece motorlarda yapılan düzenlemeler ile PM ve NO_x emisyonları yasal düzenlemelerdeki değerlerine düşürülemeyeceği için dizel egzoz emisyonlarının eş zamanlı olarak düşürülmesi üzere yanma sonrasında kullanılmak için farklı yöntemler geliştirilmiştir (JianLiu, 2008). DPF'ler yanma sonrasında motor içerisinde elimine edilemeyen emisyonları azaltabilmek için yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır.

DPF ile PM'in %90'dan fazlası egzoz gazından ayrılarak filtre edilebilmektedir. Dizel partikül filtrenin içerisindeki kanallar simetrik olarak açık ve kapalı uç sistemi şeklinde tasarlanmış olup açık uçtan giren gazın diğer ucun kapalı olması nedeniyle filtre içerisinde direk karşıya geçmemektedir. Bu engelleme sonucunda bir miktar geri basınç oluşur ve böylece egzoz gazı filtre içerisindeki kanalların duvarlarında bulunan gözenekli yapıdan akış gerçekleştirerek gözenek boyutuna göre partikül maddeler gözeneklerden geçemeyip sadece gazlar geçer ve egzoz gazı partikül maddeden ayrılmış olur (Şekil 2.3).



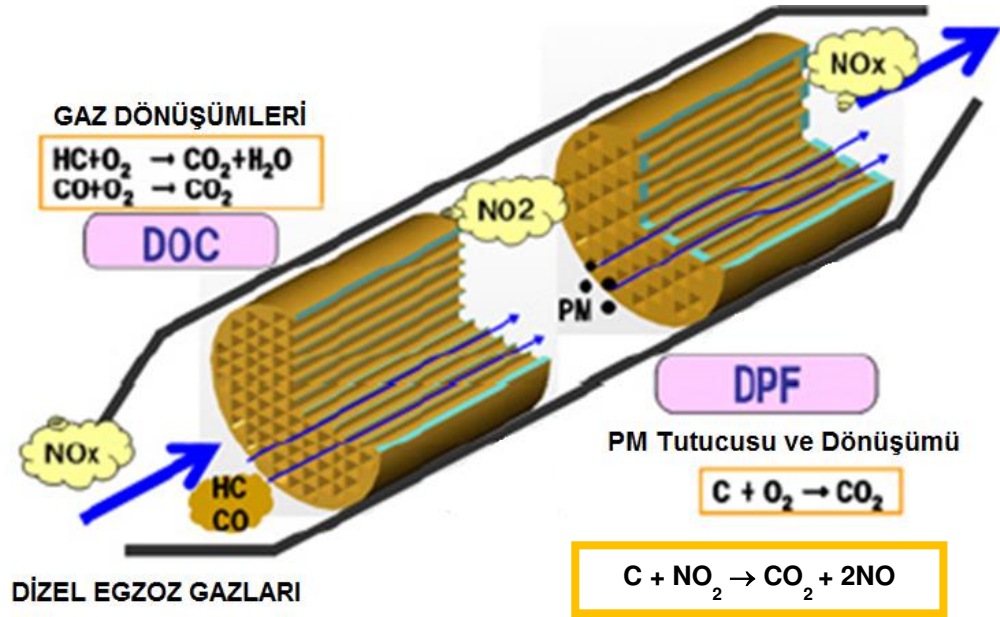
Şekil 2.3. a) Egzoz gazı girişi ve b) Partikül maddelerin hücre duvarlarında tutulması (Ohno, 2006).

Motorun çalışması sırasında çıkan her bir partikül maddenin filtreye gelmesi sonucunda PM'ler DPF içerisindeki kanallarda birikme meydana getirir, gözenekler tıkanır. Filtre kanallarındaki toplanan PM'ler filtre içerisindeki basıncın artmasına neden olacağı için rejenerasyon ile buradaki PM'ler yakılırlar ve dışarıya karbondioksit (CO_2) ve su (H_2O) buharı olarak atılırlar.

Biriken partikül maddelerin filtre duvarlarından arındırılması işlemine rejenerasyon işlemi denilip aktif ve pasif rejenerasyon olarak ikiye ayrılır. Pasif rejenerasyon da yanma işlemi katalitik bir reaksiyon ile gerçekleştirilir. Pasif rejenerasyon işlemi ise iki şekilde gerçekleştirilmektedir. Bunlar; dizel yakıtın içerisinde katkı maddesi olarak ve DPF'nin hücre yüzeylerinin katalitik reaksiyon oluşturacak şekilde katalitik etkiye sahip elementler kullanılmasıyla gerçekleştirilir. Katalitik etki olarak aktif demir ve seryum elementleri dizel yakıtlarda katkı olarak kullanılmaktadır. Katalist kaplamalı DPF'lerde genellikle değerli madde olarak platin elementi içerir. Dışarıdan herhangi bir etki olmaksızın partikül maddeler egzoz sıcaklığında yakılır (Krishna, 2007).

Aktif rejenerasyon egzoz gazlarının sıcaklığının yeterli olmadığı koşullarda partikül maddelere yakıt püskürtülerek yakılmasıyla oluşur. Aktif rejenerasyon belirli aralıklarla sürekli tekrar etmektedir (NYSERDA, 2007).

Oksidasyon katalizörü ile desteklenen bir DPF, Şekil 2.4'de görüldüğü gibi, egzoz gazındaki PM taneciklerinin neredeyse tamamını tutarak ve filtre içerisinde yakılarak daha az zararlı olan CO_2 gazına dönüştürür. Filtre içerisindeki yanmayı hızlandıracak olan katalizör kaplama, yakıt katkısına ihtiyaç duymadan kendisini yenileyebilmesini sağlar ve katkıların kullanılması ile doğacak performanstan daha iyi bir performans ortaya çıkarılır. Katalizör kaplama üzerindeki soy metaller (Pt, Rh, Pd) sayesinde PM ile tepkimeye girerek yanma sıcaklığını düşürme görevi göstermektedir (BMW, 2012).



Şekil 2.4. Dizel partikül filtrenin çalışma prensibi.

2.2. Dizel Partikül Filtre Malzemesinden İstenilen Özellikler

Dizel partikül filtre malzemesi olarak kullanılacak olan malzemelerden istenilen özellikler;

- Sıcaklık değişimlerinden daha az etkilenebilmesi için düşük ısıl genleşme katsayısı,
- Yüksek sıcaklıkta çalıştığı için yüksek ergime sıcaklığı,
- Malzemenin rejenerasyon sırasındaki ani sıcaklık değişimlerine dayanıklı olması için iyi termal şok dayanımı,
- Termal gerilmeleri azaltabilmek için yüksek termal iletkenlik,
- Hareket halindeki araçlarda titreşimden dolayı oluşan etkilere karşı koyabilmek için mekanik kararlılık,
- Rejenerasyon sırasından iyi termo-mekanik dayanım,
- Egzoz gazı içerisindeki sülfür ve su buharı bileşenlerine karşı dirençli olması için iyi korozyon dayanımı,
- Yüksek filtrasyon özelliğine sahip olmalıdır.

2.3. Dizel Partikül Filtre Malzemeleri

Dizel partikül filtre olarak kullanılan malzemelerde istenilen özelliklerin tamamını en iyi şekilde karşılayabilecek bir malzeme henüz bulunmamaktadır. Piyasada kullanılan malzemeler Çizelge 2.2’de verilmiştir.

Çizelge 2.2. Dizel partikül malzemesi olarak kullanılan bazı malzemelerin özellikleri.

Malzeme	Kordiyerit	SiC	Mullit	Al-Titanat	FeCrNi
Yoğunluk (g/cm ³)	2,1	3,1-3,2	2,9	3,3	8,1
Termal iletkenlik (W/mK)	1-3	90	4-5	1,5-3	14
Isıl Genleşme Katsayısı 20-1000 °C (10 ⁻⁶ 1/K)	0,9-2,5	4,7-5,2	4,4	0,5-3	17
Elastik Modül (GPa)	130	410	150	20	200
Mak. Yüksek Sıcaklık Dayanımı (°C) (Havada)	1350	1500	1600	1500	1250
Korozyon direnci*	-	+	0	0	-
Maliyet*	++	-	+	+	--

*++ çok iyi, + iyi, 0 orta, - zayıf, -- çok zayıf

2.3.1. Kordiyerit

Doğal bir malzeme olan kaolin, pirofilit ve talk gibi malzemelerden MgAl-silikat (Mg₂A₁₄Si₅O₁₈) elde edilir. Kordiyerit seramikler 1250 °C’de atmosferik ortamda sinterlenir. Maliyetinin ucuz olmasının yanında kordiyeritin başlıca avantajı rejenerasyon sırasında termal gerilmeleri azaltan, ekstrüzyon yönüne paralel olarak 0,4*10⁻⁶ 1/K’ya kadar optimize edilebilen çok düşük termal genleşme katsayısının olmasıdır. Kordiyerit DPF monolitik yani yekpare olarak üretilir. Corning ve NGK şirketleri kordiyerit (Şekil 2.5) DPF’leri pazara ürün olarak sunmaktadırlar (Corning, 2005; NGK, 2003). Kordiyerit filtrenin en büyük sorunu malzemenin erime noktasını aşan uygunsuz rejenerasyon şartlarında termal gerilme oluşumuna sebep olan düşük

termal iletkenlik olarak görünmektedir. Bu durumun iyileştirilmesi için çalışmalar devam etmektedir. Başka bir sorun ise sodyum elementi bulunan bileşiklerindeki gibi PM bileşenlerine karşı korozyon direncinin az olmasıdır (Locker, 2004).



Şekil 2.5. NGK firması tarafından üretilmiş kordiyerit DPF (NGK, 2014).

2.3.2. Alüminyum titanat (Al_2TiO_5)

Çok iyi termal şok direncine sahip olduğu için kataliz taşıyıcılarda ara tabakada (segment) ve portliner kaplamalar için otomotiv endüstrisinde de kullanılmaktadır. Alüminyum titanat kristalleri anizotropik ısı genleşme katsayılarına sahiptir. Üretilen ürünlerde oluşan mikro çatlaklar mukavemeti azaltmaktadır. Alüminyum titanat dizel partikül filtreler için mükemmel termal şok dayanıma sahip olmasına karşın mekanik mukavemeti, termal iletkenliği kordiyeritten daha düşüktür. Corning firması özellikle hafif hizmet taşıtları için alüminyum titanat esaslı filtre malzemesi geliştirmiştir (Corning, 2005; Ogunwumi, 2005).

2.3.3. Silisyum nitrür (Si_3N_4)

Silisyum nitrür (Si_3N_4) dizel partikül filtre üretiminde alternatif olarak kullanılabilecek seramik malzemeler arasında yer almaktadır. SiC ile karşılaştırıldığında daha yüksek dayanım sergiler, ancak nispeten daha düşük termal iletkenliğe sahiptir. 2003'de Asahi firması silisyumun nitridasyon yolu ile Si_3N_4 filtre ürettiğini bildirmiştir.

2.3.4. Silisyum karbür (SiC)

SiC seramikleri endüstride kullanım yerlerine göre çok farklı uygulama alanlarına sahiptirler. SiC filtreler kare şeklindeki segmentli kenar uzunluğu ~3.5 cm

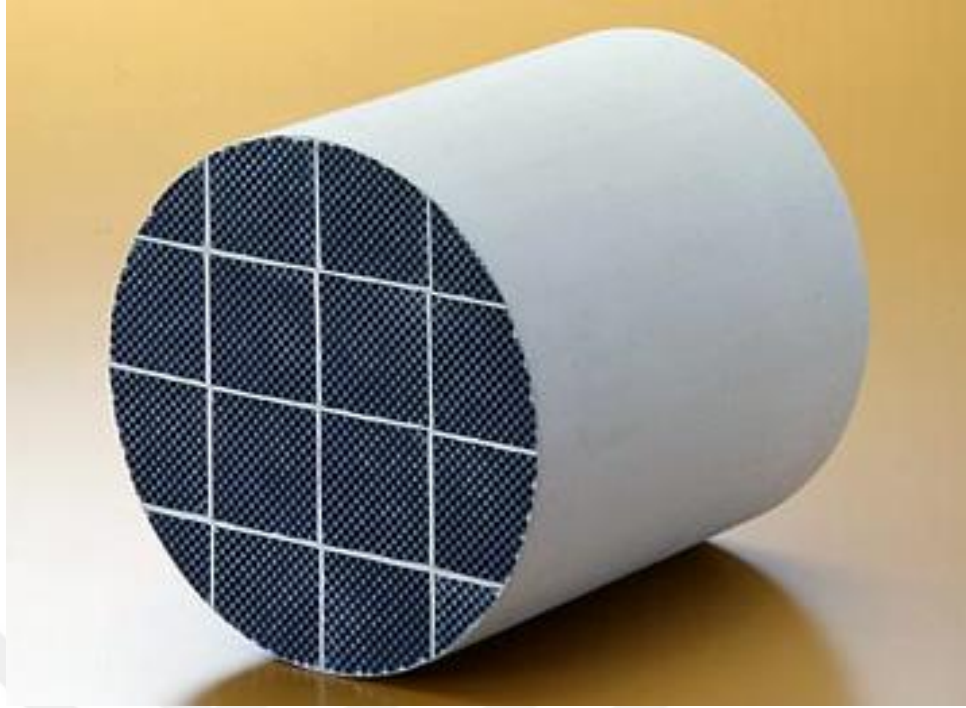
olan bal peteği kesitli olup ve alümina silikat fiberler, SiC toz ve silika karışımından oluşan bir çimentoyla yapıştırılırlar. SiC, kordiyeritten daha yüksek termal iletkenlik değerine sahip olduğu için rejenerasyon sırasında meydana gelebilecek gerilmeler karşısında daha avantajlıdır.

Rekristalize SiC (RSiC) üretiminde, iri ve çok ince tane boyut dağılımlardan oluşan hammadde karışımı kullanılır. Sinterleme işlemi sırasında çok ince taneler buharlaşarak iri tanelerin köşelerinde yeniden kristallenir ve taneler arasında bağlayıcı faz oluşur. Sinterleme sırasında gerçek anlamda bir sinterleme ve yapıda pekişme meydana gelmediği için şekillendirme işleminde yüksek yoğunluk sağlanmaya çalışılır. Üründe gözenek oranı yaklaşık %15-18 gibi yüksek seviyede olduğundan mekanik mukavemet ve oksitlenmeye karşı direnç özellikleri günümüzün standartlarını karşılamaktan uzaktır.

Silikat bağlı SiC (Si SiC); bağlayıcı olarak kullanılan kil, pişme sırasında sıvı faz meydana getirmektedir. Düşük viskoziteli fazın yüksek sıcaklıktaki mukavemeti olumsuz etkilemesi ile bu tür malzemenin uygulaması kısıtlı kalmıştır. Alümina silikat esaslı müllit fazını bağlayıcı olarak içeren malzemenin sıvı faz miktarı, kil bağlayıcıya kıyasla daha düşük ve viskozitesi daha yüksek olduğundan mekanik mukavemet biraz daha yükselmektedir. Ancak yine de yeterli servis ömründen uzak kalmıştır.

Sinterlenmiş SiC (S SiC); başlangıç malzemeleri mikronun altındaki ölçülerde bulunan α -SiC veya β -SiC tozuna %2'den fazla sinterleme ilaveleri kullanılarak üretilmektedir. Böylece saf SiC içeren kompleks ve yoğun parçalar pahalı olmayan yöntemlerle elde edilmiş olmaktadır. Sinterleme 1900-2000°C arasındaki sıcaklıklarda ve inert gaz atmosferinde gerçekleştirilir. Bu şekilde üretilen parçalar asidik ve bazik ortamlara karşı oldukça dayanıklı malzemelerdir.

NGK firması 2000 yılında silisyum bağlı SiC filtre malzemesini geliştirme çalışmalarına başlamıştır (Şekil 2.6). Gözenekli silisyum bağlı SiC filtre malzemeleri akışkan yataklarda 850°C'ye kadar sıcak gaz temizlemesinde başarılı bir şekilde kullanılmaktadır (NGK, 2003). SiC seramiklerin bal peteği şeklinde yekpare üretilmiş segmentsiz DPF tasarımları da mevcuttur. Segmentli yapıda üretilen SiC DPF ile termal değişimlerde ve üretim sırasında kuruma ve sinterleme esnasında oluşabilecek zararlar ve malzeme kaybı en aza indirilmiş olmaktadır.



Şekil 2.6. NGK firmasının ürettiği SiC DPF (NGK, 2003).

2.3.5. Mullit ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)

Mullit ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) mükemmel yüksek sıcaklık direnci ve yüksek dayanımı göstermektedir. Ancak korozyon direnci düşük olduğu için kimyasal etkilerden çok fazla etkilenmektedir. Mullit $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 'nin üzerinde ısıtıldığında eş eksenli ve iğnemsili taneli karışım oluşturma eğilimine sahip, kolayca üretilebilen ve yaygın olarak kullanılan seramik bir malzemedir. İğnemsili yapıdaki mullitten yapılan dizel partikül filtreleri yüksek filtreleme verimi, az basınç düşümü, hızlı rejenerasyon, yüksek sıcaklık kimyasal dayanımı ve yüksek mekanik dayanım göstermektedir. Mullitin dezavantajlarından biri termal iletkenlik değerinin yeterli olmamasıdır (Adler, 2005).

2.4. Gözenekli Seramikler

Malzemede gözenek miktarının ve boyutunun istediğimiz şekilde elde edilebildiği seramiklerdir. Gözeneksiz malzemeler ile karşılaştırıldığında özel durumlar sergilemektedirler (Gibson, 1997; Kelly, 2006).

Seramikler için gözenek, malzemede hasara neden olabilen bir kusur olarak biliniyordu. Ancak son yıllarda özellikle enerji ve çevre uygulamaları için ihtiyaç duyulan bir unsur haline gelmiştir.

Seramiklerde gözenek oluşumuyla birlikte; yüksek yüzey alanı, özgül mukavemet ve geçirgenlik elde edilirken; düşük ısı iletkenlik ve dielektrik sabiti değerleri elde edilmektedir. Bu özellikler gözenekli seramikleri, metal ve polimerin kullanılamayacağı yüksek sıcaklık dayanımında, kontrol edilebilir elektriksel özelliklere, yüksek korozyon ve aşınma direncine ihtiyaç duyulan yerlerde kullanılabilmesine olanak sağlamaktadır (Kelly, 2006; Brenzy, 2006; Studart, 2006; Colombo, 2006).

2.4.1. Gözenekli seramiklerin çeşitleri

Gözenekli seramikler içerisindeki; gözenek boyutuna, gözenegin konumuna ve yapısına göre çeşitlere ayrılmaktadır. Gözenek boyutuna göre seramikler mikro, mezo ve makro gözenekli seramikler olarak ayrılmaktadır. IUPAC gözenek boyutuna göre seramiklerin mikro gözenekli seramikleri 2 nm'den küçük gözenekleri bulunanlar, gözenek boyutu 2 ile 50 nm arasında olan mezo gözenekli seramikler, 50 nm'den büyük gözenekli seramikler ise makro gözenekli seramikler olarak adlandırmaktadır (Kelly, 2006; Studart, 2006; International Union of Pure and Applied Chemistry, 2014; Suzuki, 2009; Nettleship, 1996; Wara, 1996).

Gözenek yapılarına göre seramikler incelendiğinde gözenek yapıları köpük ve bal peteği şeklinde iki yapıya ayrılmaktadır. Bal peteği şeklindeki seramiklerde yapıdaki boşluklar birbirleri ile bağlantılı olup ağırsı bir seramik duvar ile çevrelenmiştir. Bal peteği şeklindeki seramikler yüksek geçirgenliğe sahiptirler. Köpük seramiklerde ise gözenekler kapalı durumdadır ve birbirleri ile bağlantıları yoktur. Köpük gözenekli seramikler, daha zayıf bir geçirgenliğe sahiptirler (Colombo, 2006; Wara, 1996).

Gözenekli seramikler, gözenek konumuna göre açık ve kapalı olmak üzere ikiye ayrılmaktadırlar. Açık gözenekli seramiklerde gözenek malzeme yüzeyi ile bağlantılı olup yüzey alanını artırır. Filtreleme, ayırma veya membran uygulamalarında açık gözeneğe sahip malzemeler tercih edilir. Kapalı yapıdaki gözenekli seramikler ise daha çok ısı, ses yalıtımı ve hafif yapı uygulamalarında kullanılırlar.

2.4.2. Gözenekli seramiklerin üretim yöntemleri

Gözenekli seramiklerin üretilmesinde istenilen gözenek boyutuna göre değişik yöntemler geliştirmiştir. Bu yöntemler polimer köpük replikasyonu, mekanik karıştırma

ile gaz oluşumu, por yapıcı ilaveler kullanılarak gözenekli seramiklerin üretilmesidir (Studart, 2006; Colombo, 2006).

2.4.2.1. Polimer köpük replikasyonu yöntemi ile gözenekli seramiklerin üretimi

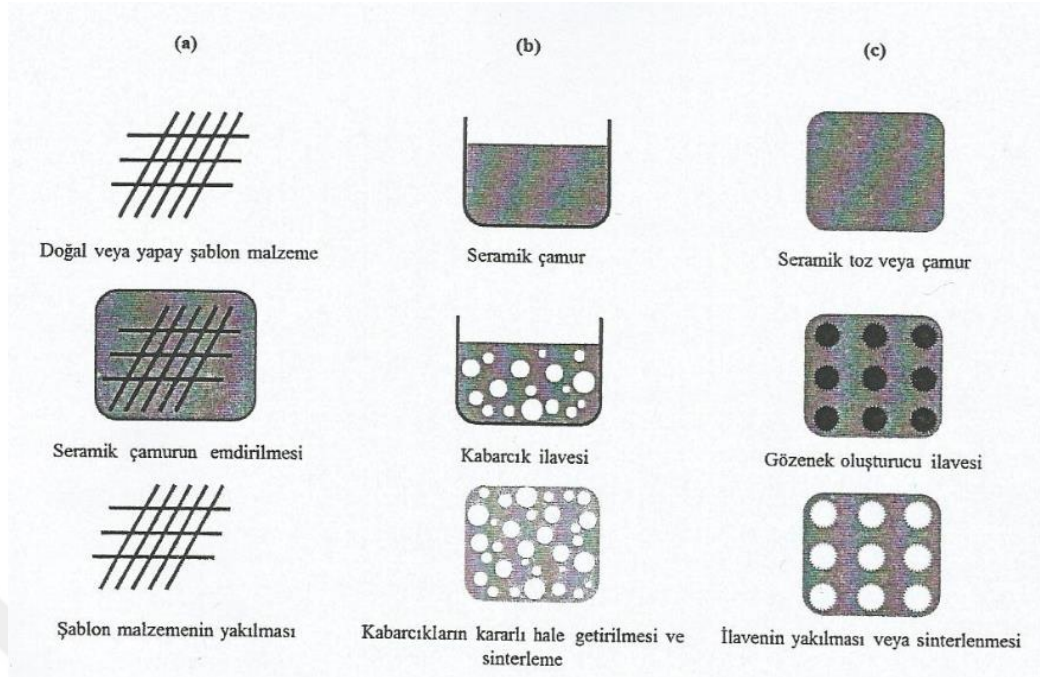
Seramik tozlardan oluşan çamur bu organik süngere iyice emdirilir. Çamurla kaplı organik ağlar, ısıtılma işlemi tabii tutularak malzeme içerisinde yakılarak uzaklaştırılır. Uzaklaştırılan köpük malzemesi sonrasında geriye gözenekli yapı olarak seramik malzeme kalır, daha sonra kuru çamurun sinterleme fırınında sinterleneceği sıcaklığa kadar ısıtılır.

2.4.2.2. Mekanik karıştırma ile gaz oluşumu gözenekli seramiklerin üretimi

Mekanik karıştırma veya gaz oluşumu ile seramik çamur içerisinde gaz kabarcıkları oluşturulur. Bu yöntemle, geniş aralıkta gözenekli seramikler üretilebilir. Fakat replikasyon ile üretilen köpükler ile karşılaştırıldığında daha az açık gözeneğe sahiptirler (Studart, 2006; Colombo, 2006).

2.4.2.3. Por yapıcı ilaveler kullanılarak gözenekli seramiklerin üretimi

Bu yöntem ile küresel şekilde ilaveler katılarak gözenekli yapı elde edilir. İlave edilen miktara bağlı olarak, köpükler açık veya kapalı gözenekli olur. Oluşabilecek gözenek miktarı kontrol edilebilir bir şekildedir. Katkı maddeleri uçucu malzemelerden olmak zorundadır ve düşük ısıtılma işlemi sırasında malzemeden uzaklaştırılmalıdır. Isıtılma işlemi için gerçekleştirilecek sıcaklık 200-600°C ve geniş zaman aralığıdır (Şekil 2.7) (Zivcova, 2009; Lemos, 2000).



Şekil 2.7. Gözenekli seramiklerin üretiminde kullanılan yöntemler a) Polimer köpük replikasyonu b) Mekanik karıştırma ile gaz oluşumu c) Por yapıcı ilaveler (Studart, 2006).

2.5. DPF Üretim Yöntemleri

Son 25 yıl boyunca, DPF konseptleri farklı filtre ortamları ve geometrik şekillere göre geliştirilmiştir. DPF çeşitlerinden öne çıkanlar; ticari olarak temin edilebilen ve prototip filtre olarak bulunan ekstrüzyon ile üretilmiş seramik (kordiyerit, alüminyum titanat, silisyum karbür, mullit vb.) ve metalik (sinterlenmiş metal tozları, dokunmamış fiber keçeleri ve metal köpükleri vb.) malzemeleri içerir. Daha az öne çıkan tasarımlar, seramik köpüklerin farklı çeşitlerinin yanı sıra seramik kaplamalardan üretilmiş filtrelerdir.

DPF üretimi başlıca 3 şekilde yapılmaktadır. Bunlar: reaksiyon sinterleme, polimerik sünger (köpük) prosesi, gözenek yapıcı por ilavesi ile üretim yöntemleridir.

Reaksiyon sinterleme birden fazla bileşene sahip hammaddenin birleşenlerinin sinterleme prosesi esnasında reaksiyona girerek yoğunlaşmayı ve son bileşime ulaşmaya sağlayan bir tekniktir. Ürün son şekline katı-katı, katı-sıvı veya katı-gaz reaksiyonları sonucunda ulaşabilir.

Polimerik sünger prosesi ile üretim yönteminde açık gözenekli birbiriyle temas halinde devam eden açıklıklı süngerlerin seramik çamuruna daldırılıp daha sonrasında polimer süngerin yakılarak uzaklaştırılmasıyla elde edilen gözenekli seramiklerin üretilmesidir.

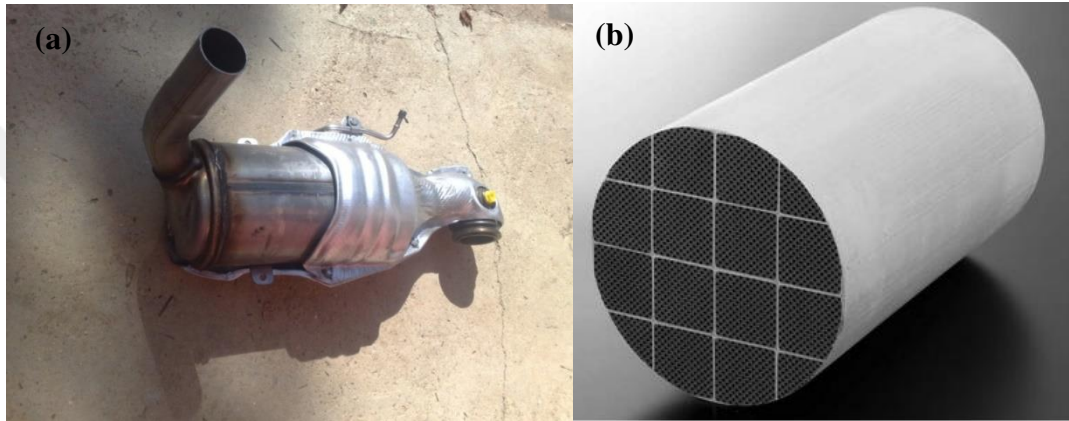
Por yapıcı ilaveler kullanılarak yapılan üretim, hazırlanan çamurun içerisine küresel, fiber katkı maddeleri kullanılarak gözenekli seramiklerin elde edilmesi yöntemidir. Yapılan bu yöntemde de malzeme içerisindeki por ilaveler yakılarak uzaklaştırılır ve gözenekler elde edilir.



3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

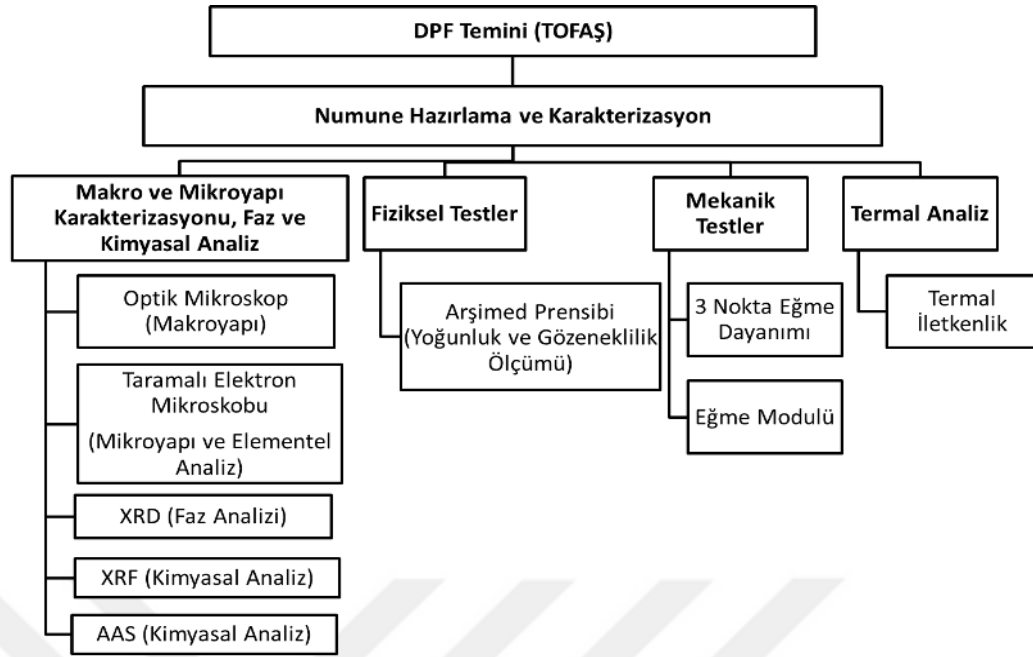
3.1. Malzeme

Çalışmada Tofaş otomobil fabrikasının ürettiği Fiat Linea model aracın egzoz gazı arıtma sisteminin parçası olan DPF temin edilerek, farklı teknikler ile karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Temin edilen DPF parçalara ayrılarak deneylerde kullanılmak üzere numuneler alınarak hazırlanmıştır. Şekil 3.1’de çalışmada kullanılan egzoz gazı arıtma sistemi ve DPF parçası verilmiştir.



Şekil 3.1. Fiat Linea marka modelli aracın a) Egzoz gazı arıtma sistemi b) Dizel partikül filtresi.

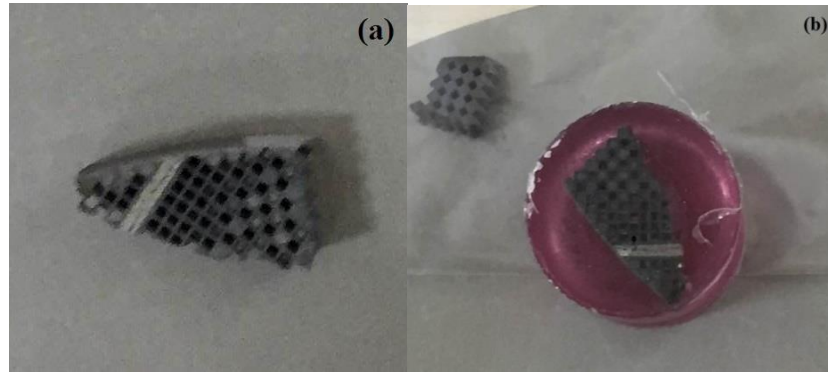
Dizel partikül filtreye uygulanan karakterizasyon teknikleri, test ve analizler şematik olarak Şekil 3.2’de gösterilmiştir. Yapılan deneyler; makroyapı ve mikroyapı karakterizasyonu, faz ve kimyasal analizler, fiziksel testler, mekanik testler, termal analizler uygulanmıştır.



Şekil 3.2. DPF'ye uygulanan test/analiz/karakterizasyon teknikleri.

3.2. Makroyapı Analizleri

Dizel partikül filtrenin (DPF) makroyapısı çıplak gözle cetvel ile ölçülmüştür. Ayrıca düşük büyütmelemlerde Nikon marka LV150 model optik mikroskop ve Zeiss Supra 50VP model taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelenmiş olup hücre yapısı ve boyutları, iskelet yapısı hakkında bilgi elde edilmiştir. Optik mikroskop ile inceleme öncesinde numuneler polimer reçine içerisine soğuk kalıba alınıp yüzeyi 1000'lik zımpara kullanılarak parlatılmıştır. Şekil 3.3'de numunelerin kalıba alınmadan önceki ve sonraki halleri verilmiştir.



Şekil 3.3. (a) Kalıba alınmadan önceki ve (b) Kalıba alınan DPF numunesinin görüntüleri.

3.3. Mikroyapı Analizi ve Elementel Analiz

Mikroyapı ve elementel analizler yapılmak üzere DPF'den numuneler alınmıştır. Numuneler ilk olarak soğuk kalıba alınıp kaba zımparalama ve parlatma işlemlerine tabi tutulmuştur. Bu işlemler sırasında zımparalama işlemi için SiC zımparalar kullanılırken parlatma işlemi için DAC ve NAP solüsyonları ve çuhaları kullanılmıştır. Bu işlemin akabinde iletkenliğin sağlanabilmesi için Au/Pt/Pd kaplaması yapılmıştır. Ancak soğuk kalıp malzemesi olarak kullanılan polimer reçineden kaynaklanan karbon(C) sinyalleri ve DPF içerisinde mevcut olan Platinyum (Pt) elementinin miktarının tam olarak saptanamamasından dolayı kalıba alınmadan kalıpsız olarak Şekil 3.4'te gösterilen FEI Nova NanoSEM650 marka cihaz ile EDX analizleri gerçekleştirilmiştir. Analizler sırasında geri yansıyan elektron(BEI), ikincil elektron(SE) ve enerji dağılımlı X-ışını (EDX) detektörleri kullanılarak DPF segmentlerinin ve birleştirme harcının mikroyapı ve elementel analizi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.4. Çalışmada kullanılan FEI Nova NanoSEM650 Model Taramalı elektron mikroskobu (SEM).

3.4. Atomik Absorpsiyon Spektrometresi

Atomik absorpsiyon spektroskopisi ışın kaynağından çıkan elektro manyetik dalgaların gaz halindeki atomların absorbe edilmesi sonucunda ışık şiddetinin azalması ile ölçülür. Çalışmada Şekil 3.5a'da görülen Analitik Jena-ContrAA 300 model AAS cihazı kullanılarak DPF'deki soy metallerin miktarı tespit edilmiştir. AAS tekniğinde metallerin çoğunluğu ile ametallerin az bir kısmı ölçülebilmektedir. Hangi elementin analizi yapılacaksa cihaza takılacak olan katot lambası kullanılır.

Numune hazırlama işleminde 0.1 gram malzeme 9 ml HNO_3 ve 1 ml H_2O_2 teflon kap içine eklenmiş, Şekil 3.5 b'de görülen CEM MARS 6 Mikrodalga sistemi ile inorganik yakma metodunda 210°C 'de 15 dakika boyunca ısıtılmıştır. Elde edilen çözelti 250 ml'ye saf su ile seyreltilmiştir. Kalibrasyon eğrisi çizmek için standartlar hazırlanmış ve contrAA 300 sistemi ile okutularak absorbansa karşı derişim eğrisi çizilmiştir. Çözelti okutularak, derişimi belirlenmiştir.



Şekil 3.5. Çalışmada kullanılan atomik absorpsiyon spektrometresi (AAS) a) Analitik Jena-ContrAA 300 ve b) CEM-Mars 6 cihazları.

3.5. Faz Analizi

DPF'nin faz bileşimlerinin belirlenmesi Panalytical Empyrean model X-ışını difraksiyon (XRD) cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.6). XRD analizi öncesinde numuneler toz haline getirilmiştir. X-ışınları ile faz analizinin temeli Bragg Kanuna dayanır. Numune üzerine gönderilen x-ışınları düzlemlerdeki atomlara çarptıktan sonra geldikleri açıyla yansır. Bu açıya Bragg Açısı denilmektedir.



Şekil 3.6. Çalışmada kullanılan Panalytical Empyrean model X-ışını difraksiyon (XRD) cihazı.

3.6. X-Işınları Floresans (XRF) Tekniği ile Elementel Analiz

Rigaku ZSX Primus model (Şekil 3.7) dalga boyu saçınımlı XRF cihazı ile DPF tozlarının elementel analiz yapılmıştır. Analiz öncesinde numuneler toz haline getirilmiştir.



Şekil 3.7. Çalışmada kullanılan Rigaku ZSX Primus model XRF cihazı.

3.7. Üç Nokta Eğme Testi

Eğme mukavemetinin tespiti için ASTM C1674 standartlarında numune hazırlanarak Shimadzu marka universal mukavemet cihazı (Şekil 3.8) ile 3 nokta eğme testi uygulanmış ve Eşitlik 3.1, 3.2 ve 3.3 kullanılarak eğme mukavemeti, deformasyon ve elastik modül değerleri hesaplanmıştır.

$$\sigma = \frac{3.F.L}{2.B.W^2} \quad (3.1)$$

$$\varepsilon = \frac{6.f.W}{L^2} \quad (3.2)$$

$$E = \frac{1.F}{4.B.f} \cdot \left(\frac{L}{W}\right)^3 \quad (3.3)$$

Eşitliklerde σ , gerilme, F, uygulanan kuvvet (N), L, iki destek arasında kalan numune boyu (mm), B, numune genişliği (mm), W, numune kalınlığını (mm), ε , deformasyon, E, elastik modül ve f, bükülmeyi (N) ifade etmektedir.



Şekil 3.8. 3-Nokta eğme test düzeneğinin şematik görünümü.

3.8. Gözeneklilik Miktarının Tespiti

Dizel partikül filtrenin teknik olarak kullanıldığı uygulama gereği gözenekli (porlu) bir yapıya sahip olması gerekmektedir. Ancak bu porlu yapının kontrollü bir şekilde üretilmiş olması gerekmektedir. Temin edilen DPF'nin bulk yoğunluğu ve toplam gözenek miktarının belirlenmesi için Arşimed prensibi kullanılmıştır. Bu prensibe göre, bir maddenin sıvı içindeki ağırlığı, o maddenin kuru ağırlığı ile batmaya karşı gösterdiği direnç kuvvetinin farkına eşittir. Arşimed prensibiyle yoğunluk ölçümü (Şekil 3.9) için, numunelerin kuru ağırlıkları (W_1) alınıp, gözeneklerin içinde kalan havanın uzaklaştırılması için yaklaşık 4 saat kaynatıldıktan sonra, askıdaki ağırlıkları (W_2) ölçülecek, sonrasında sıvı sızdırılmış haldeki ağırlıkları (W_3) ölçülerek Eşitlik 3.4 yardımıyla bulk yoğunluk ve Eşitlik 3.5 ile %toplam gözenek değerleri hesaplanmıştır (psu: suyun özkütlesi).

$$\text{Bulk yoğunluk} = \frac{W_1}{W_3 - W_2} \times \delta_{su} \quad (3.4)$$

$$\% \text{Toplam porozite} = 1 - \left(\frac{\delta_{bulk}}{\delta_{teorik}} \right) \times 100 \quad (3.5)$$



Şekil 3.9. Arşimet prensibi ile yoğunluk ölçümü deney düzeneği.

3.9. Termal Analiz

Bu tür gözenekli yapıdaki malzemelerin termal iletkenliklerini belirlemek güçtür. DPF'nin termal iletkenliği C-Therm marka oda sıcaklığı termal iletkenlik cihazı kullanılarak ölçülmüştür (Şekil 3.10). DPF'nin ısı iletkenlik ölçümü farklı yönlerde yapılarak ortalama değeri alınmıştır.

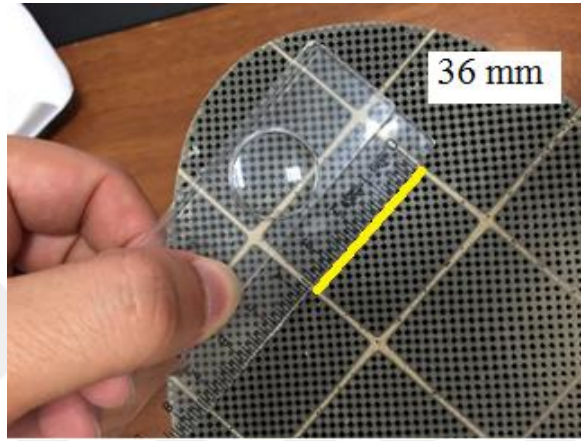


Şekil 3.10. Çalışmada kullanılan C-Therm marka termal analiz cihazı.

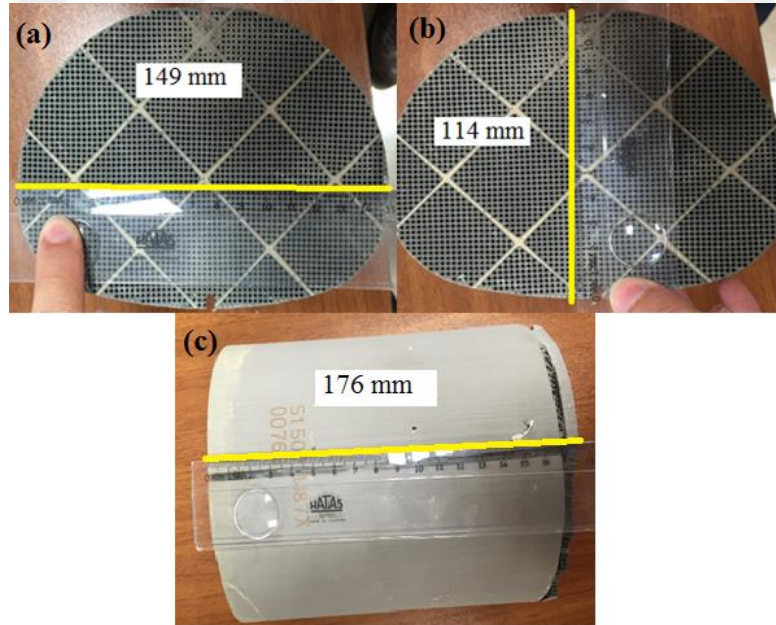
4. SONUÇLAR ve TARTIŞMA

4.1. Makroyapı Analizi

Dizel partikül filtreyi oluşturan segmentlerin ve parça bütünüünün boyutları cetvel ile ölçülmüştür. DPF parçasını oluşturan segmentler kare şeklinde bir geometriye sahip olup kenar uzunluğu 36.5 mm'dir (Şekil 4.1). Parça bütünü değerlendirildiğinde (Şekil 4.2) DPF'nin uzunluğu 176 mm, eni 149 mm ve yüksekliği 114 mm'dir.

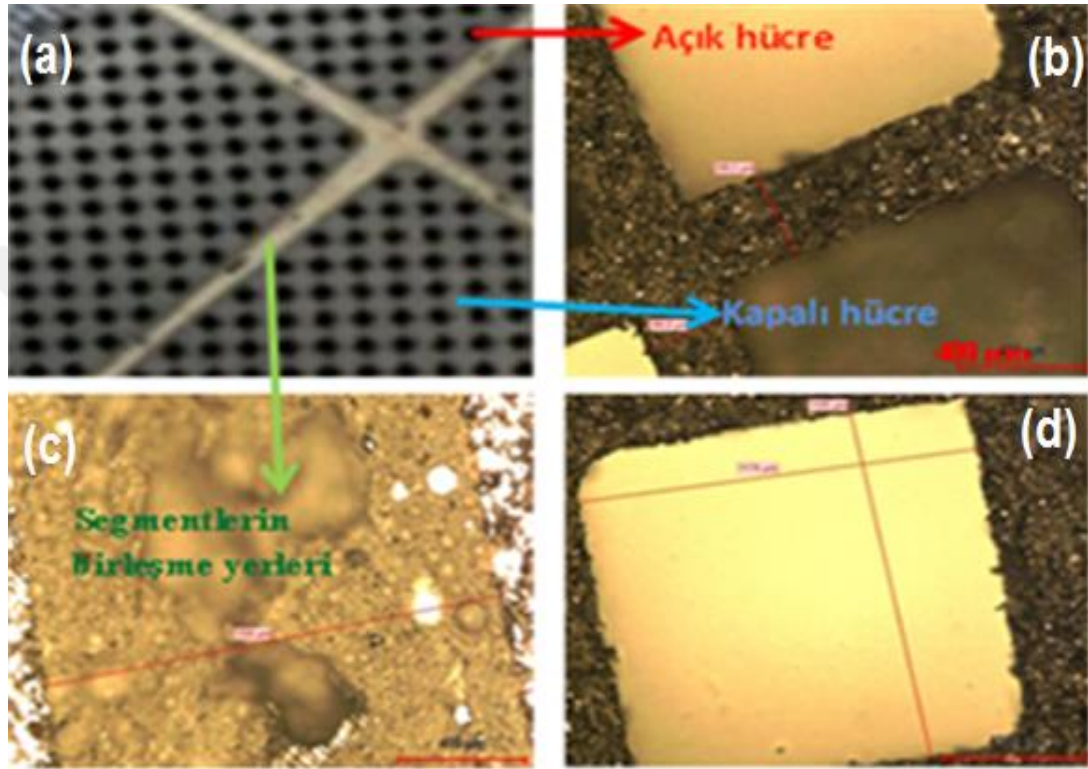


Şekil 4.1. DPF'nin kare şeklindeki segmentlerin bir kenarının ölçüsü.



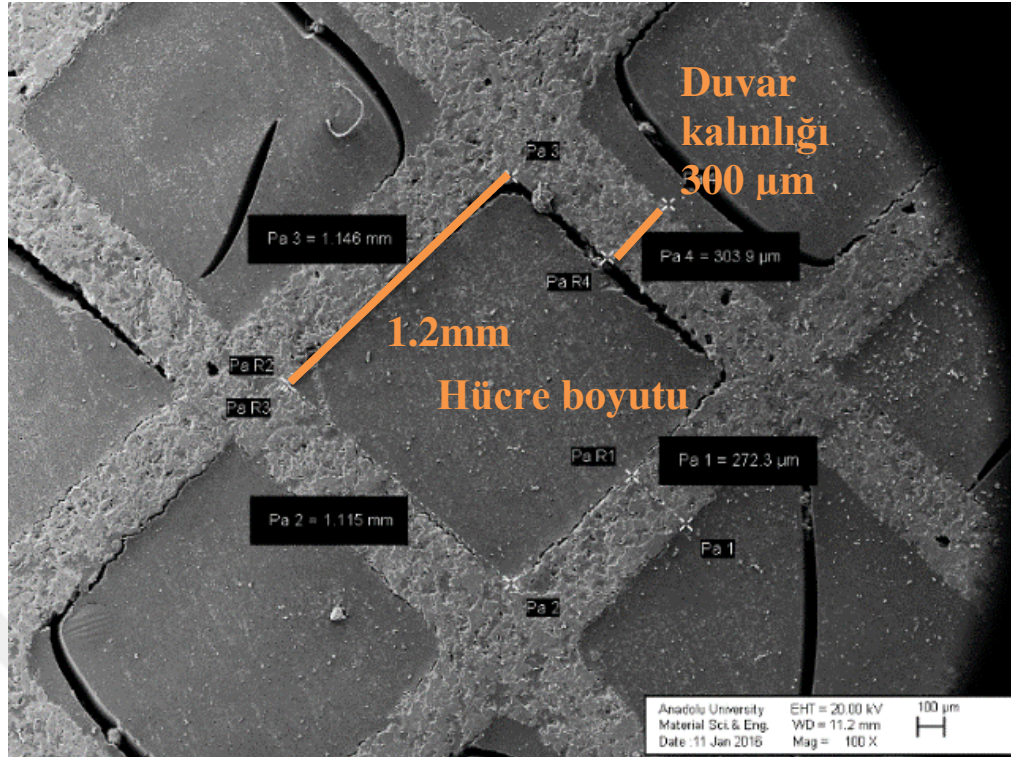
Şekil 4.2. DPF'nin makroyapısının a) Genişlik ölçüsü b) Yükseklik ölçüsü c) Uzunluk ölçüsü.

Optik mikroskop incelemeleriyle dizel partikül filtrenin açık ve kapalı hücrelerden oluştuğu (Şekil 4.3 a), hücre içi boyutlarının $\sim 1195 \times 1178 \mu\text{m}$ (Şekil 4.3 d) ve iskelet kalınlığının $\sim 300 \mu\text{m}$ (Şekil 4.3 b) olduğu tespit edilmiştir. Segmentlerin birbirleriyle birleştirilmesinde kullanılan harcın kalınlığının $1500 \mu\text{m}$ olduğu belirlenmiştir (Şekil 4.3c).



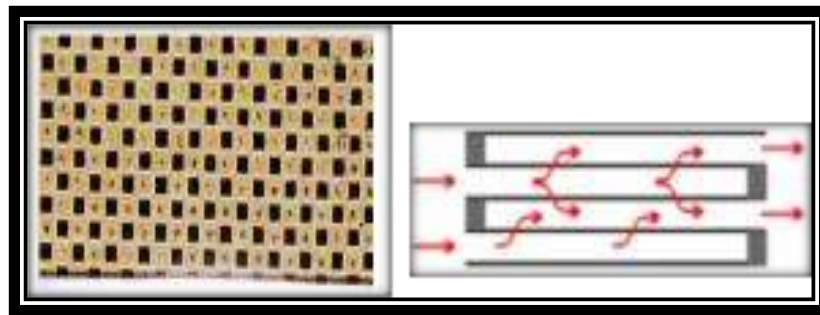
Şekil 4.3. (a) DPF makroyapısı, (b) Optik mikroskop ile açık ve kapalı hücre, iskelet yapısının gösterimi, (c) Segmentlerin birleşme bölgeleri, (d) Açık hücrenin optik mikroskop görüntüsü.

Taramalı elektron mikroskobu ile düşük büyütmede (100x) yapı incelemesi yapılarak sonuçlar optik mikroskop sonuçları ile desteklenmiştir (Şekil 4.4). İncelemeler neticesinde iskelet yapının kalınlığının $\sim 300 \mu\text{m}$ olduğu ve hücre boyutlarının $\sim 1\text{mm}$ olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.4. DPF'nin SEM-SE detektörü ile alınmış görüntüsü (100x).

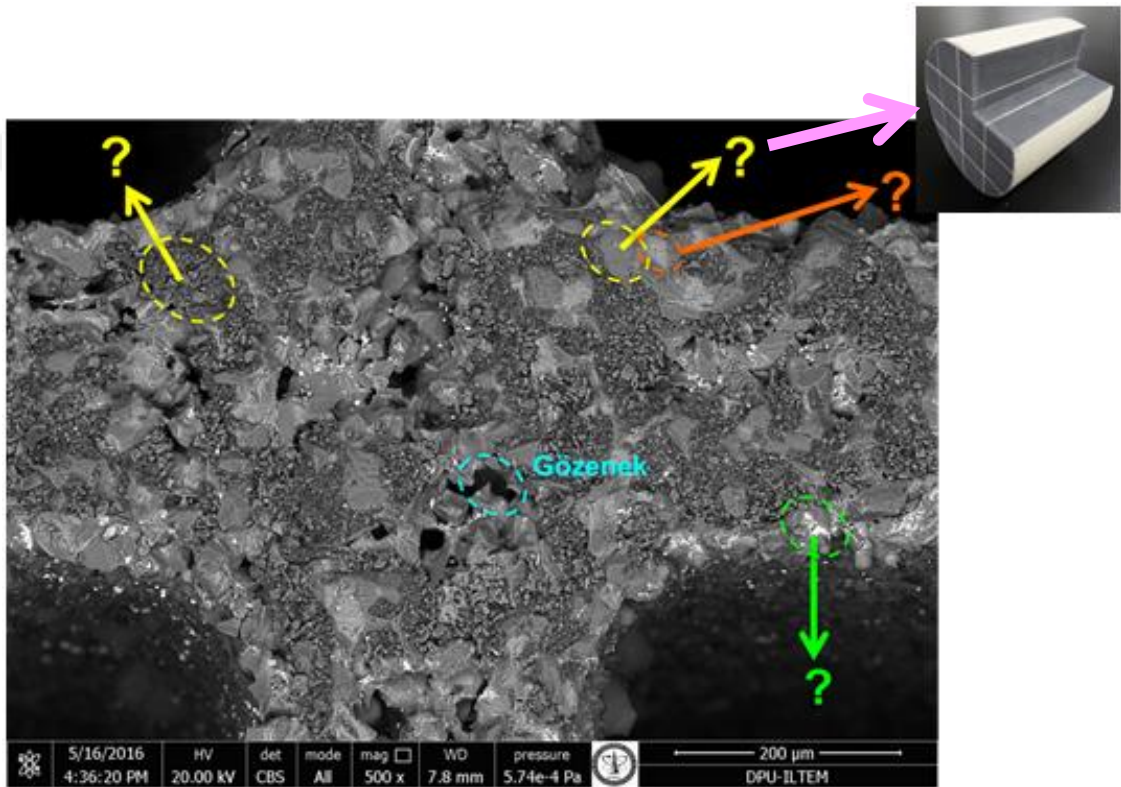
Makroyapısal incelemeler sonucunda, DPF'nin tek bir parçadan oluşmayıp (monolitik) ekstrüzyon tekniği ile üretilen segmentlerin birleştirilmesiyle üretildiği bilgisine ulaşılmıştır. Parça bütünü değerlendirildiğinde boyu 176 mm, eni 149 mm ve yüksekliği 114 mm'dir. DPF parçasını oluşturan segmentler kare şeklinde bir geometriye sahip olup kenar uzunluğu 36.5 mm'dir. Segmentli yapıda açık ve kapalı kanallar mevcuttur. Bu durum filtre tasarımının duvar akışlı olduğunu (Şekil 4.5), egzoz gazının geçtiği yolun tek tarafının açık, tek tarafının kapalı olduğunu ifade etmektedir. Bu sayede iki yol arasındaki gözenekli yapı büyük partikülleri filtrelemiş olur.



Şekil 4.5. Duvar akışlı DPF altlık yapısı ve kütle akış paterni.

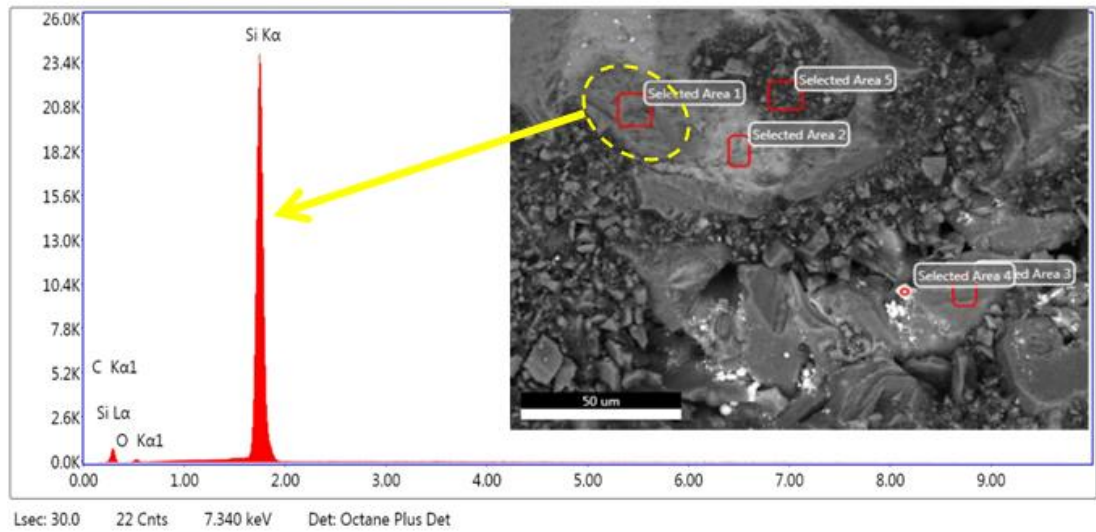
4.2. Mikroyapı ve Elementel Analiz

DPF'nin iskelet yapısına ait taramalı elektron mikroskobu, geri yansıyan elektron detektörü görüntüsü (SEM-BSE) Şekil 4.6'de verilmektedir. SEM-BSE detektörünün çalışma prensibine göre ağır elemente sahip fazlar açık renkli gözlenirken hafif elemente sahip fazlar koyu renkli olarak gözlemlenmiştir. Mikroyapıda 4 farklı renkte bölgeler mevcuttur (Koyu gri, açık gri, siyah ve beyaz). Koyu gri renkli bölgelerde ise kaba ve ince taneler mevcuttur.



Şekil 4.6. DPF'nin iskelet yapısının SEM-BSE görüntüsü.

Şekil 4.6'deki tanelerin kimyasal kompozisyonunu belirlemek amacıyla her farklı renkteki bölgeden EDX analizi yapılmıştır. Şekil 4.7'de DPF'nin iskelet yapısındaki koyu gri renkli tanelerden alınan SEM-EDX alan analizi sonucu verilmektedir. Temel pikler Si ve C olup düşük şiddette O pikine rastlanmıştır. Çizelge 4.1'de belirtilen bölgedeki elementlerin yüzdece ağırlıkları verilmektedir. Elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde koyu gri renkli bölgelerin SiC taneleri olduğu ve O piklerinin varlığı SiC tanelerinin yüzeyindeki yüzey silikası (SiO) kaynaklanmaktadır.



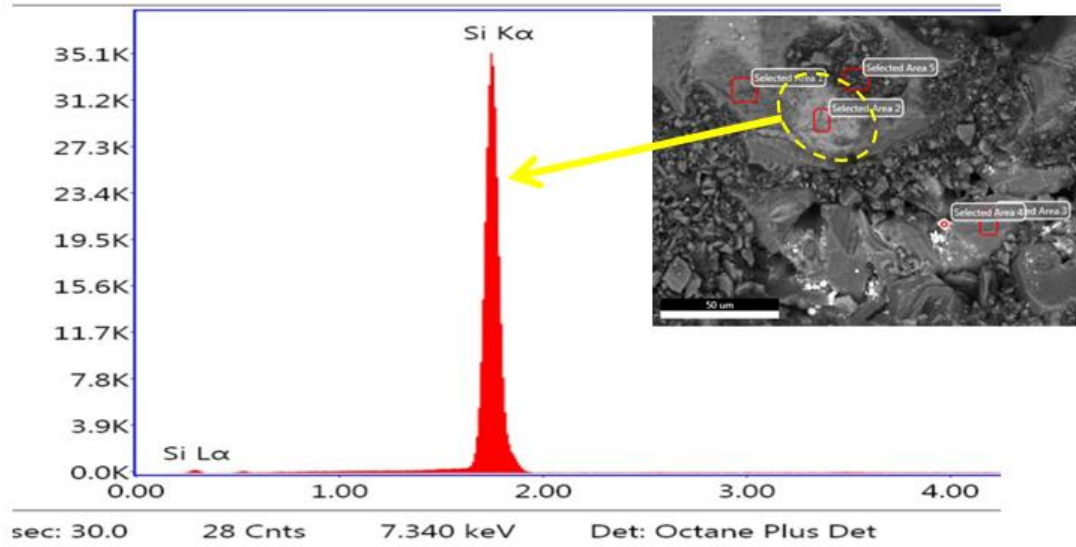
Şekil 4.7. Kaba SiC tanesine ait SEM görüntüsü ve EDX alan analizi spektrumu.

Koyu gri renkli ve ince tanelerden alınan EDX alan analizi spektrumu Şekil 4.10’da ve Çizelge 4.4’te gösterilmektedir. EDX analizinde koyu gri renkli bölgeler ince SiC tanelerini göstermektedir. Şekil 4.7’de olduğu gibi temel pikler Si ve C olup, az miktarda Al ve O piklerine rastlanmıştır.

Çizelge 4.1. Kaba SiC tanelerine ait EDX analizi.

Element	% Ağırlık
C	25.38
O	0.78
Si	73.84

Şekil 4.8’de DPF’nin iskelet yapısındaki açık gri renkli tanelerden alınan EDX alan analizi spektrumu görülmektedir. EDX alan analizinde tek element Si olup (Çizelge 4.2) Si tanesine aittir.

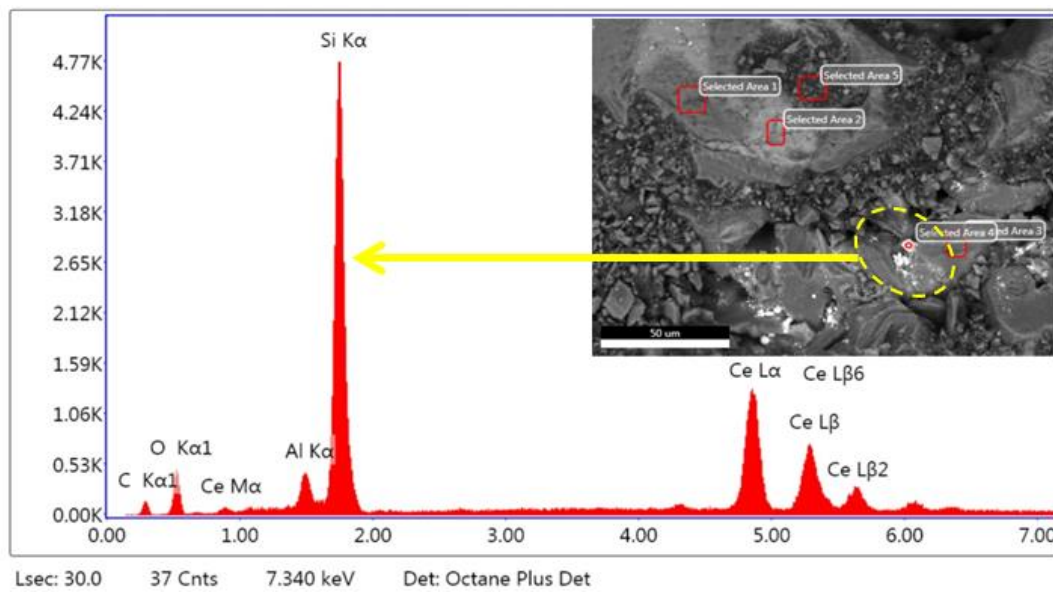


Şekil 4.8. Si tanesini SEM görüntüsü ve EDX alan analizi spektrumu.

Çizelge 4.2. Si tanesine ait EDX analizi.

Element	% Ağırlık
Si	100.00

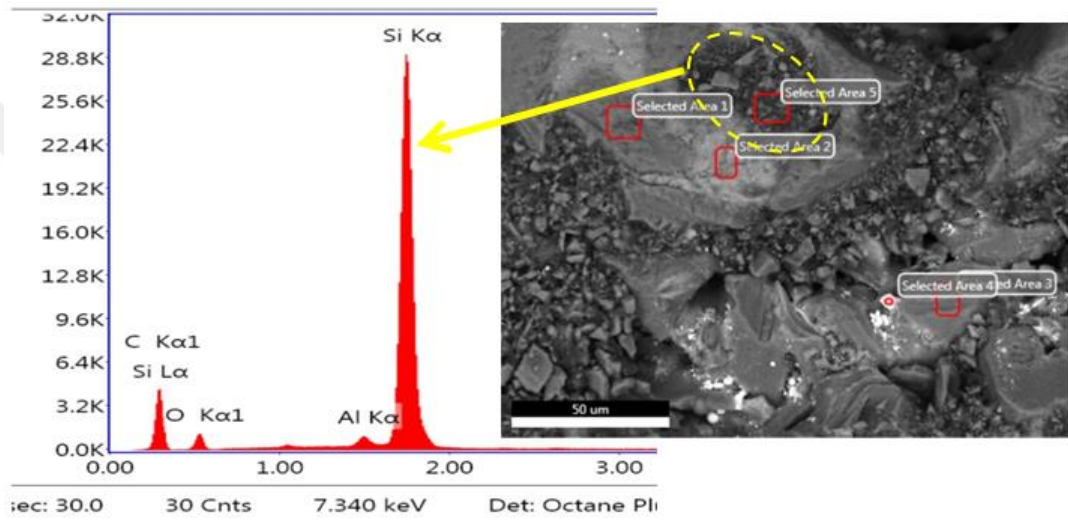
Mikroyapıdaki beyaz renkli bölgelerden alınan EDX alan analizi spektrumu Şekil 4.9’da verilmektedir. Ağırlıkça en fazla olan element (Çizelge 4.3) Ce olup, beyaz renkli bölge Ce tanesini işaret etmektedir. Ce’nin literatür de kataliz etkisi olduğu iyi bilinmektedir. EDX alan analizi yapıldığı için bir miktar Si, Al, O ve C piklerine de rastlanmıştır.



Şekil 4.9. Beyaz renkli bölgeden alınan EDX alan analizi spektrumu.

Çizelge 4.3. DPF numunesine ait Ce/CeO₂'çe zengin bölgenin elementel % ağırlığı.

Element	% Ağırlık
C	3.10
O	3.30
Al	3.21
Si	30.05
Ce	60.34



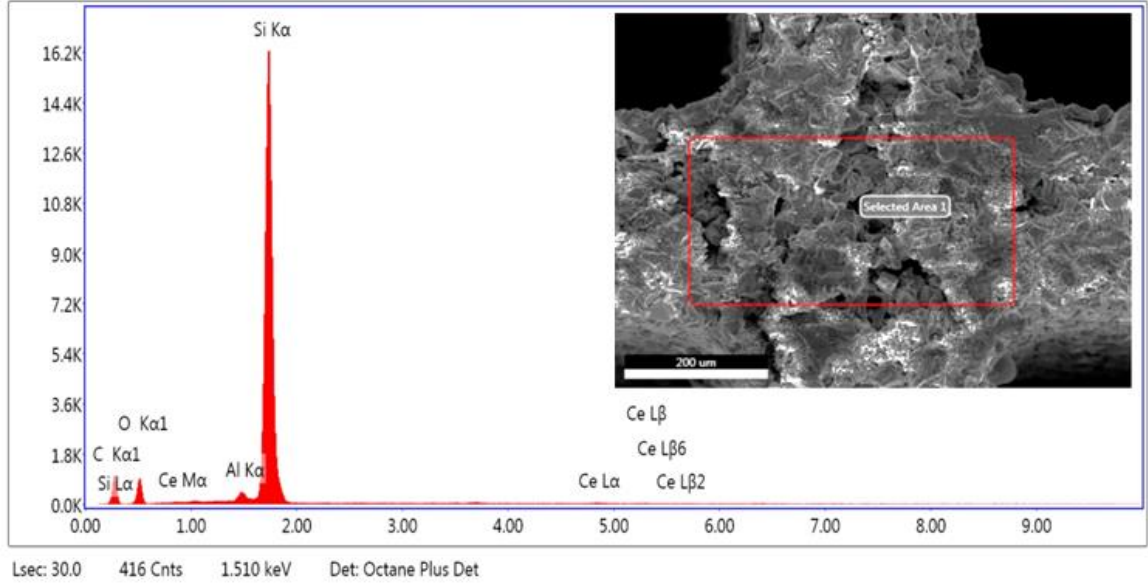
Şekil 4.10. Koyu gri renkli ve ince tanelerden alınan EDX alan analizi spektrumu.

Çizelge 4.4. Koyu gri renkli ve ince tanelerden alınan EDX alan analizi.

Element	% Ağırlık
C	48.04
O	4.92
Al	1.24
Si	45.80

Şekil 4.11’de DPF’nin iskelet yapısına ait EDX alan analizi yapılmıştır. Elementlerin yüzdece değişimleri Çizelge 4.5’te gösterilmiştir. DPF’nin iskelet yapısının Si ve C atomlarından oluştuğu tespit edilmiştir. O piki SiC’ün yüzey silikası (SiO₂), gelmektedir. Al ve Ce pikleri iskelet yapıda da az miktarda

Ce/CeO₂ ve Al₂O₃ olduğunu göstermektedir. Bu tür malzemeler katalitik etkiyi arttırmak için ilave edilmektedir.

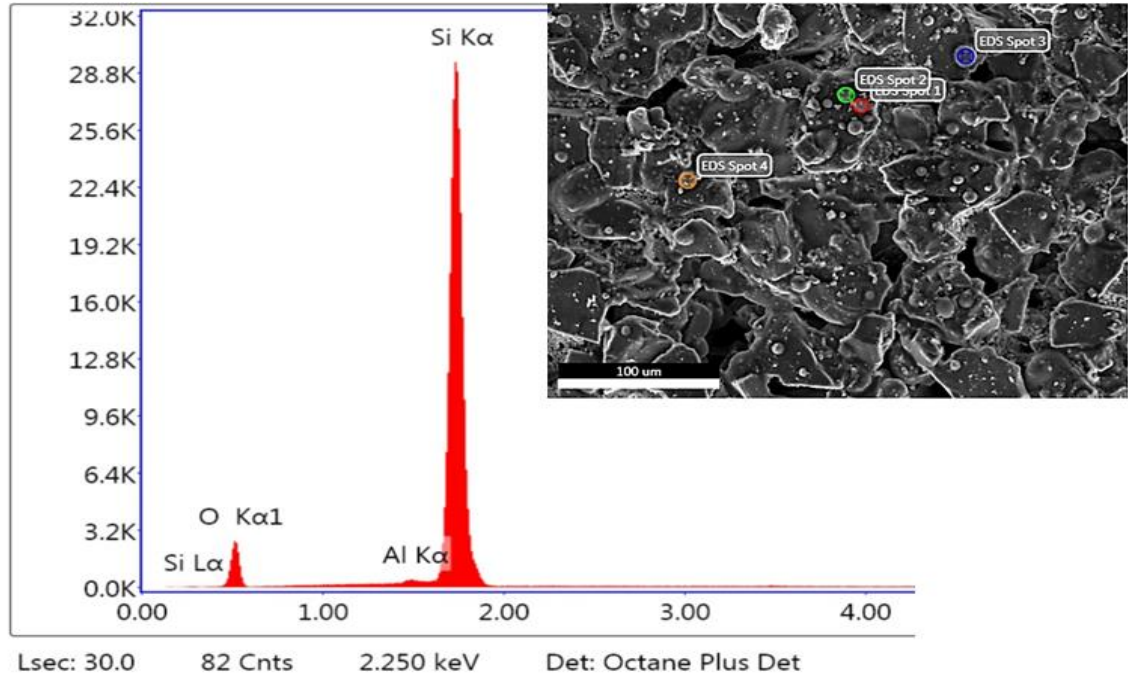


Şekil 4.11. DPF'nin iskelet yapısının EDX alan analizi spektrumu.

Çizelge 4.5. DPF'nin İskelet yapısının EDX analizi.

Element	% Ağırlık
Si	58.98
C	30.90
O	7.98
Al	1.1
Ce	1.03

DPF'nin iskelet yapısındaki hücreler arasındaki duvarın (Şekil 4.18a) SEM-EDX alan analizi Şekil 4.12'de mevcut elementler verilmiştir. Küresel tanelerden alınan EDX nokta analizi sonrasında Si temel element olduğu saptanmıştır. Bu durum DPF'nin reaksiyon bağlamalı teknik ile üretildiğini göstermektedir. Reaksiyon bağlamalı sinterleme tekniği ile üretilen DPF'lerde fazla artık Si taneleri reaksiyona girmeden kalmaktadır. Ce, Al, Pt piklerinin verdiği ise SiC DPF iskeletinin üzerine Al₂O₃, Ce/CeO₂ ve Pt ile kaplandığını göstermektedir.



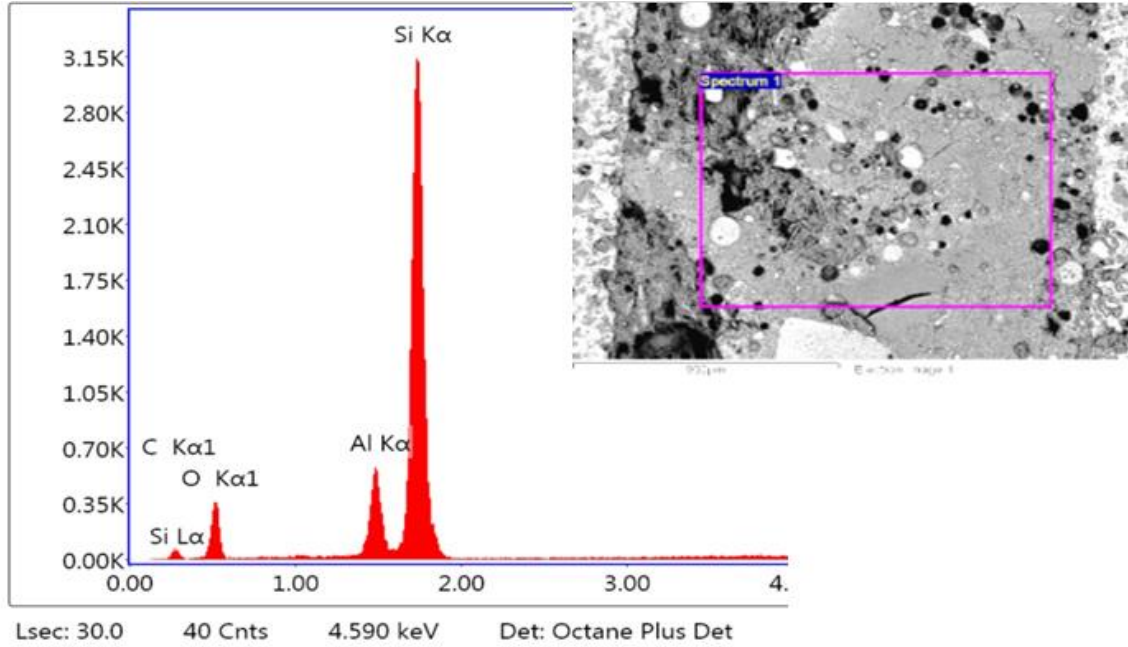
Şekil 4.12. DPF'nin iskelet yapısındaki hücre duvarlarının SEM-EDX alan analizi spektrumu.

Çizelge 4.6. İskelet yapının hücre duvarında alınan EDX analizi.

Element	% Ağırlık
C	3.79
O	16.39
Al	3.26
Si	66.06
Ce	7.75
Pt	2.75

DPF'nin segmentlerin birleşim bölgelerindeki harcın EDX analizi (Şekil 4.13) yapılmış olup içyapısındaki başlıca elementleri Si ve C olduğu bulunmuştur. Diğer elementler ise Al ve O'dir. Çizelge 4.7. elementlerin % ağırlıkları verilmektedir. Elde edilen EDX analizi sonuçları segmentleri birleştirmede kullanılan harcın da SiC tozundan oluştuğunu göstermektedir.

İskelet yapı ve harcın benzer kimyasal kompozisyonlarda olması yüksek sıcaklıklarda ısı genleşme katsayısı farkından kaynaklanabilecek problemlerin oluşmasını engelleyecektir.

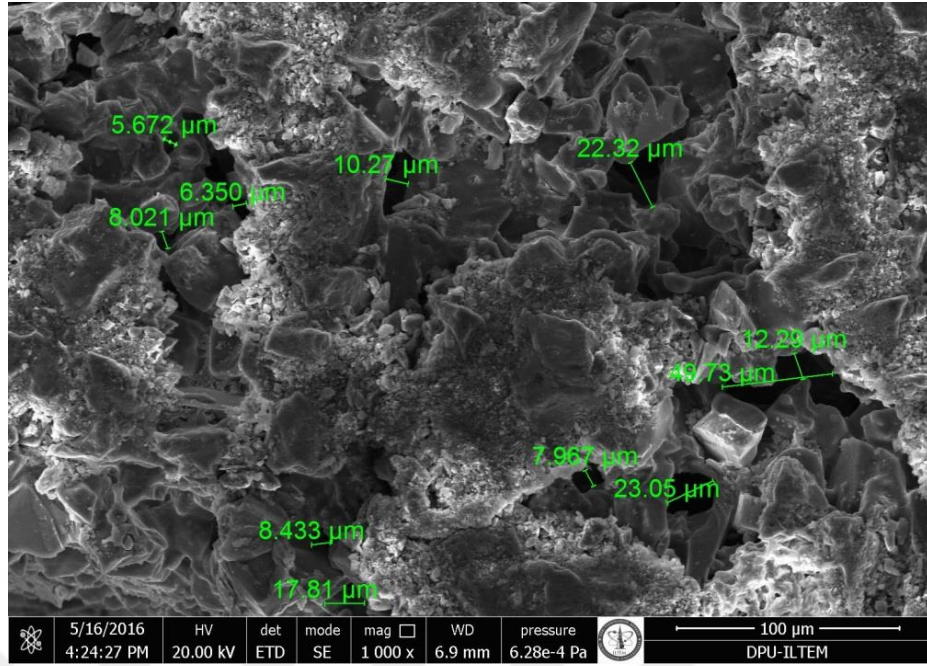


Şekil 4.13. DPF segmentleri birleştirme harcının EDX analizi.

Çizelge 4.7. Harç malzemesinin EDX alan analizi.

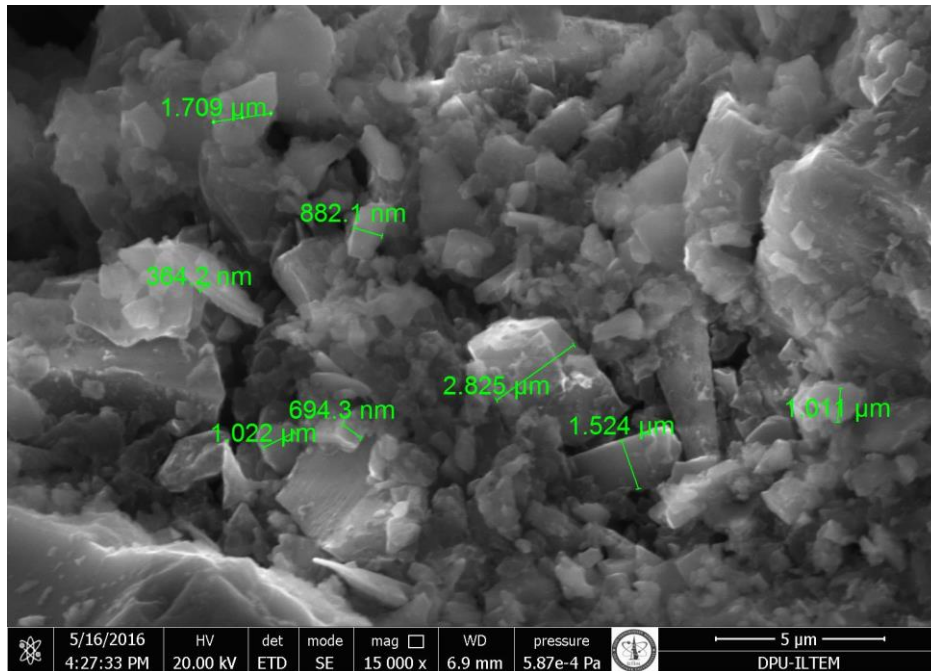
Element	% Ağırlık
Si	36.50
C	41.06
O	17.54
Al	4.90

Malzemenin iskelet yapısındaki gözenekleri SEM ile 1000x büyütmede incelenerek ve ortalama gözenek boyutu 5-25 μm arasında değiştiği görülmüştür (Şekil 4.14).



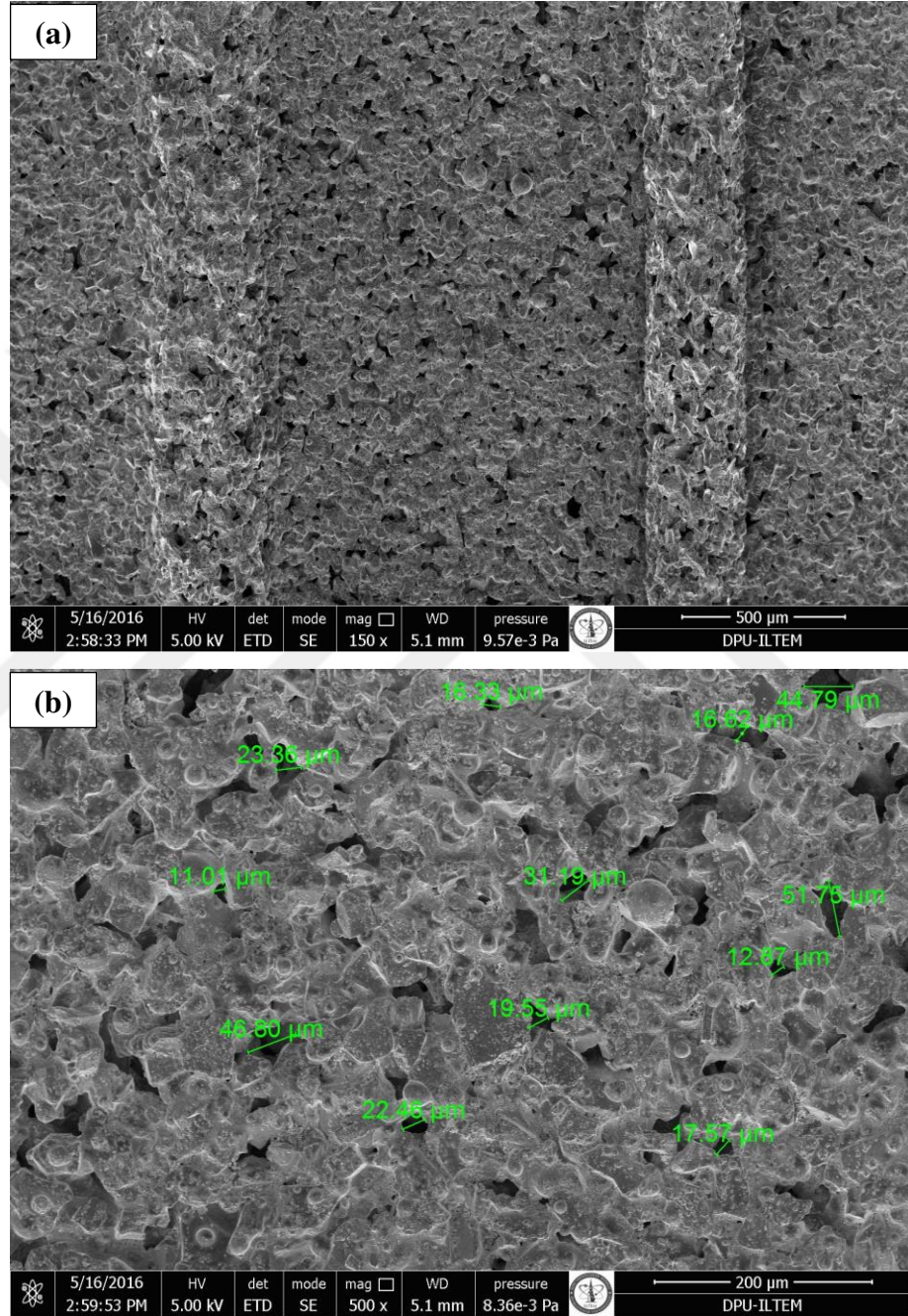
Şekil 4.14. İskelet yapıdaki gözeneklerin boyut dağılımını gösteren SEM görüntüsü.

Açık gri renkli bölgeler ince SiC tanelerini göstermektedir. SiC taneleri keskin köşeli geometride ve 0.3-1 μm tane boyutu aralığındadır (Şekil 4.15). Siyah renkli görünen bölgeler gözenekleri ifade etmektedir



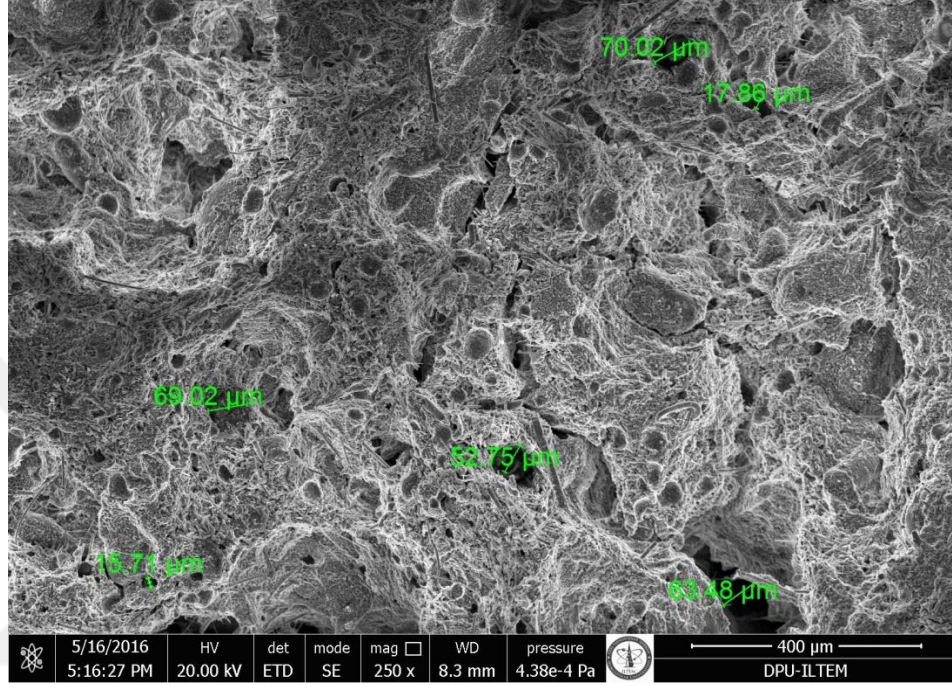
Şekil 4.15. DPF'nin içerisindeki ince SiC taneleri.

DPF içerisindeki hücrelerin arasında bulunan duvarların mikroyapıları incelenmiştir (Şekil 4.16 a). Hücre duvarları arasındaki gözenek boyutları 10-50 μm arasında değişmektedir (Şekil 4.16 b).

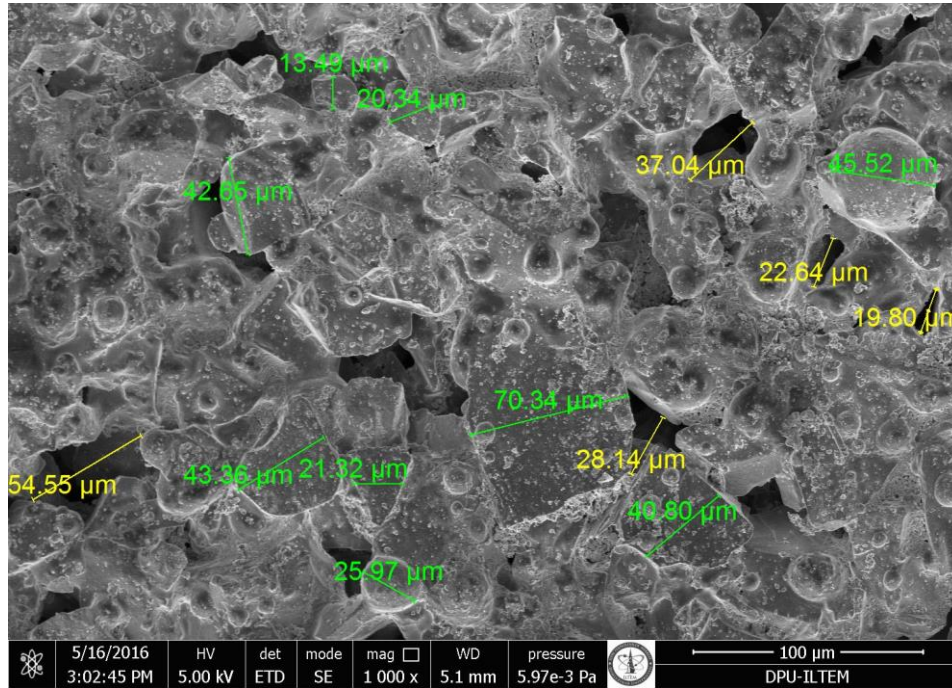


Şekil 4.16. Hücre duvarları arasından alınan kesitin (a) Mikroyapısı ve (b) Duvarlar arasındaki por boyutları.

DPF segmentlerini yapıştırma malzemesi olarak kullanılan harç mikro yapısını gösteren SEM görüntüleri Şekil 4.17'deki gibidir. Harcın yapısında bulunan gözeneklerin 250x büyütmede boyutları görülmektedir. Gözenek boyutu $\sim 70 \mu\text{m}$ olarak hesaplanmıştır.

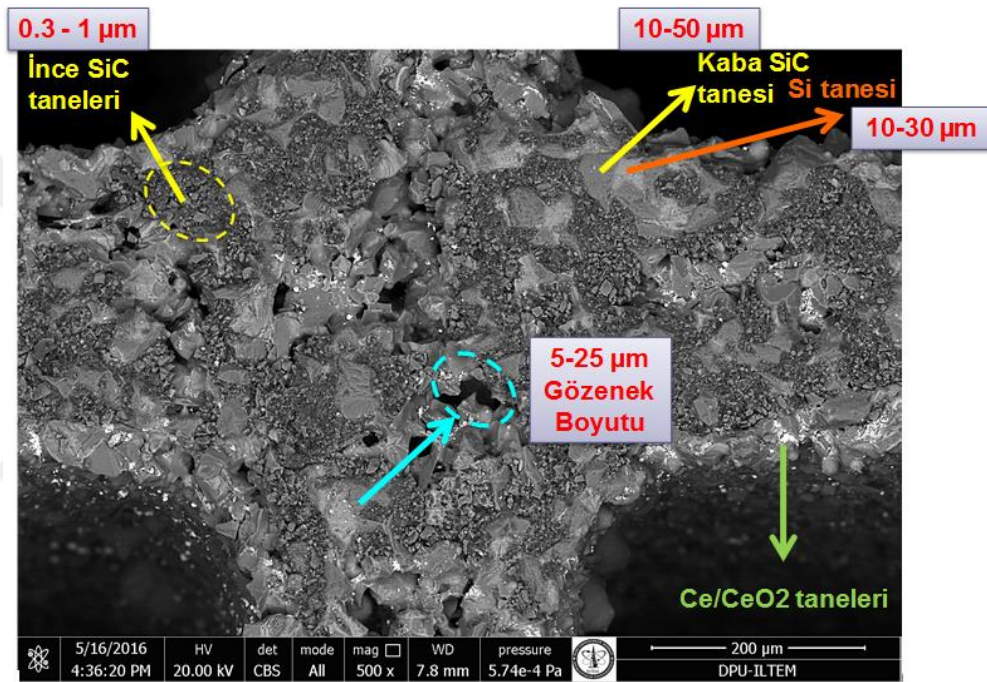


Şekil 4.17. DPF'nin SEM ile harç yapısındaki gözenek



Şekil 4.18. DPF'nin içerisindeki kaba SiC taneleri.

DPF'nin iskelet yapısına ait taramalı elektron mikroskobu görüntülerinde iki farklı formda ince ve kaba SiC taneleri olarak olduğu tespit edilmiştir. İnce tanelerin boyutları 0.3-1 μm (Şekil 4.15) olup kaba taneler ise 10-50 μm arasındadır (Şekil 4.18). Malzemenin içerisinde silisyum (Si) tanelerinin boyutları ise 10-30 μm arasında değişmektedir. İskelet yapıya kaplama yapılan Ce/CeO₂ taneleri görülmektedir (Şekil 4.19). Malzeme üzerinde filtrasyonu sağlaması amacıyla gözenekler bulunmaktadır. Bu gözeneklerin boyutları 5-25 μm arasında değişmektedir (Şekil 4.18).



Şekil 4.19. DPF'nin iskelet yapısındaki tane ve gözenek ölçümleri.

Sonuç olarak yapılan mikroyapı incelemelerinde ve EDX analizleri neticesinde (şekil 4.19) koyu gri renkli tanelerin SiC olduğu, iri ve kaba tanelerden oluştuğu tespit edilmiştir. Açık gri renkli taneler ise Si taneleridir. Bu durum DPF'nin reaksiyon bağlama tekniği ile üretildiğini belirtir. Siyah bölgeler boşlukları yani gözenekleri ifade eder. Gözenek boyutu 5-25 μm arasında değişmektedir.

4.3. XRF Elementel Analiz

Dizel partikül filtrenin içerisinde bulunan elementler ve yüzdece ağırlık oranları Çizelge 4.8'de verilmiştir. Elementlerin oranlarına bakıldığında Si çoğunlukta olduğu

görülmektedir. XRF analizinde C elementi hafif atom ağırlığı nedeniyle tespit edilememektedir. Al ve Ce elementleri kaplama malzemesi olarak kullanılmaktadır. XRF analizi ile Pt elementinin tespiti yapılamaması ise malzeme içerisinde çok düşük miktarda kullanılmasından kaynaklanmaktadır. Pt elementinin tespiti atomik absorpsiyon yöntemi ile gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 4.8. İskelet yapısının XRF analizi.

Element	% Ağırlık
Al	3.46
Si	92.91
Ce	3.63

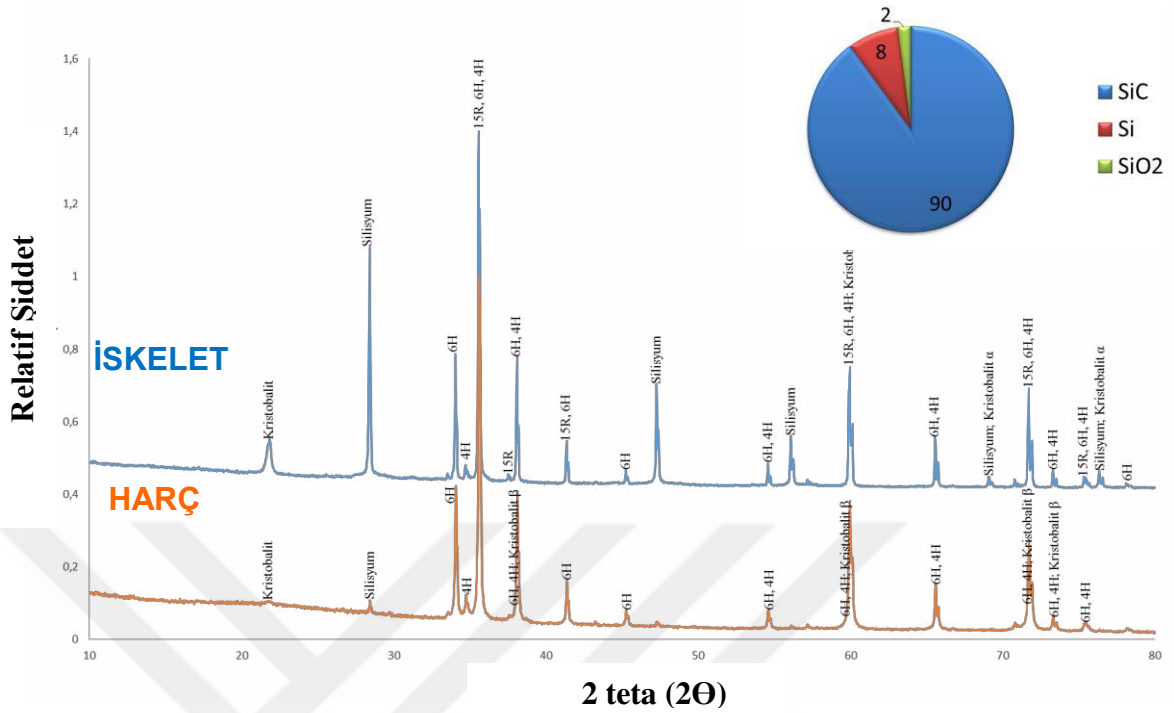
DPF'nin XRF analizlerindeki alınan sonuçları SEM-EDX analizi sonuçlarını destekler niteliktedir.

DPF'nin kimyasal analizi sonuçlarına göre temel element Si olup az miktarda Al ve Ce elementlerine rastlanmaktadır. Analizi yapılan malzeme bu üç ana elementten oluştuğu gözlemlenmektedir. XRF sonuçlarında görülmeyen Pt elementi ise malzeme içerisinde çok az miktarda bulunduğu için bu yöntem ile tespit edilememektedir.

4.4. Faz Analizi

DPF parçasından numune alınarak malzeme içerisindeki mevcut fazlar tespit edilmiştir (Şekil 4.20). DPF'nin iskelet yapısı ve harç malzemelerinin ayrı ayrı XRD analizleri yapılmıştır.

DPF'nin iskelet yapısındaki malzeme içerisinde ana faz α -SiC (Moissanit) olup 15R, 6H ve 4H politipleri mevcuttur. Az miktarda kristobalit ve Si mevcuttur. Mevcut fazlar yapının SiC'den oluştuğunu teyit eder niteliktedir. Az miktarda Si olması reaksiyon bağlama tekniği ile üretildiğini doğrulamaktadır. Kristobalit SiO₂ kimyasal kompozisyonunda olup oda sıcaklığında kararlı olan düşük sıcaklık fazıdır.



Şekil 4.20. DPF'nin iskelet ve harç yapısının XRD spektrumu.

DPF'nin segmentlerinin birleşiminde kullanılmakta olan hacında iskelet yapıyla benzer genlere sahip olduğu görülür (Şekil 4.20). XRD sonuçları EDX ve XRF sonuçlarını destekler nitelikte olup DPF'nin SiC tozundan reaksiyon bağlama tekniği ile üretildiğini göstermektedir. XRD ile ağırlığı %1'in altında olan fazlar tespit edilemediğinden Pt, Ce ve Al ihtiva eden fazlara rastlanmamıştır. Gösterilen dairesel grafikte DPF'yi oluşturan malzemelerin % bileşimleri verilmiştir. En fazla oranla SiC malzemenin temelini oluşturmaktadır.

4.5. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi Analizi

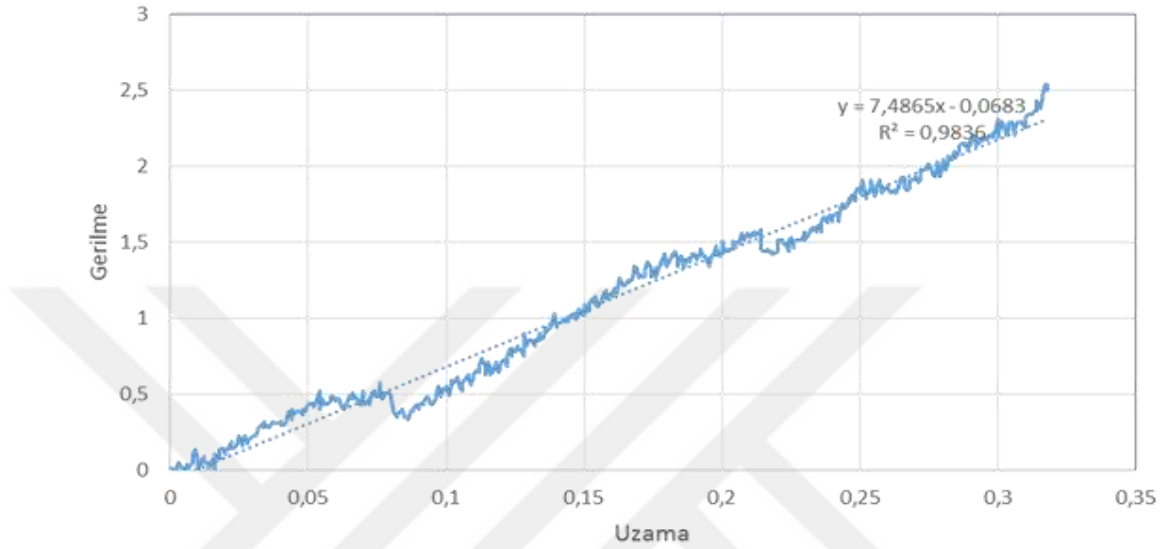
AAS'de yapılan analizler sonucunda Pt elementi % 0.045 olarak tespit edilmiş olup malzeme içerisinde rejenerasyonu sürecini hızlandırmada kullanılmaktadır. Pt pahalı bir soymetal olduğundan oldukça düşük miktarlarda kullanılmaktadır.

4.6. Üç Nokta Eğme Testi

Yapılan üç nokta eğme testi neticesinde dizel partikül filtreye ait veriler Çizelge 4.9'de verilmiştir. Grafik sonuçları Şekil 4.21'de gösterilmektedir.

Çizelge 4.9. Üç nokta eğme testi sonuçları.

	Eğilme Mukavemeti (MPa)	Eğilme Gerinimi	Eğilme Modülü (GPa)
DPF	16.27±0.96	0.016±0.007	7.3±1.11



Şekil 4.21. 3 Nokta eğme testi gerilme-uzama grafiği.

Gözenekli SiC seramiklerin mekanik özellikleri gözenek miktarı, por boyutları, mikroyapı, bağ yapıları ve ilave malzemesi gibi etkenlere bağlıdır. Poroz SiC üretmek için kullanılan üretim yöntemi istenilen gözenek miktarı ve por boyutlarını etkilemektedir. SiC seramikler için eğilme mukavemetini değerini etkileyen en önemli parametre gözenektir. Literatürde farklı üretim metotları ile elde edilen birbirinden farklı gözenek miktarına (9-91%) sahip numunelerin eğilme mukavemet değerlerinin geniş bir aralıkta (0.7 – 205 MPa) değiştiği bildirilmiştir (Eom, 2008).

Yapılan çalışmada %30 toplam gözenek miktarına sahip DPF numunesinin eğilme mukavemeti ve eğilme modülü sırasıyla 16.27 MPa ve 7.3 GPa olarak elde edilmiştir. Boşluk içermeyen SiC'e ait eğilme mukavemeti ve eğilme modülü değerleri ise sırasıyla 600 MPa ve 430 GPa olduğu bildirilmiştir (Benaqqa, 2014). Aradaki farkın temel nedeni, yapıda bulunan ve filtreleme görevini üstlenen gözeneklerdir.

4.7. Gözeneklilik Miktarı

Arşimed prensibi ile yapılan analiz ve hesaplamalar sonucunda DPF numunesinin bulk yoğunluğu $1,97 \text{ g/cm}^3$ olarak belirlenirken yapı içerisindeki toplam gözenek miktarı 30% olarak hesaplanmıştır.

DPF'lerin asli görevi PM'leri üzerlerinde bulundurdıkları porlu yapı ile filtrelemektir. Gözenek miktarı, tutulacak PM miktarını ve dolayısı ile filtrenin verimini belirlerken; mukavemet ve geri basınç gibi son derece önemli parametreleri optimum seviyelerde tutabilecek seviyede olması için gözenek miktarının uygun proseslerle kontrollü bir şekilde üretilmesi gerekmektedir. Arşimed prensibi ile ölçülen DPF'ye ait altı farklı numune için değerler Çizelge 4.10'de verilmiş olup bulk yoğunluk ve % toplam gözenek sırası ile $1,97 \text{ g/cm}^3$ ve % 30 olarak hesaplanmıştır.

Çizelge 4.10. Arşimed prensibi ile ölçülen DPF'ye ait bulk yoğunluk ve %toplam gözenek değerleri.

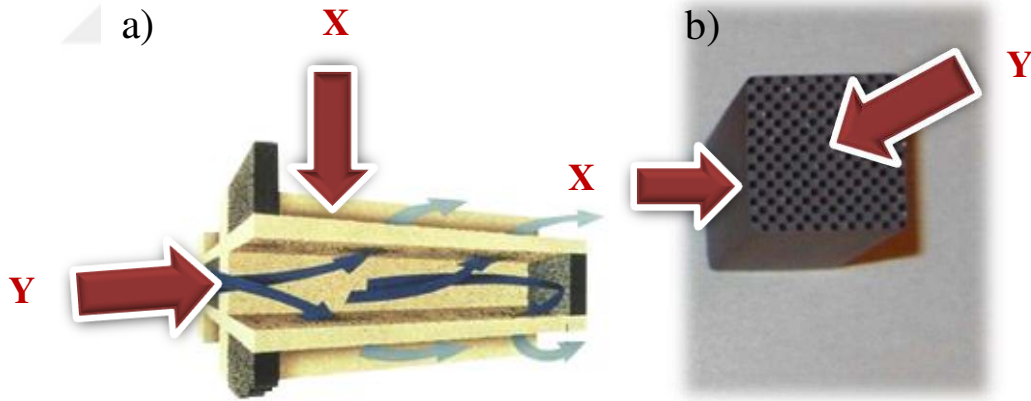
Numune Kodu	Askıdaki Ağırlığı	Yaş Ağırlık	Kuru Ağırlık	Bulk Yoğunluk (g/cm^3)	% Toplam Gözenek
1	0,3506	0,6485	0,5624	1,89	32,74
2	0,4043	0,7319	0,6178	1,89	32,74
3	0,3893	0,6846	0,5933	2,01	28,47
4	0,3866	0,6959	0,5895	1,91	32,03
5	0,3758	0,6505	0,573	2,09	25,62
6	0,3944	0,6945	0,6019	2,01	28,47
				ORT: 1,97±0.07	ORT: 30±2.49

4.8. Termal Analiz

C-Therm termal iletkenlik cihazı ile yapılan analiz sonucunda DPF numunesinin farklı yönlerinden yapılan analiz verilerinin ortalamasına göre ısı iletkenlik değeri 1.95 W/mK olarak bulunmuştur.

Termal iletkenlik (k) ısı iletkenlik malzeme içerisinde akabilme oranı olarak tanımlanır ve sıcaklığın bir fonksiyonudur. Seramik malzemeler termal iletkenlik davranışı bakımından geniş bir yelpazeye sahiptirler. Seramik bünye içerisinde bulunabilecek kirlilikler ve boşluklar (porlar) ısı iletkenliği negatif yönde etkileyecek unsurlardır. Aynı zamanda malzemenin üretim yöntemine bağlı olarak yöne göre

değişen (anizotropik) ısı iletkenlik değ erleri malzemenin bu özelliğ inin çeş itli parametrelere göre değ iş kenlik gösterebileceğ inin bir kanıtıdır. C-Therm marka oda sıcaklığ ı termal iletkenlik cihazı kullanılarak DPF'nin farklı yönlerden (Ş ekil 4.22) ölç ülen ısı iletkenlik değ erleri Ç izelge 4.11'de gösterilmiřtir. Farklı yönlerin tercih edilmesinin sebebi numunenin teknik kullanım alanından dolayı duvar ve kanal bölgelerinin fiziki farklılığ ıdır. Elde edilen verilere göre "x" ve "y" düzlemlerinden gerç ekleřtirilen ölç ümlerde doğ al olarak farklılık göstermiřtir. "x" yönünde filtre duvarları bulunurken "y" yönünde filtrenin iskelet kısmı ve kanallar yer almaktadır. "x" yönünde yapılan analizden diğ er yöne oranla daha yüksek değ er elde edilmesinin sebebi "y" yönünde yer alan gaz akıř kanallarından dolayı boş luk miktarının fazla olmasıdır. "x" ve "y" yönlerinden elde edilen sonuç lar sırası ile 2.125 W/mK ve 1.775 W/mK'dir. Genel olarak incelendiğ inde DPF'nin ortalama 1,95 W/mK değ erinde ısı iletkenliğ i olduğ u saptanmıřtır. Elde edilen bu değ erin gözenekye sahip olmayan (fully dense) SiC'e (~120 W/mK) oranla çok daha düşük olduğ u (ACCURATUS. 2013), bu durumun ana sebebi dizel partikül filtrenin kullanım amacına yönelik belirlenen oranda porlu yapıda olmasıdır.



Ş ekil 4.22. a) "y" yönünde yer alan bir kanalın kesit görüntüsü, b) Isı iletkenlik testinin uygulanma yönleri.

Ç izelge 4.11. Isı iletkenlik sonuç ları.

X k(W/mk)	Y k(W/mK)
2.1	1.7
2.1	1.8
2.2	1.8
2.1	1.8
ORT: 2.125 ±0.038	ORT: 1.775±0.061

5. GENEL SONUÇLAR

Yapılan bu çalışma sonucunda DPF'nin makro boyutları 149x114x176 mm şeklinde olup segmentlerin her biri 36x36 mm² kare şeklindedir. Segmentlerde bulunan hücrelerin boyutları ~1.2 mm dir. DPF açık ve kapalı karelerden oluşmakta olup duvar akışlı yapıdır. DPF segmentli yapıda ekstrüzyon tekniği ile üretilerek bir harç yardımıyla segmentlerin birleştirilmesinden oluşmuştur. DPF'nin hücrelerinin duvar kalınlığı ~300 µm olarak ölçülmüştür.

Yapılan mikroyapı analizleri sonucunda iskelet duvarlarında bulunan porların boyutlarının ~10-50 µm olduğu, yapı içerisinde bulunan kaba SiC tanelerinin ~10-50 µm, ince SiC tanelerinin ise 0.3-1 µm ve Si tanelerinin boyutları 10-30 µm olduğu tespit edilmiştir.

SEM-EDX ve AAS analiz sonuçları incelendiğinde Ce/CeO₂ ve Al₂O₃ bileşiklerinin yapıda bulunduğu ve kataliz taşıyıcı olarak görev yaptığı, Pt elementinin ise kataliz etkisinden faydalandığı belirlenmiştir.

XRD analiz sonucuna göre DPF iskelet malzemesinde %90 SiC, %8 Si ve %2 SiO₂ fazları tespit edilmiştir. Segmentlerin birleştirilmesinde kullanılan harç malzemesine ait analizler incelendiğinde iskelet üretiminde kullanılan SiC malzemesinin aynı şekilde harç içinde kullanıldığı tespit edilmiştir. Aynı malzemelerin kullanılmasındaki amaç ise oluşabilecek ısı değişimlerine karşı malzemenin deformasyona uğramasını önlemektir.

DPF üretiminde kullanılan şekillendirme yönteminin ekstrüzyon olduğu ve yapıda gözlemlenen Si tanelerinin olması ile reaksiyon bağlama sinterleme tekniği ile üretildiği belirlenmiştir.

DPF'ye ait fiziksel özelliklerden bulk yoğunluk ve % toplam porozite miktarı Arşimet prensibi ile belirlenmiş olup sırasıyla 1,97 g/cm³ ve ~%30'dur. Mekanik özelliklerin belirlenmesi için üç nokta eğme testi gerçekleştirilmiştir. Gerekli hesaplamalar sonucunda eğme mukavemeti 16,27 MPa ve eğme modülü 7,36 GPa olarak bulunmuştur. Termal iletkenlik ölçümleri ise numunenin anizotropik şeklinden dolayı farklı yönlerden yapılmıştır. Elde edilen değerlerin ortalaması alınarak DPF'nin oda sıcaklığında ısı iletkenlik değeri 1,95 W/mK olarak ölçülmüştür.

KAYNAKLAR

- Blondel, V. D., “Öğrenme ve Kontrol, Son Gelişmeler”, *Springer Science & Business Media*, 233 (2008).
- Sanger, R.P., “Motor Vehicle Emission Regulations and Fuel Specifications”, *Concawe Company*, Brussels, 234 (1994)
- EPA., “Heavy-Duty Highway Compression-Ignition Engines And Urban Buses Exhaust Emission Standards,” Heavy-duty Engines and Vehicles, Intl.: www3.epa.gov, (18.01.2016).
- Dieselnet., “Summary of worldwide engine emission standards”, Intl.: www.dieselnet.com., (18.01.2016).
- Taşıyanlar, “Daha Çevreci ve Temiz Motorlar İçin Euro 4-5’e Geçişte EGR mi? SCR mi?”, Intl.: www.federalmogul.com.tr, 42-47 (2006).
- Christensen, H., Rak, ZS., “A novel diesel particulate converter”, *Catalysis Today*, 75: 451–457 (2002).
- OILEM., “DPF Cleaners and DPF Cleaning. 2015. OILEM Tag Archives: dpf cleaning.”, OILEM Intl.: www.oilem.com., (14.05.2016).
- Mutlu, İ., Keskin, A., “Dizel Partikül Filtreleri ve Malzemeleri”, *6th International Advanced Technologies Symposium*, Elazığ, Turkey (2011).
- Keskin, A., “Motorlu taşıtlarda yanma sonrası egzoz emisyon kontrolü ve günümüz uygulamaları”, *1.Uluslararası 5.Ulusal Meslek Yüksekokulları Sempozyumu*, Konya, 2497-2506 (2009).
- EMPIRE-CAT., “Diesel particulate filters. 2015.”, Intl.: www.empire-cat.com., (15.06.2016).
- Benaqqa, C., Gomina, M., Beurotte, A., Boussuge, M., Delattre, B., Pajot, K., Pawlak, E., Rodrigues, F., “Morphology, Physical, Thermal and Mechanical Properties of the Constitutive Materials of Diesel Particulate Filters”, *Applied Thermal Engineering*, 62: 599-606 (2014).
- Adler, J., “Ceramic Diesel Particulate Filters”, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2: 6 (2005).

KAYNAKLAR (Devam ediyor)

- Keskin, A., “Dizel Motorlarında Partikül Madde Emisyon Kontrolü ve Gelişmeler”, **5. Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu**, Karabük, Türkiye (2009).
- Pyzik, A. J., Todd, C. S., Han, C., “Formation Mechanism and Microstructure Development in Acicular Mullite Ceramics Fabricated by Controlled Decomposition of Fluorotopaz”, *Journal of the European Ceramic Society*, 383–391 (2008).
- Watkins, T., Shyam, A. H.T., Curzio L. E. L., “Durability of Diesel Engine Particulate Filters”, *DOE Vehicle Technologies Annual Merit Review and Peer Evaluation Meeting*, (2011).
- Sahin, R., Erman, C., “Emissions reduction techniques for non-road diesel engines”, **3rd Automotive Tech. Congress**, BURSA, (2006).
- JianLiu, J., Zhao Z., Xu, C., Duan, A., “Simultaneous removal of NO_x and diesel soot over nanometer Ln- Na-Cu-O perovskite-like complex oxidecatalyst”, *Applied Catalysis B: Environmental*, 78: 61–72 (2008).
- Ohno K., “Development of Innovative Diesel Particulate Filters based on Aluminum Titanate: Design and Validation”, *Sumitomo Chemical Co. Ltd.*, (2011).
- Krishna, K., Bueno-López, A., Makkee, M., “Potential rare earth modified CeO₂ catalysts for soot oxidation: I. Characterisation and catalytic activity with O₂,” *Applied Cataysis B:Environ mental*, 75 (3-4): 189-200 (2007).
- NYSERDA. “Clean Diesel techn.: Non-road Field Demonstration Program”, *Interim Report* (2007).
- BMW. Diesel particulate filer 2012. BMW. Int.: <http://www.bmw.com.tr>. (20.03.2016).
- Adler, J., “Ceramic Diesel Particulate Filters”, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 429–439 (2005).
- R. L. Locker, et al., “Diesel Particulate Filter Operational Characterization”, *SAE 2004-01-0958*, (2004).
- Ogunwumi, S., B., “Aluminium Titanate Compositions for Diesel Particulate Filters,” *SAE Technical Paper*, (2005).
- NGK. Diesel partikulate filter. 2003. NGK. Int.: http://www.ngk.co.jp/english/news/2003/image/2003_0527_a_01.jpg. (06.03.2016).

KAYNAKLAR (Devam ediyor)

- Eom, J. H., Kim, YW., Raju, S., “Processing and Properties of Macroporous Silicon Carbide Ceramics: A Review.” *Journal of Asian Societies* **1**, 220-242 (2013).
- Benaqqa, C., Gomina, M., Beurotte, A., Boussuge, M., Delattre, B., Pajot, K., Pawlak, E., Rodrigues, F., “Morphology, Physical, Thermal and Mechanical Properties of the Constitutive Materials of Diesel Particulate Filters”, *Applied Thermal Engineering*, **62**: 599-606 (2014).
- Shyam, A., Lara-Curzio, E., Watkins, T. R., Parten, R. J., “Mechanical Characterization of Diesel Particulate Filter Substrates”, *Journal of the American Ceramic Society*, 2-6 (2008).
- ACCURATUS., “Silicon Carbide, SiC Ceramic Properties.” 2013. İnt.: www accuratus.com. (12.05.2016).
- VOLKSWAGEN AG., “The catalytic coated diesel particulate”, filter http://www.volkspage.net/technik/ssp/ssp/SSP_336.pdf (2005).
- Gibson, L. J. , Ashby, M.F., “Cellular Solids: Structure and Properties”, *Second Edition Cambridge University Press*, Melbourne, Avustralya, 15-47 (1997).
- Kelly, A., “*Why engineer porous materials?*”, *Phil. Trans. R- Soc. A*, **364**: 5-14 (2006).
- Brenzy, R, Green, D.J., “Mechanical Behaviour of Cellular Ceramics, Materials Science and Technolgy”, *Structure and Properties of Ceramics*, Weinheim, Almanya, 11:463-500 (2006).
- Studart, A.R., Gonzenbach, U.T., Tervoot, E., Gauckler, L.J., “Processing Routes to Macroporous Ceramics: A Review”, *JAm. Ceram. Soc.*, **89**: 1771-1789 (2006).
- Colombo, P., “Conventional and Novel Processing Methods for Cellular Ceramics”, *Philos. Trans. Roy. Soc. A*, **364**:109-24 (2006).
- International Union of Pure and Applied Chemistry, “Compendium of Chemical Terminology”, <http://goldbook.iupac.org/PDF/goldbook.pdf> (2014).
- Suzuki, Y., Morgan, PJE.D., “Meso- and Macroporous Ceramics by Phase Separation and Reactive Sintering Methods”, *MRS Bull.*, 587- 591 (2009).
- Nettleship, I., “Application of Porous Ceramics”, *Key. Eng. Mat.*, 122-324 (1996).

KAYNAKLAR (Devam ediyor)

- Wara, N.M., "Processing Macroporous Ceramics through Ceramic- Polymer Dispersion Methods", *Doktora Tezi, University of Minnesota, Materials Science and Engineering Program*, Minnesota (1996).
- Zivcova, Z., Gregorova, E., Pabst, W., Smith, D.S., Miehot. A Ye Pv'uHct, C., "Thermal conductivity of porous alumina ceramics prepared using starch as a pore forming agent", *J. Europ. Ceram. Soc.*, 1301–1309 (2009).
- Hotta, Y., Alberius, P. C. A., Bergstrom, L., "Coated Polystyrene Particles as Templates for Ordered Macroporous Silica Structures with Controlled Wall Thickness", *J. Mater. Chem.*, 496-501 (2003).
- Chen, F., Shen. Q., Yan, F., Zhang, L., "Pressureless Sintering of α -Si₃N₄ Porous Ceramics Using a H₃PO₄ Pore-Forming Agent" *J. Am. Ceram. Soc.*, 2379-2383 (2007).
- Lemos, A.F., Ferreira, J.M.F., "Porous bioactive calcium carbonate implants processed by starch consolidation", *Mat. Sci. Eng. C.*, 11: 35-40 (2000).
- Ferguson, C.R., "Internal Combustion Engines, Applied Thermosciences.", *John Wiley & Sons Inc., Canada* (1986).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Emre GÜRLEK
Doğum Yeri ve Tarihi : Osmangazi/10.02.1991



Eğitim Durumu

Lisans Öğrenimi : Yozgat Bozok Üniversitesi Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Bildiği Yabancı Dil : İngilizce

İş Deneyimi

Stajlar

:

- 1.Staj: İmal Usulleri ; Selsa özel makine imalatı ve yan sanayi LTD.ŞTİ.
- 2.Staj: İş Makineleri ; Bursa İl Özel İdaresi
- 3.Staj: Isı ve enerji ; Ovaakça Doğalgaz Kombine Çevrim Santrali

Projeler

:

1. Robot ball (robot top) Tasarımı ve Kontrolü.
2. Tek kişilik Quadroter Tasarımı
3. Doğalgaz tesisat programı ZetaCAD ile tesisat projesi hazırlama.

Bilimsel Faaliyetleri:

Uluslararası Bildiriler

1. Y. Türe, E. Gürlek, N. Çalış Açıkbaş, Ş. Soylu, “Characterization of Commercial Diesel particulate Filter”, in 1st International Black Sea Congress on Environmental Sciences, 31 August-3 September 2016, Giresun
2. N. Çalış Açıkbaş, Y. Türe, E. Gürlek, Ş. Soylu, “Characterisation of a Commercial Oxidation Catalyst”, NCC6-The 6th Catalysis Conference, 27-30 April 2016, Bursa

Ulusal Bildiriler

1. E. Gürlek, Y. Türe, N. Çalış Açıkbaş, Ş. Soylu, “ Dizel Partikül Filtre Karakterizasyonu ”, 8. Otomotiv Teknolojileri Kongresi, 23-24 Mayıs 2016, Bursa

İletişim

Adres :Küçükbalıklı mah. Şirinevler sok. No:7 Osmangazi/Bursa

Tel : 0537 502 1660

E-Posta Adresi : emre.gurlek@hotmail.com

Tarih:...../...../.....

