



**BİLECİK
ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ**

**Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine ve İmalat Mühendisliği Ana Bilim Dalı**

**DİZEL PARTİKÜL FİLTRE UYGULAMALARI İÇİN
POROZ SiC ESASLI KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ**

**MSc. Şahabettin KIRCALI
Yüksek Lisans Tezi**

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. Şeref SOYLU**

**İkinci Tez Danışmanı
Prof. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ**

**BİLECİK, 2019
Ref. No: 10276231**



BİLECİK ŞEYH EDEBALI
ÜNİVERSİTESİ

**BİLECİK
ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ**

**Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine ve İmalat Mühendisliği Ana Bilim Dalı**

**DİZEL PARTİKÜL FİLTRE UYGULAMALARI İÇİN
POROZ SiC ESASLI KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ**

**MSc. Şahabettin KIRCALI
Yüksek Lisans Tezi**

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. Şeref SOYLU**

**İkinci Tez Danışmanı
Prof. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ**

BİLECİK, 2019



BİLECİK ŞEYH EDEBALI
ÜNİVERSİTESİ

**BİLECİK
SEYH EDEBALI UNIVERSITY**

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

**PRODUCTION OF POROUS SiC BASED COMPOSITES
FOR DIESEL PARTICLE FILTER APPLICATIONS**

**MSc. Şahabettin KIRCALI
Master's Thesis**

**Thesis Advisor
Prof. Dr. Şeref SOYLU**

**Co-Advisor
Prof. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ**

BİLECİK, 2019



BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
YÜKSEK LİSANS
JÜRİ ONAY FORMU

Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunun 30.05.2019 tarih ve 29-08 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 27.07.2019 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Şahabettin KIRCALI'nın "Dizel Partikül Filtre Uygulamaları İçin Poroz SiC Esaslı Kompozitlerin Üretimi" başlıklı tez çalışması Makine ve İmalat Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak oy birliği / oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Prof. Dr. Şeref SOYLU

ÜYE

(İKİNCİ TEZ DANIŞMANI) : Prof. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ

ÜYE : Doç. Dr. Hasan AKYILDIZ

ÜYE : Doç. Dr. Mustafa Ertunç TAT

ÜYE : Dr. Öğr. Üyesi Bilge YAMAN ISLAK

ONAY

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

TEŞEKKÜR

Tez konusunun belirlenmesinde, araştırma aşamasında, yön tayininde ve tamamlanma aşaması sırasında ayırdığı değerli vakitleri ve sağladığı destekleri için tez danışmanlarım Prof. Dr. Şeref SOYLU ve Prof. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ'a; laboratuvar çalışmalarım sırasında yardımlarını unutmayacağım Doç.Dr. Gökhan AÇIKBAŞ, Arş. Gör. Alican ATAMAN ve Arş. Gör. Yiğit TÜRE'ye içtenlikle teşekkür ediyorum.

Ailemin değerli üyeleri ablam Nil Elmas ESEN, abim Deniz KIRCALI, yeğenlerim; Mustafa Dorukhan ESEN, Elif Sena ESEN, İrem Nur KIRCALI'ya yanımda oldukları için şükranlarımı sunuyorum...

Tüm zorlukları benimle göğüsleyen ve destek olan kıymetli eşim Vildan KIRCALI ve canım annem Kadriye KIRCALI'ya gösterdikleri sabır ve verdikleri her türlü emek için sonsuz minnet duyuyorum...

Ebediyete intikal etmiş olan canım babam, Muharip Gazi, Astsubay Özcan KIRCALI'nın anısı önünde saygıyla eğiliyorum...

Bu tez, aşağıdaki listede detayları belirtilen projelerden üretilmiştir:

1. Proje Başlığı: “Otomotiv Sektöründe Kullanılmak Üzere Gözenekli SiC Üretimi ve Karakterizasyonu”; Proje no: 2016-02.BŞEÜ.03-03

2. Proje Başlığı: “Dizel Partikül Filtresi Geliştirmek üzere Üretilen Gözenekli SiC Parçaların Filtreleme Etkinliğini Belirleyecek Test Sistemi Tasarımı ve Geliştirilmesi”; Proje No: 2018-01.BŞEÜ.03-01

BEYANNAME

Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kılavuzu'na uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında, tez içindeki tüm verileri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi, görsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uygun olarak sunulduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezde yer alan verilerin bu Üniversite veya başka bir üniversitede herhangi bir tez çalışmasında kullanılmadığını beyan ederim.

...../...../ 2019

Şahabettin KIRCALI

DİZEL PARTİKÜL FİLTRE UYGULAMALARI İÇİN POROZ SiC ESASLI KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ

ÖZET

Motorlu taşıtlar, hava kirliliğinde önemli bir paya sahiptir. Bu handikap, emisyon kontrol teknolojilerinin geliştirilmesini zorunlu hale getirmektedir. İçten yanmalı dizel motorlarda, yanma sonucu oluşan egzoz gazındaki kirleticilerin en önemlileri; Partikül Madde (PM), Azot Oksitler, Hidrokarbonlar ve Karbon Monoksit'tir. Dizel Partikül Filtre (DPF); PM emisyonunun azaltılmasında kullanılan, teknik olarak en uygun çözümlerden biridir.

Gerçekleştirilen Yüksek Lisans çalışmasında; ticari alanda kullanılan DPF'lere göre malzeme çeşitliliği anlamında alternatif olabilecek, gerek filtreleme performansının iyileştirilmesi, gerekse motor performansını artırmaya yönelik SiC (Silisyum Karbür) Esaslı Kompozit üretimi; mikroyapı – özellik – basınç farklılığı üçgeni baz alınarak araştırılmış, laboratuvar ölçeğinde DPF'nin birim ögesi sayılabilecek duvar yapısının üretimi gerçekleştirilmiştir. Ticari SiC DPF'lerin performansının artırılmasına yönelik iğnemsiz tanelerin geliştirilmesiyle ilgili bir çalışma literatürde daha önce yapılmamıştır. Bu noktadan hareketle, çalışmanın özgün ve inovatif yön kazanabilmesi açısından, DPF'nin duvar gözenek yapısı içinde iğnemsiz taneler meydana getirecek özgün kompozisyonlar geliştirilmiştir. Çalışma sonrasında üretilen SiC esaslı kompozit yapıları DPF duvarının, basınç farklılığı testleri yapılmış ve mevcut ticari SiC DPF'lerin geçirgenlik özellikleri ile teknik olarak karşılaştırılmıştır. Bununla beraber; açık porozite oranı tayini, bulk yoğunluğu ölçümü, sinterleme sonrası ağırlık değişimi tayini, SEM'le mikroyapı analizi, EDX'le elementel analiz, XRD'yle faz analizi ve civa porozimetresiyle gözenek boyutu ve boyut dağılımı analizi yapılarak özellikler karakterize edilmiştir.

Çalışmaların sonucunda gözenekler içerisinde $\sim 1,4 \mu\text{m}$ uzunluğunda, $\sim 0,2 \mu\text{m}$ çapında Si_3N_4 iğnemi taneler içeren, %49,37 açık porozite ortalamasına, $5,03 \mu\text{m}$ ortalama gözenek boyutuna, ortalama $6,57 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2$ darcy geçirgenliğine sahip kimyasal kompozit malzeme geliştirilmiştir. Karşılaştırma yapıldığında; ticari SiC DPF'nin karakteristikleri ise sırasıyla %50-60 açık poroziteye, $\sim 11-12 \mu\text{m}$ ortalama gözenek boyutuna ve $3,91 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2$ darcy geçirgenliğine sahiptir.

Anahtar Kelimeler: Dizel Partikül Filtre, Gözenekli Seramik, Silisyum Karbür, Kompozit, Geçirgenlik



PRODUCTION OF POROUS SiC BASED COMPOSITES FOR DIESEL PARTICLE FILTER APPLICATIONS

ABSTRACT

Motor vehicles have a significant share in air pollution. This handicap necessitates the development of emission control technologies. The most important of the pollutants in the exhaust gas resulting from combustion in internal combustion diesel engines; Particulate Matter (PM), Nitrogen Oxides, Hydrocarbons and Carbon Monoxide. Diesel particulate filters (DPF); particulate is one of the most technically feasible solutions used to reduce emissions.

In the Master of Science study; SiC (Silicon Carbide) Based Composite production, which can be an alternative to existing Diesel Particulate Filters (DPF) used in the commercial area, to improve the performance of the filter and to improve the engine performance; microstructure - property - pressure difference triangle was investigated and production of the wall structure which could be considered as the unit element of DPF in laboratory scale was realized. There is no previous study in the literature on the development of acicular grains to improve the performance of commercial SiC DPFs. From this point of view, in order to gain original and innovative direction of the study, original chemical compositions are developed in the wall pore structure of DPF to form needle-like grains. The SiC based composite structure DPF wall, which was produced after the study, was tested for pressure differences and compared with the permeability properties of current commercial SiC DPFs. However; open porosity ratio determination, bulk density measurement, post-baking weight change determination, SEM microstructure analysis, EDX elemental analysis, phase analysis with XRD and pore size and size distribution with mercury porosimetry were analyzed.

As a result of the studies, composite material with $\sim 1.4 \mu\text{m}$ length, $\sim 0.2 \mu\text{m}$ diameter Si_3N_4 spindle grains, %49,37 open porosity mean, $5,03 \mu\text{m}$ average pore size, mean $6.57 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2$ darcy permeability developed. In comparison; the characteristics of commercial SiC DPF have %50-60 open porosity, $\sim 11\text{-}12 \mu\text{m}$ average pore size and $3,91 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2$ darcy permeability respectively.

Keywords: Diesel Particulate Filter, Porous Ceramic, Silicon Carbide, Composite, Permeability



İÇİNDEKİLER

Sayfa No

TEŞEKKÜR	
BEYANNAME	
ÖZET.....	I
ABSTRACT	III
ŞEKİLLER DİZİNİ	XV
ÇİZELGELER DİZİNİ	VII
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	XV
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR BİLGİSİ.....	4
2.1. DPF Nedir?, Niçin Kullanılır?, Özellikleri, Çalışma Prensipleri ve Üretimi	4
2.2. Gözenekli Malzemeler, Kompozitler, Silisyum Karbür (SiC) ve Silisyum Nitrür (Si ₃ N ₄)	28
2.3. DPF Üzerine Daha Önceden Yapılmış Çalışmalar	35
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	40
3.1. Materyal Ve Metodlar	40
3.1.1. Kompozisyon Tasarımı.....	42
3.1.2. Karıştırma	43
3.1.3. Kurutma	43
3.1.4. Eleme	44
3.1.5. Presleme.....	45
3.1.6. Sinterleme	45
3.1.7. Karakterizasyon	48
3.1.7.1. Fiziksel özellikler	48
3.1.7.2. Faz analizi	51
3.1.7.3. Mikroyapı ve elementel analiz	52
3.1.7.4. □P-Debi testi.....	53
4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	55
4.1. 1600°C’de 120 Dakika Sinterleme Çalışmaları.....	56
4.1.1. Sinterleme sonrası ağırlık değişimi – açık porozite oranı – bulk yoğunluk tayinleri	56

4.1.2. Civa porozimetresi ölçümleri (d_{50} (ortalama por boyutu) – porozite boyut dağılımı).....	61
4.1.3. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapı karakterizasyonu	65
4.1.4. Enerji saçınımlı X-ışınları (EDX) tekniğiyle elementel analiz ve X-ışınları difraksiyonu tekniğiyle (XRD) faz analizi	70
4.2. α -24 İçin Sinterleme Rejimine Bağlı Olarak Özelliklerde Değişim	73
4.2.1. Sinterleme sonrası ağırlık değişimi – açık porozite oranı – bulk yoğunluk tayinleri	73
4.2.2. Civa porozimetresi ölçümleri (d_{50} (ortalama por boyutu) – porozite boyut dağılımı).....	84
4.2.3. X-ışınları difraksiyonu tekniğiyle (XRD) faz analizi	88
4.2.4. Taramalı elektron mikroskobuyla (SEM) mikroyapı karakterizasyonu ve enerji saçınımlı X-ışınları (EDX) tekniğiyle elementel analiz	93
4.3. ΔP -Debi Analizleri.....	102
5. SONUÇ	112
KAYNAKLAR	115
EKLER.....	120
ÖZ GEÇMİŞ.....	

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa No
Şekil 2.1. Euro standartlarına göre PM miktarları grafiği.....	5
Şekil 2.2. Bir içten yanmalı motorun egzoz akışındaki partikül grupları: kaba mod (en büyük), çekirdeklenme modu (en küçük), birikim modu (orta büyüklük) (Eastwood, 2008).....	6
Şekil 2.3. Dec'e (1997) göre yanmanın kavramsal modeli: A, sıvı yakıt; B, yakıt buharı ve hava karışımı; C, yakıt açısından zengin önceden karıştırılmış alev; D, ilk partikül oluşumu; E, düşük seviye partikül konsantrasyonu; F, orta seviye partikül konsantrasyonu; G, yüksek seviye partikül konsantrasyonu; H, difüzyon alev zarfı (Eastwood, 2008).....	6
Şekil 2.4. Dec ve Kelly-Zion'a (2000) göre yanan duman bulutlarının katlanması ve çökmesi: (a) enjeksiyonun hemen ardından; (b) kısmen difüzyon alevleri ile çevrelenmiş PM dolgulu hücrelerin geç yakılması (Dec ve Kelly-Zion, 2000: Eastwood'dan (2008)).	7
Şekil 2.5. Partikül oluşumunu arttıran dizel motordaki bakım ve ayar problemleri (Ergeneman, vd., 1998).....	8
Şekil 2.6. DPF'ler, DPF'lerin malzeme tipleri ve şekilleri; solda bölümlü α -SiC ve monolitik kordiyerit, sağda monolitik alüminyum titanat (Murtagh ve Johnson, 2014).	9
Şekil 2.7. DPF'lerde duvar akışı filtreleme prensibi (Karamitros vd., 2014).	10
Şekil 2.8. Kittleson'a (2010) göre tipik PM partikül büyüklüğünün ve morfolojisinin bir temsilcisinin TEM mikrografı (Murtagh ve Johnson, 2014).....	10
Şekil 2.9. Saracco, vd.'ne (2000) göre filtrasyon tipleri; solda, duvar akışlı DPF'de yüzey (kek) filtrasyonu; sağda, kanalın gözenekli (poroz) duvarında derin yatak filtrasyonu (Fino ve Saracco, 2005).	11
Şekil 2.10. Alternatif olarak tıkanmış kanallara sahip olan bir DPF'nin giriş yüzünün yakından görünüşü (solda); birikmiş PM tabakasına sahip olan bir DPF kanalının kesit görüntüsü (sağda) (Karamitros, vd., 2014).....	12
Şekil 2.11. Elektrikli ısıtıcı kullanarak DPF aktif rejenarasyonu (Lemon, 2014).	13
Şekil 2.12. Yakıt brülörü kullanarak DPF aktif rejenerasyonu (Lemon, 2014).....	13

Şekil 2.13.	Dizel oksidasyon katalizörü kullanarak DPF pasif rejenerasyonu (Lemon, 2014).	14
Şekil 2.14.	Katalize DPF kullanarak DPF pasif rejenerasyonu (Lemon, 2014).	14
Şekil 2.15.	Yakıt kaynaklı katalizör kullanarak DPF pasif rejenerasyonu (Lemon, 2014).	14
Şekil 2.16.	Yakıt kaynaklı katalizör ve katalize DPF’i beraber kullanarak DPF pasif rejenerasyonu (Lemon, 2014).	14
Şekil 2.17.	Duvar akışlı dizel partikül filtresinin şeması (Yang, vd., 2016).	16
Şekil 2.18.	Bir DPF’te, partikül birikiminin fonksiyonu olarak ΔP basınç düşüşü değişimi (Murtagh ve Johnson, 2014).	18
Şekil 2.19.	Hammadde hazırlama süreci; a: big-bag’in taşıyıcı tepsi üzerine taşınması, b: big-bag tabanına pnömatik hava emiş hortumunun bağlanması, c: hammaddelerin pnömatik hatlarla silolara transfer edilmesi (Notox diesel particulate filter production, 2014).	19
Şekil 2.20.	Malzeme eleme ve karıştırma süreci; a: hammadde siloları, b: hammadde silolarının tabanında bulunan titreşimli elek, c: titreşimli elek altında bulunan besleme hunisi, d: besleme hunisi vasıtasıyla miksera hammadde transferi (Corning’s Extrusion Manufacturing Process, 2017).	19
Şekil 2.21.	Ekstrüzyon hamuru oluşturma süreci; a: hammaddelerin döner pulluklarla karıştırılması, b: hamur oluşumu için üstten sıvı ilavesi, c: mikser tabanındaki bunker besleyici, d: konik bunker ve içerisindeki döner pulluklar vasıtasıyla ekstrüzyon hamurunun granül haline getirilmesi (Corning’s Extrusion Manufacturing Process, 2017).	20
Şekil 2.22.	Granüle hamurun transferi ve ekstrüzyon işlemi; a: granüle hamurun konveyör bantla taşınımı, b: granüle hamurun besleme hunisiyle ekstrüzyon makinasına alınması, c: ekstrüzyon tamburu, d: ekstrüzyon işlemi (Corning’s Extrusion Manufacturing Process, 2017).	20
Şekil 2.23.	Ekstrüzyon makinasına ait komponentler ve işlevleri (Groover, 2016).	21
Şekil 2.24.	DPF ekstrüzyon kalıbı ve görünümleri (Celcor® kalıbı) (Wight, 2005). ..	22

- Şekil 2.25.** Ekstrüzyon çıkışı “ham DPF” elde edilme süreci; a: Ekstrüzyon çıkışı ham kütüğün konveyör banda alınması, b: konveyör bant üzerindeki kil kesme teli, c: kil kesme telinin aşağı doğru hareketiyle kütüğün kesilmesi, d: yaş DPF (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018). 22
- Şekil 2.26.** Yaş DPF’nin mikrodalgalı roller kurutucuda rutubetinin uzaklaştırma süreci; a: yaş DPF’nin robot kolla kurutucu bantına aktarılması, b: mikrodalgalı roller kurutucu, c: ham DPF’nin robot kolla kurutucu çıkış bölgesinden alınması (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018). 23
- Şekil 2.27.** Ham DPF’nin ebatlama işlemi; a: ham DPF’nin robot kolla tutucuya doğru taşınması, b: tutucunun ham DPF’i dönen elmas disk üzerine doğru sürerek kesme işleminin gerçekleştirilmesi, c: ebatlanmış ham DPF’nin robot kol vasıtasıyla tutucudan alınması, d: ebatlanmış ham DPF’nin bir sonraki işlem için robot kol tarafından taşınması (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018). 24
- Şekil 2.28.** Tıkaçlama işlemi; a: tıkaç şablonunun DPF kanal yüzeyine yerleştirilmesi, b: DPF çamurunun spatulayla şablon yüzeyine sürülmesi, c: çamur kuruduktan sonra tabanca vasıtasıyla basınçlı hava püskürtülerek şablonun DPF yüzeyinden ayrılması (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018). 25
- Şekil 2.29.** Delme işlemi; a: delici ucun DPF’nin açık kanalları üzerine yerleştirilmesi, b: delici ucun DPF’nin açık kanalları içerisine bastırılması, c: fırçayla yüzey temizleme (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018). 25
- Şekil 2.30.** Sinterleme süreci; a: sinterleme öncesi gerekli işlemleri yapılmış ham DPF’lerin istiflendiği fırın vagonunun robot forklifle taşınması, b: fırın besleme ünitesine yerleştirilen vagonun hidrolik pistonlarla yukarı doğru kaldırılması, c: vagonun fırın içerisine taban bölgesinden beslenmesi, d: kamara tipi fırınlar (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018). 26

- Şekil 2.31.** Çimento harcı uygulama ve yapıştırma süreci; a: harcın, DPF çevresel yüzeylerine spatulayla sürülmesi, b: modüllerin yapıştırma presine alınması, c ve d: presleme öncesi modüller arasındaki boşlukların harçla kapatılması (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018).27
- Şekil 2.32.** Çimento harcıyla yapıştırılmış DPF modüllerinin son boyut ölçümü ve kurutma işlemi; a: modüllerin son boyut ölçümü, b: modüllerin kurutma tezgahına alınması, c ve d: modüllerin ortam sıcaklığında kurumaya terk edilmesi (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018). 28
- Şekil 2.33.** Gözenek tiplerinin şematik gösterimi (Ishizaki, vd., 1998). 29
- Şekil 2.34.** Schaefer'e (1994) göre; gözenek büyüklüğüne göre gözenekli malzemelerin sınıflandırılması (Ishizaki, vd., 1998). 29
- Şekil 2.35.** Şekil ve geometrisine göre farklı gözenek konfigürasyonları; a: köpükler, b: camlar, c: toz kompaktları, d: plaka şekilli taneler, e: fiberler, f: büyük gözeneklerin küçük gözenekli ağ yapısına bağlanması, g: büyük gözenekli ağ yapısının küçük gözenekli ağ yapısına bağlanması (Ishizaki, vd., 1998). 30
- Şekil 2.36.** Kleykamp ve Schumacher'e (1994) göre 1 bar toplam basınçta silisyum - karbon sisteminin faz diyagramı (Schmalzried ve Schwetz, 2010). 32
- Şekil 2.37.** α -SiC ve β -SiC'ün kristal yapıları (Schmalzried ve Schwetz, 2010). 32
- Şekil 2.38.** SiC kristal yapısının birim elemanı olan tetrahedron yapısı. 33
- Şekil 2.39.** Kristal yapıları: (a) α -Si₃N₄; (b) β - Si₃N₄; (c) γ - Si₃N₄ (Šajgalík, vd., 2010). 35
- Şekil 2.40.** DPF duvarı içerisinde bulunan açık porozite kanalı içerisinde düz ve kıvrımlı egzoz akışı. 36
- Şekil 2.41.** Kılcal akış porometrisi ile elde edilen SiC yapılı ticari bir DPF'nin porozite boyut dağılımı (Kriegesmann vd., 2009: Kriegesmann'dan (2014)). 38

Şekil 2.42.	Deneyssel olarak ölçülen, bölümlü SiC DPF’lerdeki (PM yüklenmemiş, temiz) ΔP -Debi grafikleri; (a) Ibiden marka, katalize edilmemiş, $\text{çap} \times \text{uzunluk} = 5,66 \times 6$ inç, hücre yoğunluğu/duvar kalınlığı 200/16; (b) Ibiden marka, katalize edilmemiş, $5,66 \times 6$ inç, 300/10; (c) NGK marka, katalize edilmiş, $5,66 \times 6$ inç, 300/12; (d) Ibiden marka, katalize edilmemiş, $5,66 \times 10$ inç, 200/16 (Masoudi, 2005).....	38
Şekil 2.43.	Temiz ve PM yüklü (4 gr/l) durumlarda, kordiyerit yapılı, Corning markalı; DuraTrop CO [®] , DuraTrap EC [®] ve Dev-HP2 [®] DPF’lere ait duvar geçirgenliğinin (m^2) bir fonksiyonu olarak ΔP basınç farklılığı (kPa) grafiği (Melscoet-Chauvel, vd. 2005).....	39
Şekil 3.1.	Deneyssel çalışmalar süreç akış şeması.	41
Şekil 3.2.	MSE Furnace marka, ATM 1600_15 model atmosfer kontrollü kamara fırın.....	46
Şekil 3.3.	Altlık olarak kullanılan grafit haznenin görünümüleri.	47
Şekil 3.4.	Çalışmada kullanılan sinterleme rejimleri.	47
Şekil 3.5.	Yoğunluk tayin kitine ait ekipmanlar.	49
Şekil 3.6.	MICROMERITICS marka, AUTOPORE IV model civa porozimetresi. .	51
Şekil 3.7.	PANalytical marka, EMPYREAN model XRD cihazı.....	52
Şekil 3.8.	ZEISS marka, SUPRA 40VP model taramalı elektron mikroskobu.	53
Şekil 3.9.	ΔP -Debi test düzeneği sistemi; üstteki resim: test düzeneği fotoğrafı, alttaki resim: sistem çalışma prensibinin şematik olarak gösterimi.	54
Şekil 4.1.	1600°C ’de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen, kompozisyonlara göre % sinterleme sonrası ağırlık değişim ortalaması grafiği.....	57
Şekil 4.2.	1600°C ’de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen, kompozisyonlara göre % açık porozite ortalaması grafiği.	59
Şekil 4.3.	Sinterlemeden önce preslenmiş gevşek toz tanelerinin (siyah renk) görünümü (sol), sinterleme sırasında toz tanelerinin birbirine bağlanmaya başlayarak açık ve kapalı gözenek yapısını (beyaz renk) meydana getirmeye başlaması (sağ) (German, 2014).	59
Şekil 4.4.	1600°C ’de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen, kompozisyonlara göre bulk yoğunluğu grafiği.	60

Şekil 4.5.	Sinterleme sonrası; % ağırlık değişimi, % açık porozite ve bulk yoğunluğu (gr/cm ³) özelliklerinin birbiriyle ilişkilerini ortaya koyan matris diyagram.	61
Şekil 4.6.	Civa porozimetresiyle elde edilen gözenek boyut dağılımı grafiği	63
Şekil 4.7.	Ortalama gözenek boyutunun (d_{50}), porozite boyut dağılımıyla beraber ilişkisini ortaya koyan serpilme diyagramı.	64
Şekil 4.8.	Deneysel çalışmalarda kullanılan; eşeksenli tanelere sahip α -Si ₃ N ₄ tozunun 10000 kez büyütme (solda) ve prizmatik tanelere sahip β -Si ₃ N ₄ tozunun 20000 kez büyütme (sağda) SEM (taramalı elektron mikroskop) görüntüleri.....	64
Şekil 4.9.	Ortalama gözenek boyutu (d_{50}) ve porozite boyut dağılımı (μ m) özelliklerinin; % ağırlık değişimi, % açık porozite ve bulk yoğunluğu (gr/cm ³) özellikleriyle birlikte ilişkilerini ortaya koyan matris diyagram.	65
Şekil 4.10.	1600°C tepe sıcaklığında 120 dakika boyunca sinterlenmiş β -12 kompozisyonunun 20 000 kez büyütme taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüsü.....	68
Şekil 4.11.	1600°C tepe sıcaklığında 120 dakika boyunca sinterlenmiş β -24 kompozisyonunun 20 000 kez büyütme taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüsü.....	68
Şekil 4.12.	1600°C tepe sıcaklığında 120 dakika boyunca sinterlenmiş α -12 kompozisyonunun 20 000 kez büyütme taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüsü.....	69
Şekil 4.13.	1600°C tepe sıcaklığında 120 dakika boyunca sinterlenmiş α -24 kompozisyonunun 20 000 kez büyütme taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüsü.....	69
Şekil 4.14.	α -12 kompozisyonundaki iğnemsiz taneye ait, EDX tekniğiyle elde edilen elementel analiz grafiği.....	71
Şekil 4.15.	α -24 kompozisyonundaki iğnemsiz taneye ait, EDX tekniğiyle elde edilen elementel analiz grafiği.....	71
Şekil 4.16.	α -12, α -24, β -12, β -24 kompozisyonlarına ait, XRD tekniğiyle elde edilen faz analizi grafiği	72

- Şekil 4.17.** α -24, α -24G, α -24S kompozisyonlarının; 1500°C'de 60 dakika, 1525°C'de 60 dakika, 1550°C'de 60 dakika, 1575°C'de 60 dakika, 1600°C'de 60 dakika, 1600°C'de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % sinterleme sonrası ağırlık değişim ortalaması grafiği. 76
- Şekil 4.18.** α -24 S, α -24 G başlangıç kompozisyonlarına ilave edilen AlN, Al₂O₃ ve Grafit miktarlarının (% mol) % ağırlık değişimi üzerine etkisini gösteren serpilme diyagramları. 76
- Şekil 4.19.** α -24, α -24G, α -24S kompozisyonlarının; 1500°C'de 60 dakika, 1525°C'de 60 dakika, 1550°C'de 60 dakika, 1575°C'de 60 dakika, 1600°C'de 60 dakika, 1600°C'de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % açık porozite ortalaması grafiği..... 80
- Şekil 4.20.** Başlangıç malzemesi olarak kullanılan 0,9 μ m'luk SiC'ün, 24 μ m'luk SiC'ün ve bunların toplam değerini ifade eden Σ SiC miktarının (% mol) % açık porozite üzerine etkisini ifade eden serpilme diyagramı. 80
- Şekil 4.21.** α -24 S, α -24G başlangıç kompozisyonlarına ilave edilen AlN, Al₂O₃ ve Grafit miktarlarının (% mol) % açık porozite üzerine etkisini gösteren serpilme diyagramları. 81
- Şekil 4.22.** α -24, α -24G, α -24S kompozisyonlarının; 1500°C'de 60 dakika, 1525°C'de 60 dakika, 1550°C'de 60 dakika, 1575°C'de 60 dakika, 1600°C'de 60 dakika, 1600°C'de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen bulk yoğunluk ortalaması grafiği. 83
- Şekil 4.23.** α -24 S, α -24 G başlangıç kompozisyonlarına ilave edilen AlN, Al₂O₃ ve Grafit miktarlarının (%mol) bulk yoğunluğu üzerine etkisini gösteren serpilme diyagramları. 83
- Şekil 4.24.** α -24, α -24 G ve α -24 S kompozisyonlarının; 1500°C'de 60 dakika, 1525°C'de 60 dakika, 1550°C'de 60 dakika, 1575°C'de 60 dakika, 1600°C'de 60 dakika, 1600°C'de 120 dakika sinterleme rejimlerine ait; civa porozimetresiyle elde edilen porozite boyut dağılımı grafiği. 87
- Şekil 4.25.** 24 μ m'luk SiC miktarının (% mol), 0,9 μ m'luk SiC miktarının (% mol) ve toplam SiC miktarının (% mol); d₅₀ ortalama por çapı ve por boyut dağılımına etkisini gösteren matris diyagram. 88

Şekil 4.26.	Maksimum sıcaklık süresinin (dakika); d_{50} ortalama por çapı ve por boyut dağılımına etkisini gösteren matris diyagram.	88
Şekil 4.27.	α -24, α -24 G ve α -24 S kompozisyonlarının; 1500°C'de 60 dakika, 1525°C'de 60 dakika, 1550°C'de 60 dakika, 1575°C'de 60 dakika, 1600°C'de 60 dakika, 1600°C'de 120 dakika sinterleme rejimlerine ait, XRD ile elde edilen faz analizi grafikleri.	92
Şekil 4.28.	α -24 kompozisyonunun 1550°C'de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen β -Si ₃ N ₄ fiberlerinin EDX elementel analizi.	94
Şekil 4.29.	α -24 kompozisyonunun; 1500°C'de 60 dakika, 1525°C'de 60 dakika, 1550°C'de 60 dakika, 1575°C'de 60 dakika, 1600°C'de 60 dakika, 1600°C'de 120 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen 30000 büyütme SEM görüntüleri.	95
Şekil 4.30.	α -24 G kompozisyonunun; 1500°C'de 60 dakika, 1525°C'de 60 dakika, 1550°C'de 60 dakika, 1575°C'de 60 dakika, 1600°C'de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen 15000 büyütme SEM görüntüleri.	97
Şekil 4.31.	α -24 G kompozisyonunun 1575°C'de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen iğnemsî SiC fiberlerinin EDX elementel analizi.	98
Şekil 4.32.	α -24 S kompozisyonunun; 1500°C'de 60 dakika, 1525°C'de 60 dakika, 1550°C'de 60 dakika, 1575°C'de 60 dakika, 1600°C'de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen 30000 büyütme SEM görüntüleri.	100
Şekil 4.33.	α -24 S kompozisyonunun 1525°C'de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen iğnemsî Si ₃ N ₄ fiberlerinin EDX elementel analizi.	101
Şekil 4.34.	Fiberimsi ve iğnemsî tane boyutlarının; % açık porozite, d_{50} ortalama por çapı ve por boyut dağılımına etkilerini gösteren matris diyagram.	101
Şekil 4.35.	Sıcaklık kriterlerinin; fiberimsi ve iğnemsî tanelerin uzunluğuna ve çapına etkilerini gösteren matris diyagram.	102
Şekil 4.36.	Ticari DPF'nin SEM'de 100 kez büyütülmüş görüntüsü ve filtreye ait duvar kalınlığı ve kanal boyutu ölçümleri (Gürlek, 2016).	103
Şekil 4.37.	Darcy geçirgenliği (k_1) - basınç farkı (ΔP) grafiği.	110
Şekil 4.38.	Hava debisi - basınç farkı grafiği.	111

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa No

Çizelge 2.1. Dizel araç egzoz emisyonu için PM standartları (gr / kwh) (European Emission Standards, 2018).	5
Çizelge 2.2. DPF’lerde kullanılan bazı malzemelerin özellikleri (Adler, 2005: Gürlek’ten (2016)).	15
Çizelge 2.3. SiC’ün ortak politipleri (Pierson, 1996).	33
Çizelge 2.4. SiC’e ait bazı karakteristikler (Pierson, 1996).	34
Çizelge 2.5. Si ₃ N ₄ ’e ait bazı karakteristikler (Pierson, 1996).	34
Çizelge 2.6. Sangster’e (2005) göre ve Schneider’a (1991) göre Si ₃ N ₄ yapılarının birim hücre boyutları (Šajgalík, vd., 2010).	35
Çizelge 4.1. α-12, α-24, β-12, β-24 kompozisyonlarına ait, XRD ile elde edilen faz dağılımları tablosu	73
Çizelge 4.2. α-24, α-24 G ve α-24 S kompozisyonlarının; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejimlerine ait, XRD ile elde edilen faz dağılımları tablosu.	91
Çizelge 4.3. Akışkan sıkıştırılabilirliğine göre uyarlanmış geçirgenlik denklemleri (Innocentini, vd., 2005).	104
Çizelge 4.4. Farklı sıcaklık ve basınçlarda su ve ortak gazların yoğunluğu ve viskozitesini tahmin etmek için faydalı denklemler (Innocentini, vd., 2005).	105
Çizelge 4.5. Basınç farklılığı test ünitesiyle elde edilen deneysel değerler ve geçirgenlik hesaplamaları tablosu.	107

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

$\sim$	: Yaklaşık
α	: Hidrolik Çap
A	: Kesit Alanı
Al_2O_3	: Alüminyum Oksit Veya Alümina
$\alpha-Si_3N_4$	: Alfa Silisyum Nitrür
$\alpha-SiC$	: Alfa Silisyum Karbür
$\beta-Si_3N_4$	: Beta Silisyum Nitrür
C	: Karbon
CO	: Karbon Monoksit
d	: Çap
d_h	: Hidrolik Çap
f	: Duvar Sürtünme Katsayısı
$\gamma-Si_3N_4$	: Gama Silisyum Nitrür
η	: Dönüşüm Verimliliği
H	: Hidrojen
H_2	: Hidrojen
H_2O	: Su
HC	: Hidrokarbonlar
L	: Kanal Uzunluğu
l	: Kesit Uzunluğu
m	: Kütle Akışı
N_2	: Azot
NO	: Azot Oksit
NO_2	: Azot Dioksit
NO_x	: Azot Oksitler
O	: Oksijen
O_2	: Oksijen
P	: Basınç
Pd	: Paladyum

Pt	: Platin
Q	: Akış Debisi
R _f	: Akıma Direnç
S	: Alan
s	: Hücre Tekrar Mesafesi
Si	: Silisyum
Si ₃ N ₄	: Silisyum Nitrür
SiC	: Silisyum Karbür
SiO ₂	: Kuvars
SO ₂	: Kükürt Dioksit
SO ₃	: Kükürt Trioksit
t	: Hücreler Arası Mesafe
T	: Sıcaklık
v	: Akış Hızı
V	: Hacim
V _e	: Hacimsel Akış Hızı
w	: Duvar Kalınlığı
Y ₂ O ₃	: Yitriyum Oksit
ζ	: Forchheimer Katsayısı
ΔP	: Basınç Farkı veya Motor Geri Basıncı
ΔT	: Sıcaklık Değişimi
ρ	: Yoğunluk

Kısaltmalar

1B	: Bir Boyutlu
2B	: İki Boyutlu
3B	: Üç Boyutlu
AB	: Avrupa Birliği
ABD	: Amerika Birleşik Devletleri
ACT	: Asimetrik Hücre Teknolojisi
AEA	: Avrupa Ekonomik Birliği
ark.	: Arkadaşları
ASTM	: Amerikan Test ve Malzemeler Birliği

AT	: Alüminyum Titanat
Bkz.	: Bakınız
diğ.	: Diğerleri
DOC	: Dizel Oksidasyon Katalizörü
DPF	: Dizel Partikül Filtre
EGR	: Egzoz Gazı Geri Beslemesi
FBC	: Yakıt Kaynaklı Katalizör
FIE	: Yakıt Enjeksiyon Ekipmanı
GM	: General Motors
IUPAC	: Uluslararası Saf ve Uygulamalı Kimya Birliği
MAK	: Maksimum Atmosfer Konsantrasyonu
MİK	: Minimum İşyeri Konsantrasyonu
MPS	: Medyan Gözenek Büyüklüğü Dağılımı
NMHC	: Metan Olmayan Hidrokarbonlar
örn.	: Örneğin
PAH	: Polisiklik Aromatik Hidrokarbonlar
PM	: Partikül Madde
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskonu
US	: Birleşik Devletler
vb.	: Ve Bunun Gibi
vd.	: Ve Diğerleri

Birimler

"	: İnç
°C	: Santigrat
°K	: Kelvin
cm	: Santimetre
d/dak	: Devir / Dakika
g	: Gram
GPa	: Giga Pascal
inç ²	: İnç Kare
K	: Termal İletkenlik

kg	: Kilogram
km	: Kilometre
L	: Litre
m	: Metre
m ²	: Metrekare
mm	: Milimetre
µm	: Mikrometre
nm	: Nanometre
ppm	: Milyondaki Hacimsel Oran
RPM	: Dönüş Hızı
sn	: Saniye
W	: Watt

1. GİRİŞ

Dizel motor uygulamalarında; Partikül Madde (PM) emisyonlarının düşürülmesinin teknolojik olarak en ideal yollarından biri de Dizel Partikül Filtre (DPF) kullanımıdır. DPF'ler; sahip olduğu akışkan kanalları içinde bir yandan egzoz gazının sürekli olarak akışına izin verirken, bir yandan da gözenekli kanal duvarları içinde egzoz gazının içerdiği kirletici katı ve sıvı is partiküllerini biriktirmektedir. Ticari DPF'leri, genellikle yüksek ısı iletkenlik ve dekompozisyon sıcaklığına sahip olan gözenekli SiC seramiklerinden üretilmektedirler. DPF sistemleri, motorlu taşıt kullanımı esnasında kendiliğinden çalışma gösteren otomatik temizleyici alt sistemler içermektedirler. Alt sistemler sayesinde; filtre gözeneklerinde alıkoyulan PM'ler, yüksek sıcaklıkta yakılmak suretiyle gaz haline getirilerek gözeneklerden uzaklaştırılır ve böylelikle DPF rejenere edilmiş olur. Performans açısından incelendiğinde; bir filtrenin düşük bir basınç azalması özelliğine (ΔP) ve yüksek oranda PM toplama yeteneğine sahip olması arzu edilmektedir.

Literatürden elde edilen bilgilere göre; global DPF pazarı yıllık yaklaşık yüz milyon adet satış hacmi barındırmaktadır (Wight, 2005). Pastadaki en büyük payı; Amerikan Corning, Japon Ngk ve Denso, Alman Emitec firmaları almakta olup, küçük dilim ise diğer firmalar arasında bölüşülmektedir (Wight, 2005). Türkiye Seramik Federasyonu tarafından belirtilen veriler uyarınca küresel seramik sanayinde dünyanın büyük oyuncularından biri olan ülkemiz, DPF tasarımı ve üretimi gerçekleştiremediğinden dolayı maalesef ki satış dairesi içerisinde yer alamamaktadır (Onuncu Kalkınma Planı 2014-2018 Seramik Çalışma Grubu Raporu, 2015). Seramik sektörünün sahip olduğu nitelikli iş gücü, teknolojik bilgi birikimi, yükselen inovasyon bilinci, yüksek katma değeri ve hergün gelişmekte olan üniversite – sanayi işbirliği ile çoğu rakibi karşısında üstünlük kurabilen ülkemizin, haklı olarak global DPF pazarındaki yadsınamaz yerini alması ümit edilmektedir. Bu kapsamda; Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Makine ve İmalat Mühendisliği Ana Bilim Dalı ve Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı olarak, multi disiplinler bir çalışma yürüterek birçok proje ve yayın çalışmaları yapılmış olup aşağıda listelenmiştir:

1. Microstructural Characterization, Mechanical, Physical and Thermal Properties of A Diesel Particulate Filter (Çalış Açıkbaş, vd., 2018).

2. Particulate Filters for Internal Combustion Engines (Çalış Açıkbaş, vd., 2018).
3. Properties of Porous Silicon Nitride Bonded – Silicon Carbide Ceramics For Diesel Particle Filter (Kırcalı, vd., 2018).
4. Porous SiC Based Composite Ceramics Fabricated by Partial Reaction Sintering Method for Diesel Particle (Kırcalı, vd., 2017).
5. Characterization of Commercial Diesel Particle Filter (Türe, vd., 2016).
6. Dizel Partikül Filtre Karakterizasyonu (Gürlek, vd., 2016).
7. Egzoz Gazı Arıtma Sistemlerinin Karakterizasyonu (Gürlek, 2016).
8. Otomotiv Sektöründe Kullanılmak Üzere Gözenekli SiC Üretimi ve Karakterizasyonu (Çalış Açıkbaş, 2017-2018).
9. Ticari Dizel Partikül Filtrelerin Mekanik Termal ve Fiziksel Özelliklerinin Tespiti (Soylu, 2016-2017).
10. Egzoz Gazı Arıtma Sistemlerinin Karakterizasyonu (Soylu, 2016-2017).

Bu motivasyon ile gerçekleştirilen yüksek lisans tez çalışmasında, DPF üretimi için ilk adım sayılabilecek, laboratuvar ölçekli akış kanalı duvarı üretiminin yapılması amaçlanmıştır. Ekonomik ve sosyal bir katma değer oluşturabilmesi açısından çalışmanın inovatif bir yön kazanabilmesi amacıyla, ticari DPF'lerde kullanılan SiC malzeme yapısı yerine; farklı bağlayıcı ilaveleri kullanılarak kısmi reaksiyon bağlamalı sinterleme tekniğiyle meydana getirilen SiC kompozit malzeme yapısı üzerinde uğraşı verilmiştir. Bu çerçevede, ticari DPF'lere eşdeğer gözenek değerlerine sahip ve Euro Emisyon Standartları gereklerini karşılayabilecek malzemelerin geliştirilmesi hedeflenmiştir. Bunun yanında; gözenek kanalları içerisinde mikron mertebesinde iğnesel taneler oluşturabilmek için yeni kimyasal kompozisyonların geliştirilmesine de odaklanılmıştır. Bu sayede; inovatif bir yaklaşım sergilenerek, filtre duvarı içerisindeki akış yolu kıvrımlılığının yükseltilmesi suretiyle, egzoz gazının, birbirine bağlı olan gözenek kanalları içerisinde daha fazla mesafede yol katetmesi suretiyle sıcak yüzeylerle temas alanının artırılarak DPF rejenerasyonu için ilave performans katkısı sağlanması amaç edinilmiştir.

Tez çalışması iki aşamadan meydana gelmektedir. Birinci aşamada; ticari DPF'lere yakın gözeneklilik değerlerine ulaşmak ve aynı zamanda onlardan farklı olarak gözenek kanalları içerisinde iğnesel tanelerin oluşturulduğu kimyasal

kompozisyonlar meydana getirilmesi gaye edinilmiş ve maksimum 1600°C’de 120 dakika sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. İkinci aşamada ise; birinci aşamadaki özellikleri en iyi olan kompozisyon üzerinden gidilmek suretiyle değişik malzeme katkıları ve sinterleme rejimleri (maksimum 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika) uygulanarak gözenek ve iğnesel tane oluşum mekanizmalarının detaylı olarak tetkik edilmesine çalışılmıştır. Her iki aşamanın sonucunda elde edilen veriler, mikroyapı – özellik – performans (ΔP) üçgeninde analitik ve istatistik olarak değerlendirilip teknik araştırmaların sonucuna varılmıştır. Bu değerlendirmelerde; mikroyapı incelemesi için taramalı elektron mikroskobu (SEM), elementel tahlil için enerji dağılımlı X ışınları analizi (EDX), faz tahlili için X ışınları kırınımı analizi (XRD), gözenek boyut dağılımı ve eşdeğer porozite boyutunun tespiti için civa porozimetresi, ΔP –debi testi için 2018-01.BŞEÜ.03-01 numaralı proje kapsamında geliştirilen test sistemi kullanılmıştır. Bununla beraber; % sinterleme sonrası ağırlık değişimi, % açık porozite ve bulk yoğunluk gibi fiziksel özelliklerin tayini için laboratuvar ortamında deneysel metodlardan yararlanılmıştır.

2. LİTERATÜR BİLGİSİ

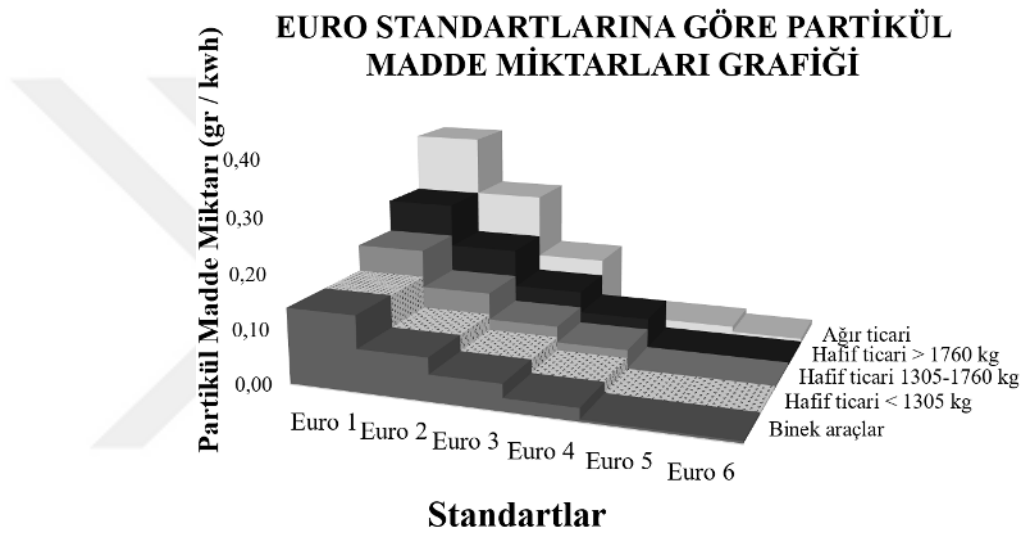
2.1. DPF Nedir?, Niçin Kullanılır?, Özellikleri, Çalışma Prensibi ve Üretimi

Gerek benzin gerekse dizel yakıtla çalışan içten yanmalı motorlarda oluşan yanma reaksiyonu %100 verimle gerçekleşmediğinden dolayı tam yanma durumu meydana gelmemektedir. Motor içinde ideal yanma şartları hazırlansa dahi, yanma reaksiyonun sahip olduğu kimya nedeniyle kirletici maddeler (emisyonlar) açığa çıkmaktadır. Bu kirleticiler, doğaya yayıldıklarında çevre ve insan sağlığına zarar vermektedirler. Ergeneman, vd.'ne (1998) göre, içten yanmalı motor emisyonları şu şekilde sınıflandırılmaktadır: yanmamış hidrokarbonlar (yanmamış yakıt molekülleri) (HC), karbon monoksit (CO), azot oksitler (NO_x), aldehitler (R.CHO), partiküller (yanmamış karbon tanecikleri (is), metaller, sıvı yağ ve yakıt tanecikleri), kükürt dioksit (SO_2), kurşun bileşenleri.

Motorlu araçların doğaya yaptığı emisyonları sınırlamak amacıyla egzoz emisyon standartları geliştirilmiştir. Bu standartlar, Avrupa Birliği (AB) ve Avrupa Ekonomik Alanı (AEA) ülkelerinde satışa sunulan veya kullanılmakta olan motorlu taşıtlardan doğaya salınan kabul edilebilir egzoz emisyonu limitlerini meydana getirmektedir. Avrupa Birliği'nde emisyon standartları; azot oksit emisyonları, toplam hidrokarbon, metan olmayan hidrokarbonlar, karbon monoksit ve PM olarak sınıflandırılmış ve otomobil, kamyon gibi birçok araç tipinde düzenlenmiş olup her araç tipi için farklı standartlar geçerlidir (European Emission Standards, 2018). Bununla beraber; egzoz emisyon standartları aşamalandırılmış olup, bu aşamalar genellikle hafif hizmet araçları için Euro 1, Euro 2, Euro 3, Euro 4, Euro 5 ve Euro 6 olarak, ağır hizmet araçları için latince rakamlardan ziyade roma rakamları kullanılmak suretiyle Euro I, Euro II, Euro III, Euro IV, Euro V ve Euro VI olarak belirlenmiştir ve bu standartlara uyumlu olmayan araçlar AB'de satılamamaktadır (European Emission Standards, 2018). DPF'ler, partiküllerin egzoz gazından arındırılması için tasarlanmaktadır. Çizelge 2.1'de, dizel araçların egzoz emisyonu için PM standartları, Şekil 2.1'de ise PM standartlarının "Euro" sınıflamasına göre gelişimini gösteren grafik verilmiştir:

Çizelge 2.1. Dizel araç egzoz emisyonu için PM standartları (gr / kwh) (European Emission Standards, 2018).

STANDART	BİNEK ARAÇLAR	HAFİF TİCARİ ARAÇLAR ≤ 1305 kg	HAFİF TİCARİ ARAÇLAR 1305 – 1760 kg	HAFİF TİCARİ ARAÇLAR > 1760 kg	AĞIR TİCARİ ARAÇLAR
Euro 1	0,14	0,14	0,19	0,25	0,36
Euro 2	0,08	0,08	0,12	0,17	0,25
Euro 3	0,05	0,05	0,07	0,10	0,13
Euro 4	0,025	0,025	0,04	0,06	0,02
Euro 5	0,005	0,005	0,005	0,005	0,02
Euro 6	0,005	0,005	0,005	0,005	0,01

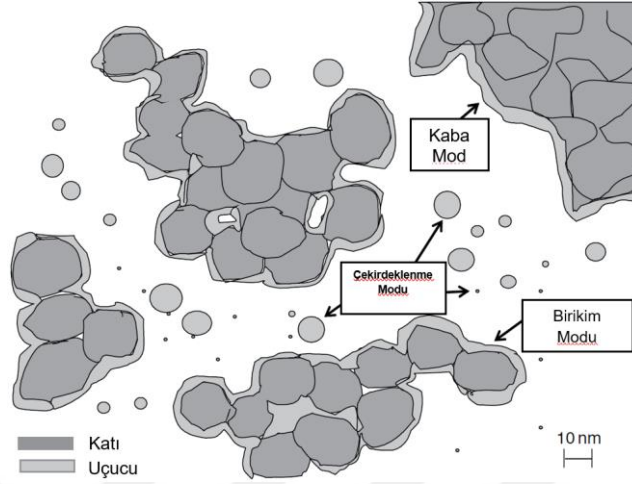


Şekil 2.1. Euro standartlarına göre PM miktarları grafiği.

Eastwood (2008), bir motorlu taşıtın egzoz akışında bulunan partikülleri üç farklı tipe ayırarak; "çekirdeklenme modu", "birikim modu" ve "kaba mod" olarak sınıflandırılmıştır (Bkz. Şekil 2.2).

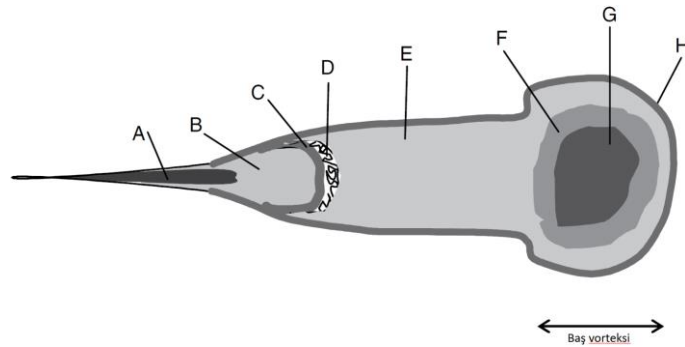
Eastwood'a (2008) göre: çekirdeklenme modundaki partiküllerin boyutu 20 nm'nin altında olup tamamıyla uçucu haldedir; birikim modundaki partiküller ise çekirdeklenme modundaki partiküllerin birleşmesiyle oluşur, boyutları 20 – 50 nm arasındadır, yarı katı yarı uçucu haldedir ve katı parçacıkların arasında uçucu bileşenlerde bulunabilmektedir; kaba moddaki partiküller birikim modundaki partiküllerin topaklanmasıyla meydana gelir, boyutları 50 nm'nin üzerindedir, bu modda katı grup tamamıyla birbiriyle bütünleşmiş olup iç kısımdadır ve dış yüzey tamamıyla uçucu haldedir, doğaya salınan partiküller kaba moddadır. Kaba modun büyük bir

kısmını meydana getiren katı grup, “Karbonlu Grup” veya “İs” olarak ta tanımlanmaktadır ve egzoz dumanının aldığı siyah renk bu gruptan kaynaklanmaktadır.



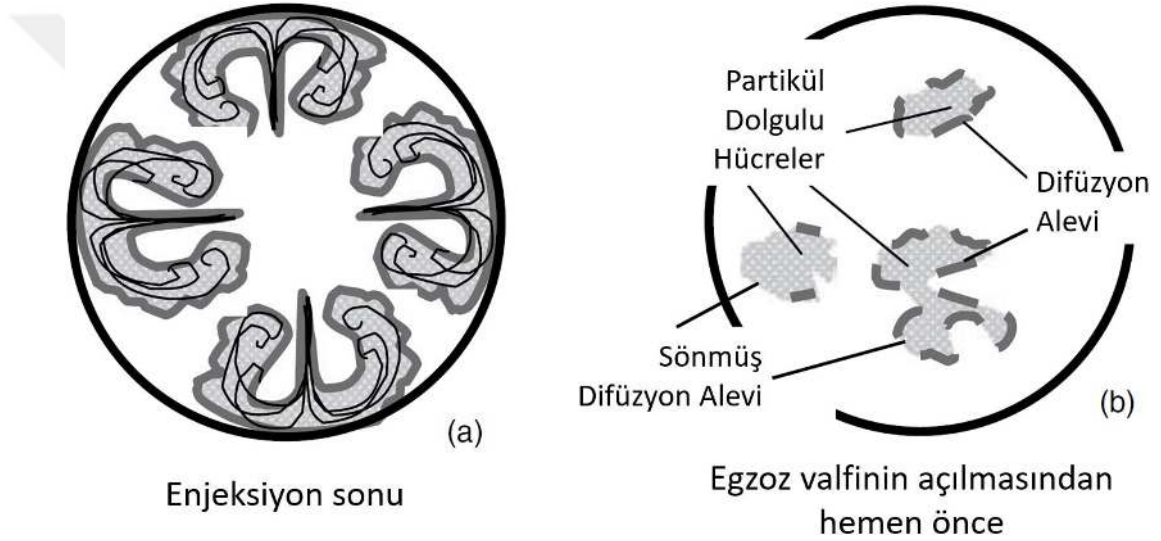
Şekil 2.2. Bir içten yanmalı motorun egzoz akışındaki partikül grupları: kaba mod (en büyük), çekirdeklenme modu (en küçük), birikim modu (orta büyüklük) (Eastwood, 2008).

Günümüzde; içten yanmalı dizel motordaki yanma süreci, araştırmacılar tarafından Şekil 2.3’deki gibi kavramsal olarak modellenmiştir. Modele göre; yanma bir difüzyon alev zarfı içerisinde meydana gelmekte olup, baş vorteksinde sona ermekte ve en yüksek partikül konsantrasyonu ise baş vorteksinin merkez bölgesinde bulunmaktadır. Baş vorteksine ait merkezi bölgeden alev difüzyon zarfına doğru partikül konsantrasyonu azalmaktadır.



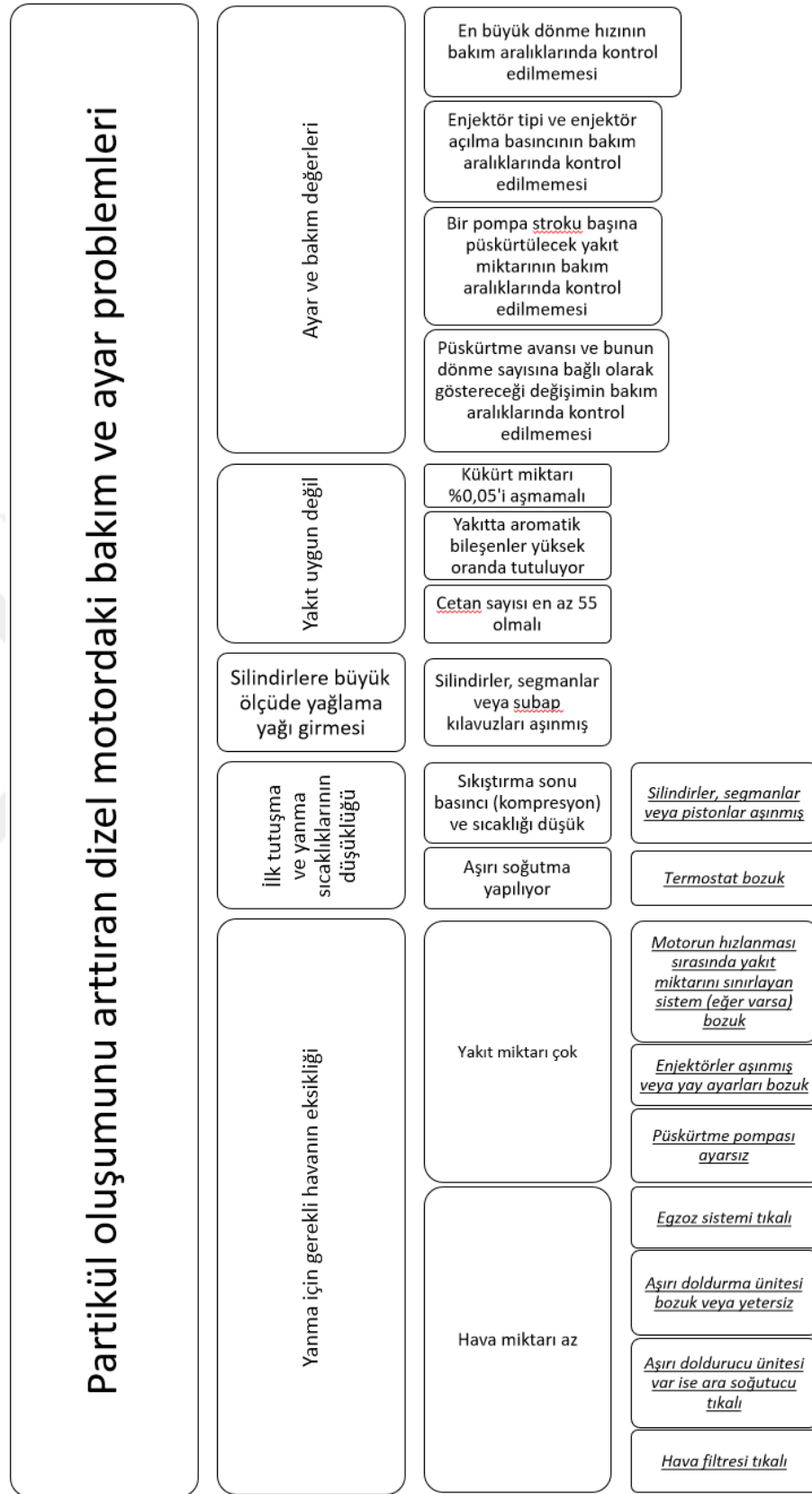
Şekil 2.3. Dec’e (1997) göre yanmanın kavramsal modeli: A, sıvı yakıt; B, yakıt buharı ve hava karışımı; C, yakıt açısından zengin önceden karıştırılmış alev; D, ilk partikül oluşumu; E, düşük seviye partikül konsantrasyonu; F, orta seviye partikül konsantrasyonu; G, yüksek seviye partikül konsantrasyonu; H, difüzyon alev zarfı (Eastwood, 2008).

Yanma sırasında partiküllerin tümü yakılamadığından dolayı, içten yanmalı motorlardan egzoz sistemine doğru partikül yayılımı gerçekleşmektedir. İçten yanmalı bir dizel motorun yanma odası incelendiğinde; yakıt enjeksiyonu bittikten hemen sonra, Şekil 2.4.'den de görüleceği üzere yanan duman bulutu çökmekte ve baş vorteksleri partikül dolgulu hücrelere ayrılmaktadır. Difüzyon alev zarfı, bu hücrelerin etrafını sarmaya bir süre daha devam etmekte lakin hücreler tamamıyla yakılamamaktadır. Bu da, yanma odasında partikül yığınlarının meydana gelmesine sebep olmaktadır. Partiküller, egzoz valfi açılana kadar yanma odasında beklemekte, valfin açılmasının ardından egzoz akış kanalına doğru tahliye edilmektedir.



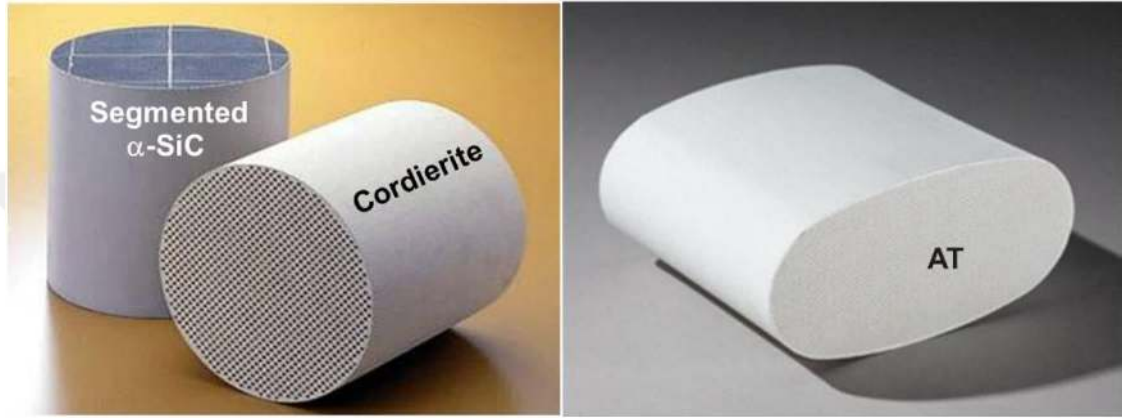
Şekil 2.4. Dec ve Kelly-Zion'a (2000) göre yanan duman bulutlarının katlanması ve çökmesi: (a) enjeksiyonun hemen ardından; (b) kısmen difüzyon alevleri ile çevrelenmiş PM dolgulu hücrelerin geç yakılması (Dec ve Kelly-Zion, 2000; Eastwood'dan (2008)).

Ergeneman vd. (1998), içten yanmalı bir dizel motordaki bakım ve ayar problemlerinin, egzoz sistemine salınan partikül miktarını arttırdığını belirterek, bu problemleri ve nedenlerini Şekil 2.5'deki gibi sınıflandırmışlardır:



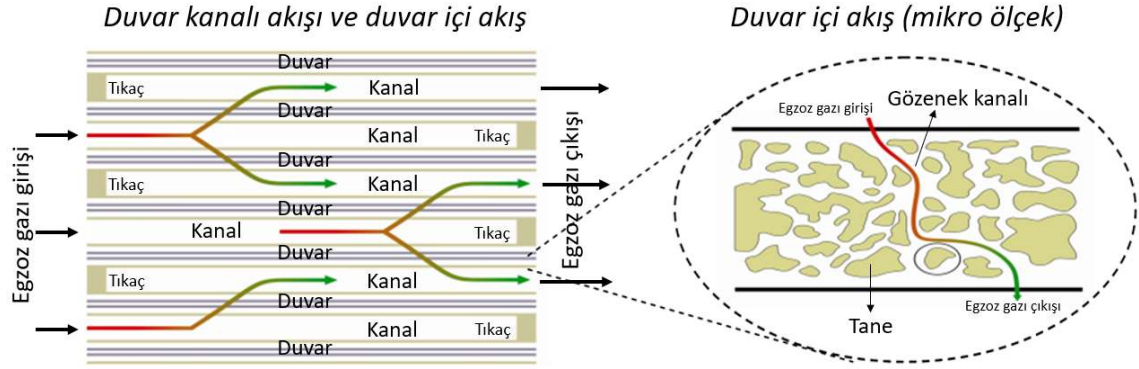
Şekil 2.5. Partikül oluşumunu arttıran dizel motordaki bakım ve ayar problemleri (Ergeneman, vd., 1998).

Dizel motorların doğaya saldıđı PM emisyonunu düşürmek amacıyla egzoz sistemleri, “DPF” ile donatılmış olup, esasen karbonlu partikülleri alıkonulması ve elimine edilmesi için tasarlanmıştır. DPF’ler, Şekil 2.6’dan da görüleceđi üzere monolitik ve petek yapılı duvar akış filtreleri olup; motorlu aracın sahip olduđu egzoz sisteminin yapısına göre α -SiC, Kordiyerit ve Alüminyum Titanat, vb. seramik malzemelerden çeşitli şekillerde, boyutlarda ve kanal geometrilerinde üretilmektedirler.



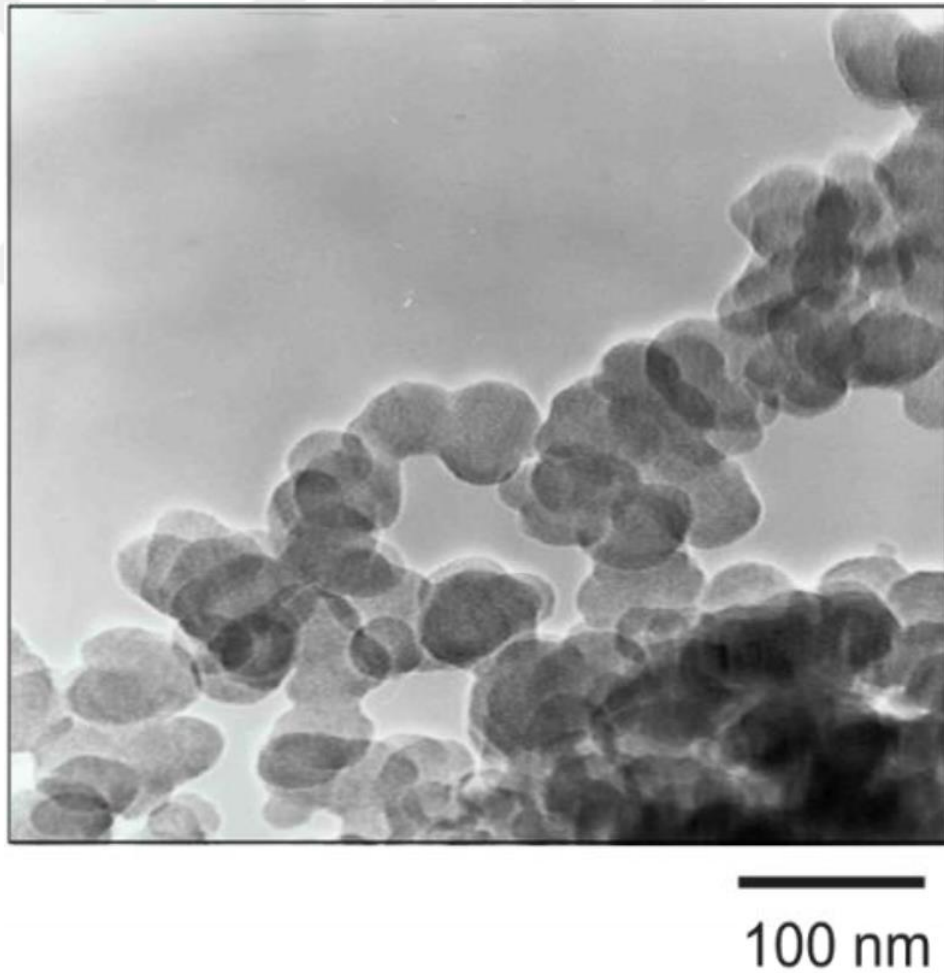
Şekil 2.6. DPF’ler, DPF’lerin malzeme tipleri ve şekilleri; solda bölümlü α -SiC ve monolitik kordiyerit, sağda monolitik alüminyum titanat (Murtagh ve Johnson, 2014).

DPF’ler, birbirine paralel olarak duran çok sayıda kanala sahip olup, egzoz gazının giriş ve çıkış yaptıđı bu kanallar birbirine ters yönlerde sıralı bir düzende tıkalıdır. Bu sayede; giriş kanalına giren, kirletici partikülleri içeren egzoz gazı, duvar gözenekleri içerisinden akmaya zorlanarak katı haldeki partiküllerin duvar yüzeyinde ve duvar gözenekleri içerisinde alıkonulması sağlanır (Duvar içerisinde, taneler arasında bulunan gözenekler birbirine bađlı bir ađ sistemi oluşturarak, duvarın bir yüzeyinden diđer yüzeyine dođru egzoz gazı akışı oluşturacak şekilde mikro ölçekli kanallar oluşturmaktadırlar). Bu yöntemle partiküllerinden arındırılan egzoz gazı, çıkış kanalından filtre dışına çıkarak dış ortama salınmaktadır. DPF’e ait bu filtreleme prensibi Şekil 2.7’de gösterilmiştir.



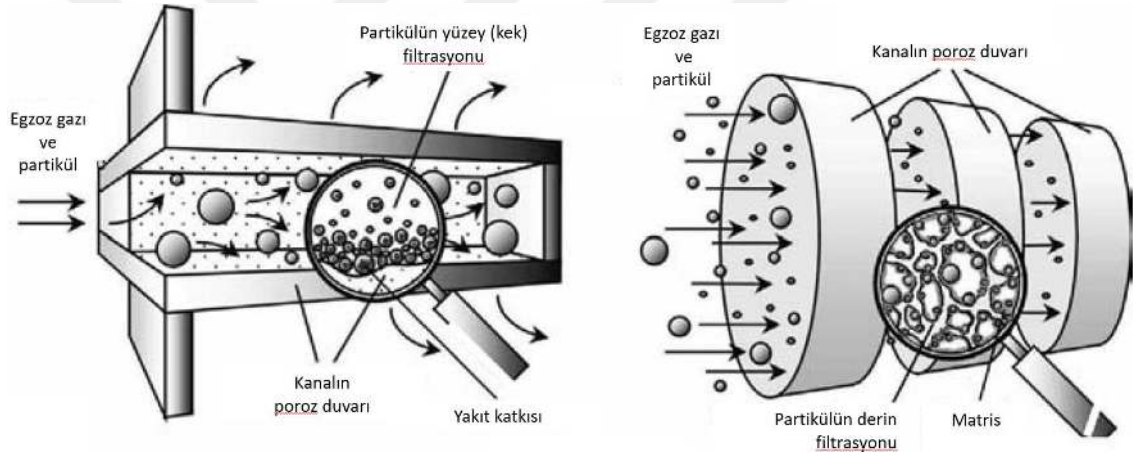
Şekil 2.7. DPF’lerde duvar akışı filtreleme prensibi (Karamitros vd., 2014).

Şekil 2.8’de sunulan elektron mikroskopuyla alınan görüntüden de görüleceği üzere, partiküllerin boyutları nanometre mertebesinde bulunmaktadır.



Şekil 2.8. Kittleson’a (2010) göre tipik PM partikül büyüklüğünün ve morfolojisinin bir temsilcisinin TEM mikrografı (Murtagh ve Johnson, 2014).

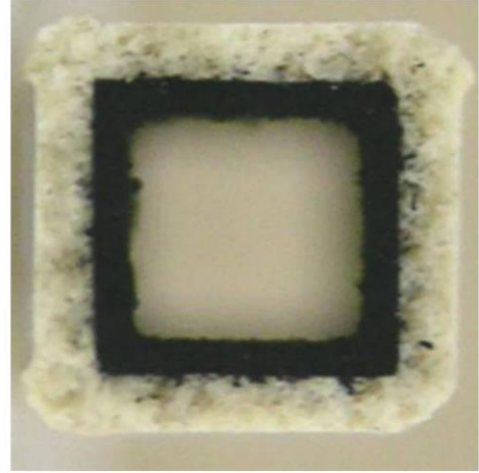
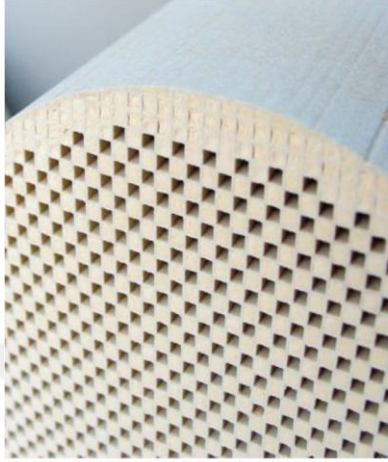
DPF’de iki tip filtreleme vardır; bunlar sırasıyla yüzey (kek) filtrasyonu ve derin yatak filtrasyonudur. Yüzey (kek) filtrasyonunda, temiz DPF yüzeyinde ilk olarak partiküller birbiri üzerinde istiflenerek bir partikül tabakası oluşturur. Tabaka oluşumundan sonra, egzoz gazı akışında arkadan gelen diğer partiküller ise DPF duvarına ulaşana kadar partikül tabakası içinde bulunan partiküller arası gözeneklerin oluşturduğu akışkan kanallarından geçerler. Yüzey filtrasyonu bu noktada gerçekleşmektedir. Derin yatak filtrasyonu ise partiküllerin DPF duvarı içinde mikro gözenek kanallarından geçişi esnasında partikül tabakası oluşturmasıyla ve bu sayede kanal duvarı içerisinde partikül biriktirmesiyle meydana gelmektedir. Derin yatak filtrasyonu; genellikle, yüzey filtrasyonundan sonra gerçekleşmektedir. Şekil 2.9’da, DPF’deki bu filtrasyon tipleri görülmektedir.



Şekil 2.9. Saracco, vd.’ne (2000) göre filtrasyon tipleri; solda, duvar akışlı DPF’de yüzey (kek) filtrasyonu; sağda, kanalın gözenekli (poroz) duvarında derin yatak filtrasyonu (Fino ve Saracco, 2005).

DPF’ler, egzoz gaz akışı içerisindeki partiküllerin %60-90 kadarını yakalayıp egzoz gazından uzaklaştırmaktadır (Pulkrabek, 2016). DPF’ler, partikülleri yakaladıkça Şekil 2.10’daki gibi sahip olduğu kanal ve duvar gözenekleri zaman içerisinde kademeli olarak dolar ve motor geri basıncını (ΔP) yükseltir. Bu durum; egzoz gazı sıcaklığı, motor çalışma sıcaklığı ve yakıt sarfıyatı artışı gibi bir takım handikaplara sebep olmaktadır. Egzoz gazı akış miktarını düşüren bu durumun önüne geçebilmek amacıyla DPF’ler egzoz sistemlerinde otomatik olarak gerçekleşen rejenerasyon (yenilenme) işlemine tabi tutulmaktadırlar. Lemon’a (2014) göre; rejenerasyon işlemi yapılmadığı veya bu işlemin yapılmasına çok geç kalındığı durumda, yakıt sarfıyatının aşırı

seviyelere yükselmesi suretiyle DPF sıcaklığı aşırı miktarda yükselmekte, böylelikle filtre gövdesi ısıl genleşmeyle beraber hasar görerek termal sızıntı gerçekleşmektedir. Bu nedenle; rejenerasyon, DPF için hayata öneme sahip olan bir husustur.



Şekil 2.10. Alternatif olarak tıkanmış kanallara sahip olan bir DPF'nin giriş yüzünün yakından görünüşü (solda); birikmiş PM tabakasına sahip olan bir DPF kanalının kesit görüntüsü (sağda) (Karamitros, vd., 2014).

“Rejenarasyon” veya başka bir deyişle “Yenilenme” işlemi, partiküllerin fakir karışımla çalışan içten yanmalı dizel motorun egzoz sisteminde varolan fazla oksijen içerisinde yakılmak suretiyle gaz haline getirilmesinden ibaret olup; bu işlem sayesinde partiküller, DPF akış kanalları içerisinde ve ardından duvar gözeneklerinden gaz formunda uzaklaştırılmaktadır. Pulkrabek (2016), dizel motorların normal çalışma şartlarında egzoz gazı sıcaklığının 150-350°C arasında olduğunu fakat karbondan oluşan partikülün 550-650°C arasındaki sıcaklıklarda yanabildiğini belirtmektedir. Pulkrabek (2016)’e göre; DPF akış kanalları ve duvar gözenekleri partiküllerle doldukça, egzoz gazının akışı sınırlı hale gelmekte ve buna bağlı olarak egzoz gazı sıcaklığı artmakta, lakin yükselen bu sıcaklık, partiküllerin yakılması ve bunun sonucunda DPF’nin rejenere edilebilmesi için yeterli olmamaktadır. Bu nedenle, partiküllerin yakılarak DPF’den uzaklaştırılabilmesi amacıyla rejenerasyon teknolojileri geliştirilmiştir. Bu teknolojiler; “Aktif Rejenerasyon” ve “Pasif Rejenerasyon” adı altında iki bölüme ayrılmaktadır. Aktif rejenerasyon, karbon partiküllerinin yanma (tutuşma) reaksiyonuna girebilmesi için egzoz gazı sıcaklığının artırılması prensibine; pasif rejenerasyon ise karbon partiküllerinin yanma (tutuşma) sıcaklığının aşağıya düşürülmek suretiyle

normal egzoz gazı sıcaklığı aralığında yanma reaksiyonuna girmesi prensibine dayanır. Şekil 2.11 ve Şekil 2.12’den de görüleceği üzere; aktif rejenerasyonda, DPF’deki egzoz gazı sıcaklığının yükseltilmesi için elektrikli ısıtıcı veya yakıt brülörü kullanılmaktadır. Yakıt brülörü; dizel yakıtı tutuşturma suretiyle çıkan alevi DPF kanalları içerisine üfleterek, elektrikli ısıtıcı ise DPF’nin dış yüzeyini ısıtarak egzoz gazı sıcaklığını yukarıya çekmektedir.



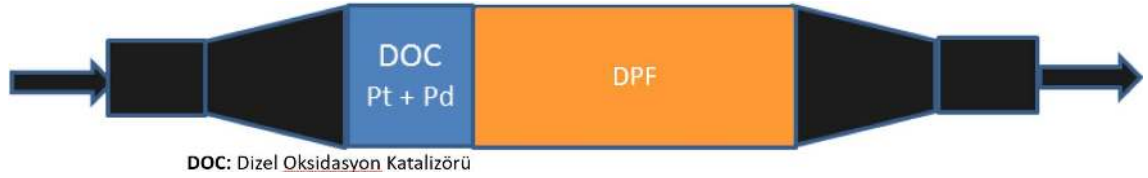
Şekil 2.11. Elektrikli ısıtıcı kullanarak DPF aktif rejenerasyonu (Lemon, 2014).



Şekil 2.12. Yakıt brülörü kullanarak DPF aktif rejenerasyonu (Lemon, 2014).

Pasif rejenerasyonda; katalizörler vasıtasıyla egzoz gazı partiküllerinin alev alma sıcaklığı düşürülmektedir. Pasif rejenerasyon teknolojisi; “Fuel Born Catalyst (Yakıt Kaynaklı Katalizör)” ve “Katalizörlü DPF” olmak üzere iki tipe ayrılmaktadır. Katalizörlü DPF teknolojisinde; “Dizel Oksidasyon Katalizörü (DOC)” vasıtasıyla DPF kanalları içerisine Platin (Pt) ve Paladyum (Pd) gibi katalizör madde gönderilerek ve/veya DPF akış kanalları Platin (Pt) ve Paladyum (Pd) gibi katalizör maddeyle kaplanarak (Katalize DPF) karbon partikülünü yakmak için gerekli sıcaklık 350-450°C’lere kadar düşürülmektedir (Pulkrabek, 2016). Yakıt kaynaklı katalizör (FBC) teknolojisinde; dizel yakıtı içerisine genellikle bakır veya demir bileşiklerinden oluşan katalizör katkı maddeleri ilave edilerek (1000 litre dizel yakıtı yaklaşık 7 gram katkı) partikül yanma sıcaklığı aşağı seviyelere düşürülmektedir (Pulkrabek, 2016). Bununla

beraber; Seryum (Ce) ve Stronsiyum (Sr)'da yakıta ilave edilen katalizör katkı maddeleri arasında bulunmaktadır (Lemon, 2014). Pasif rejenerasyon teknolojileri; Şekil 2.13, Şekil 2.14, Şekil 2.15, Şekil 2.16'da şematik olarak sunulmuştur:



Şekil 2.13. Dizel oksidasyon katalizörü kullanarak DPF pasif rejenerasyonu (Lemon, 2014).



Şekil 2.14. Katalize DPF kullanarak DPF pasif rejenerasyonu (Lemon, 2014).



Şekil 2.15. Yakıt kaynaklı katalizör kullanarak DPF pasif rejenerasyonu (Lemon, 2014).



Şekil 2.16. Yakıt kaynaklı katalizör ve katalize DPF'i beraber kullanarak DPF pasif rejenerasyonu (Lemon, 2014).

Partiküllerin aşırı düzeylerde üretildiği ve rejenerasyonun gerekli olduğu zamanların belirlenebilmesi amacıyla bazı metodlar kullanılmaktadır. Bunlardan en yaygını, DPF içerisindeki egzoz akışı esnasında ΔP (basınç farklılığı) ölçümüdür (Pulkrabek, 2016). ΔP belirli bir değeri aştığı zaman, sistem kendi kendine rejenerasyon işlemini başlatmaktadır. Yaygın olarak kullanılan diğer bir metod ise, DPF içerisinde biriktirilen partikül miktarını ölçmek amacıyla DPF'nin akış yönü boyunca radyo frekans sinyalleri gönderimidir (Pulkrabek, 2016). Radyo dalgaları, DPF'nin seramik

malzeme yapısından geçebilirken, karbon partiküller tarafından emilmekte, bu sayede DPF içerisindeki PM artışı, gönderilen ile alınan radyo sinyallerindeki azalma oranıyla tespit edilebilmektedir (Pulkrabek, 2016). Radyo sinyalleri miktarındaki bu düşüş; belirli bir limitin altına indiğinde, sistem kendi kendine rejenerasyon işlemini başlatmaktadır.

DPF'lerin; düşük basınç farklılığı (ΔP), yüksek filtrasyon verimliliği, kimyasal dayanıklılık, termal dayanıklılık, termal iletkenlik, termal şok direnci, mekanik dayanıklılık gibi özelliklere sahip olması arzu edilmektedir. Basınç farklılığı (ΔP) ve filtrasyon verimliliği; motor performansı açısından birincil derecede öneme sahip olup, kullanılan malzeme tipinden bağımsız olan fiziksel özelliklerdir. Kimyasal, termal ve mekanik özellikler ise ağırlıklı olarak kullanılan malzemeye bağlı olan özelliklerdir. Çizelge 2.2'de DPF'de kullanılan malzemelere ilişkin önemli karakteristikler sunulmaktadır:

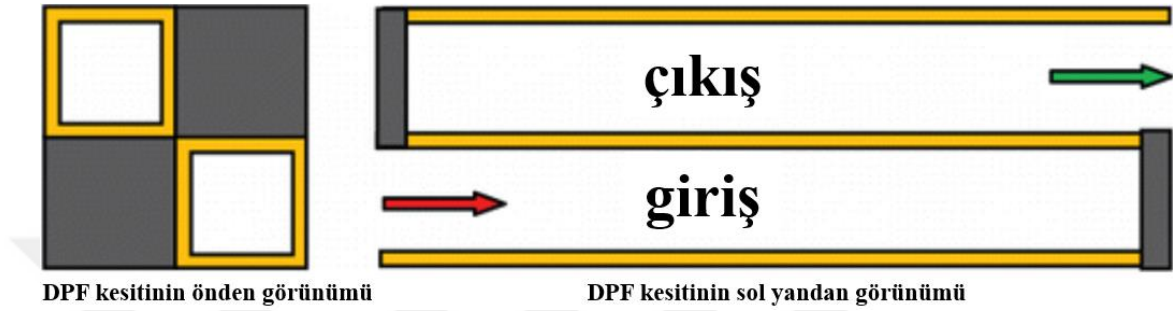
Çizelge 2.2. DPF'lerde kullanılan bazı malzemelerin özellikleri (Adler, 2005: Gürlek'ten (2016)).

Malzeme	Kordierit	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 modülü (GPa)	130	410	150	20	200
Maksimum. Yüksek Sıcaklık Dayanımı (°C) (Havada)	1350	1500	1600	1500	1250
Korozyon direnci*	-	+	0	0	-
Maliyet*	++	-	+	+	--

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

Murtagh ve Johnson (2014), filtrasyonun yüksek basınç düşüşüyle beraber akış daralmasından kaynaklandığını; ΔP basınç farklılığının ise DPF duvarındaki gözenek bağlanmasıyla oluşan kanal yapısından (duvar geçirgenliğinden) ve PM'lerin birbiri üzerinde istiflenmesiyle meydana gelen tabakanın paketlenme yoğunluğundan birincil

olarak etkilendiğini, DPF hücre geometrisi profilinden ise (hücre şekli, hücre yoğunluğu, duvar kalınlığı, akış kanalı uzunluğu, tıkaç uzunluğu, kanal hacmi) ikincil olarak etkilendiğini ortaya koymuştur. Şekil 2.17; sürekli olarak egzoz gazı duvar akışı olan bir DPF'nin giriş ve çıkış kanalını şematik olarak göstermektedir (Yang, vd., 2016).



Şekil 2.17. Duvar akışlı dizel partikül filtresinin şeması (Yang, vd., 2016).

Konstandopoulos'a (2003) göre, Eşitlik 2.1, malzeme seçiminden bağımsız olarak DPF duvarına ait ΔP basınç düşüşündeki toplam değişimi ifade etmekte olup burada; μ gazın dinamik viskozitesi (Pa.sn), k_s filtre duvarının darcy geçirgenliği (m^2), u_w filtre duvarındaki akış hızı (m/sn), w_s filtre duvarının kalınlığı (m), β_s duvardaki Forchheimer geçirgenlik katsayısı (m^{-1}), ρ gaz yoğunluğudur (kg/m^3) (Yang, vd., 2016).

$$\Delta P_{duvar} = \frac{\mu}{k_s} \cdot u_w \cdot w_s + \beta_s \cdot \rho \cdot u_w^2 \cdot w_s \quad (2.1)$$

k_s ve β_s geçirgenlik değerleri; gözenekli ortamın por büyüklüğüne ve porozite oranına bağlı olup, birbirleriyle Eşitlik 2.2'ye göre ilişkiye sahiptir (Konstandopoulos, 2003; Yang, vd.'den (2016)). Konstandopoulos, vd. (2001) tarafından; Forchheimer ataletsel kayıplarının ticari DPF'lerde Darcy kayıplarına göre ihmal edilebilir olduğu kanıtlanmış olduğundan dolayı β_s göz ardı edilebilir durumdadır (Yang, vd., 2016). Eşitlik 2.2'de, ε filtre duvarının sahip olduğu % gözeneklilik oranıdır (Yang, vd., 2016).

$$\beta_s = \frac{sabit\ sayı}{\varepsilon^{1.5} \sqrt{k_s}} \quad (2.2)$$

k_s filtre duvarının darcy geçirgenliği (m^2) Eşitlik 2.3'teki gibi tanımlanmakta olup; burada, $f(\varepsilon)$ gözeneklilik faktörü, SCF kayma akış etkisini düzeltmek için Stokes-

Cunningham faktörü, d_{c0} gaz çıkış bölgesinin birim çapıdır (m) (Payri, vd. 2011: Yang, vd.'den (2016)).

$$k_s = f(\varepsilon) \cdot d_{c0}^2 \cdot SCF \quad (2.3)$$

$f(\varepsilon)$ gözeneklilik faktörü, farklı disiplinlerden birkaç bilim insanı tarafından Eşitlik 2.4'teki gibi geliştirilmiştir (Payri, vd. 2011: Yang, vd.'den (2016)).

$$f(\varepsilon) = \frac{2}{9} * \frac{2 - \frac{9 \cdot \sqrt[3]{1-\varepsilon}}{5} - \varepsilon - \frac{(1-\varepsilon)^2}{5}}{1-\varepsilon} \quad (2.4)$$

Kayma akış etkisini düzeltmek için kullanılan SCF Stokes-Cunningham faktörü, Eşitlik 2.5'e göre hesaplanmaktadır (Payri, vd. 2011: Yang, vd.'den (2016)).

$$SCF = 1 + Kn \cdot (1,257 + 0,4 \cdot e^{\frac{-1,1}{Kn}}) \quad (2.5)$$

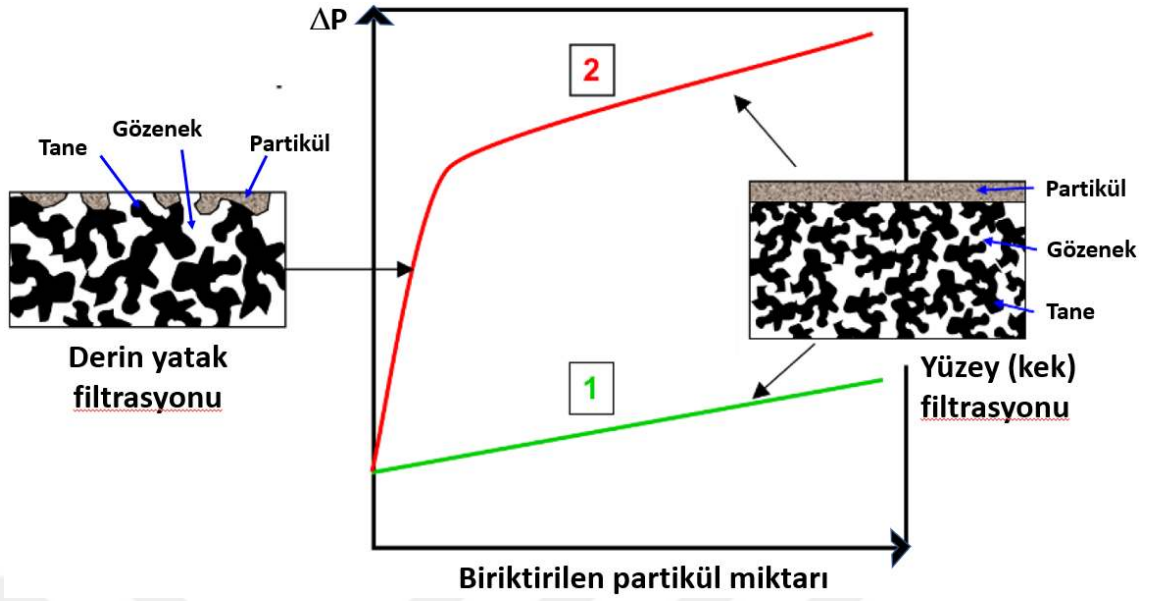
Eşitlik 2.5'te bulunan Kn , Knudsen sayısı olup Eşitlik 2.6'ya göre hesaplanmaktadır (Payri, vd. 2011: Yang, vd.'den (2016)). Eşitlik 2.6'da; λ gazın aldığı ortalama serbest yol (m), d_{por} ise ortalama por çapıdır (m) (Payri, vd. 2011: Yang, vd.'den (2016)).

$$Kn = \frac{2\lambda}{d_{por}} \quad (2.6)$$

Eşitlik 2.3'te bulunan d_{c0} gaz çıkış bölgesinin birim çapı (m), Eşitlik 2.7'de belirtilen denkleme göre hesaplanmaktadır (Payri, vd. 2011: Yang, vd.'den (2016)).

$$d_{c0} = \frac{3 \cdot d_{por} \cdot (1-\varepsilon)}{2\varepsilon} \quad (2.7)$$

Yapılan araştırmalar sonucunda (Bkz. Şekil 2.18); DPF basınç düşüşünün en alt seviyelere çekilebilmesi için yüzey (kek) filtrasyonunun maksimum düzeye çıkarılması gerektiği ortaya çıkmaktadır (Murtagh ve Johnson, 2014). Zira; derin yatak filtrasyonu, küçük gözenekleri tıkararak büyük gözeneklerden egzoz gazı akışını zorlamakta, büyük gözenekler de partikülle dolduğu zaman daha yüksek basınç değişimlerine (yüzey filtrasyonuna göre) sebep olmaktadır (Murtagh ve Johnson, 2014).

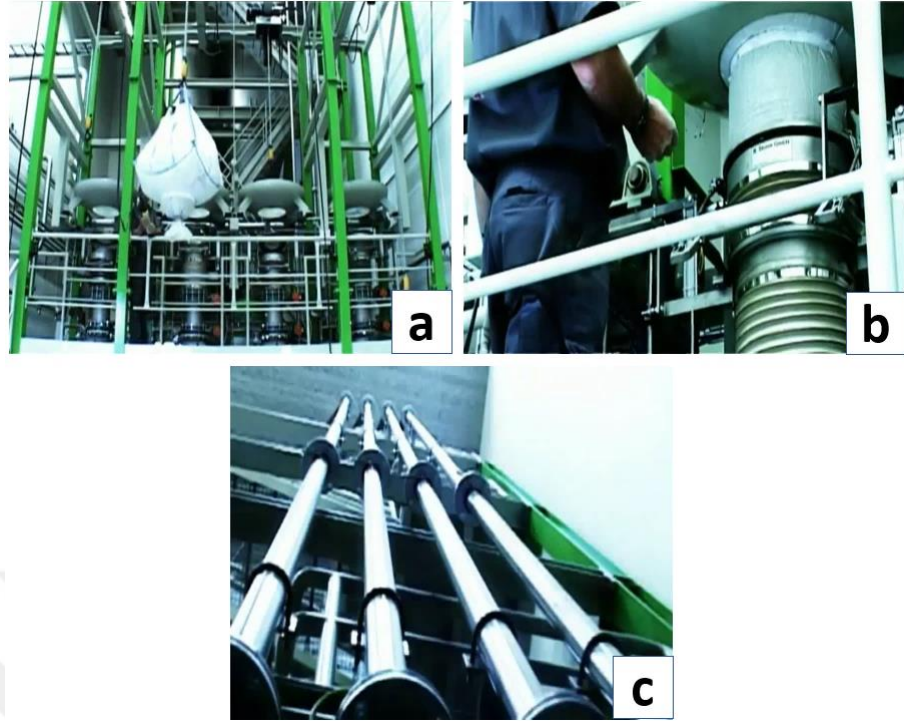


Şekil 2.18. Bir DPF’te, partikül birikiminin fonksiyonu olarak ΔP basınç düşüşü değişimi (Murtagh ve Johnson, 2014).

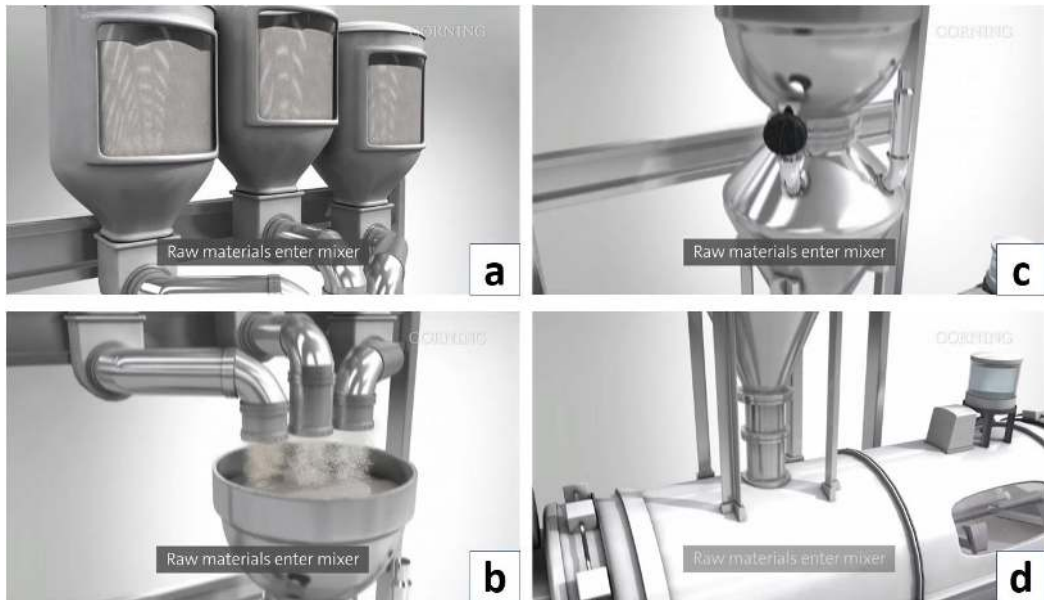
DPF’lerde diğer bir kritik özellik ise daha önceki cümlelerde de bahsedildiği üzere “filtreleme verimliliği” dir. Murtagh ve Johnson (2014), duvar geçirgenliğinin filtreleme verimliliği üzerinde fonksiyonel olarak en etkili özellik olduğunu; duvar geçirgenliğinin de gözenek büyüklüğü, gözenek hacmi, gözenek bağlanabilirliği ve duvar kalınlığından etkilendiğini belirtmektedir.

DPF üretim süreci, hammadde hazırlama aşamasıyla başlamaktadır. Hammaddeler big-bag denilen büyük çuvallarla gelmektedir. Big-bag içindeki toz halindeki hammaddeler; Şekil 2.19’den de görüleceği üzere, taşıyıcı sehpa üzerine alınmakta ve pnömatik hava emiş hatları vasıtasıyla silolara transfer edilmektedir.

Şekil 2.20’den görüleceği üzere; silolardaki hammaddeler, tane boyutu sınıflandırılması için titreşimli elek vasıtasıyla kuru eleme işlemine tabi tutulup besleme hunisine aktarılırlar. Besleme hunisi vasıtasıyla mikser içerisine transfer edilirler. Mikserde karıştırma işlemine maruz kalırlar.



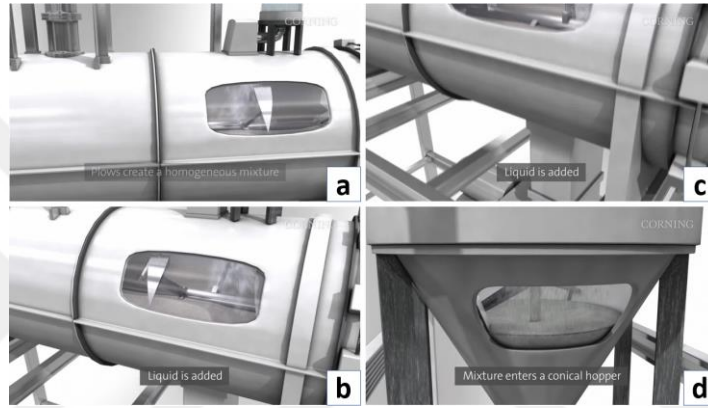
Şekil 2.19. Hammadde hazırlama süreci; a: big-bag'ın taşıyıcı tepsi üzerine taşınması, b: big-bag tabanına pnömatik hava emiş hortumunun bağlanması, c: hammaddelerin pnömatik hatlarla silolara transfer edilmesi (Notox diesel particulate filter production, 2014).



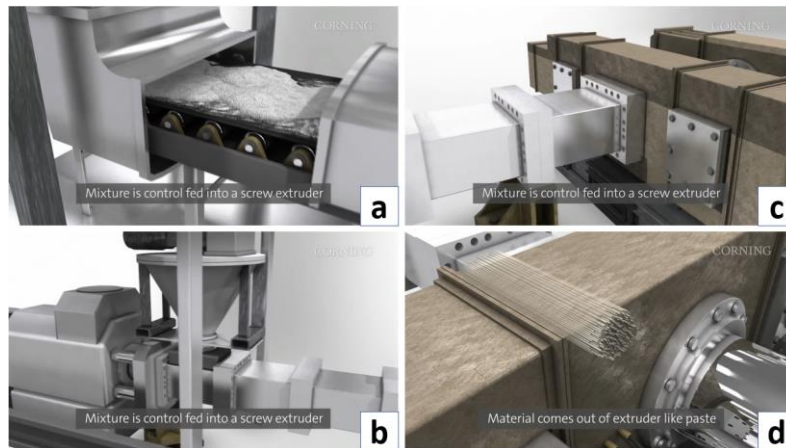
Şekil 2.20. Malzeme eleme ve karıştırma süreci; a: hammadde siloları, b: hammadde silolarının tabanında bulunan titreşimli elek, c: titreşimli elek altında bulunan besleme hunisi, d: besleme hunisi vasıtasıyla mikse hammadde transferi (Corning's Extrusion Manufacturing Process, 2017).

Şekil 2.21'den görüleceği üzere; malzemeler, bir yandan mikser içerisinde dönen pulluklarla karıştırılırken, bir yandan da mikser içine sıvı ilavesi yapılarak ekstrüzyon hamuru meydana getirilir. Ekstrüzyon hamuru mikser altında bulunan besleyici vasıtasıyla konik bunkere transfer edilir. Konik bunker içinde bulunan dönücü pulluklar vasıtasıyla; ekstrüzyon hamuru granül haline getirilir.

Şekil 2.22'den görüleceği üzere; granüle ekstrüzyon hamuru, konik bunker altında bulunan konveyör banta nakledilir. Konveyör bant; hamuru, ekstrüzyon makinası içerisine transfer eder.

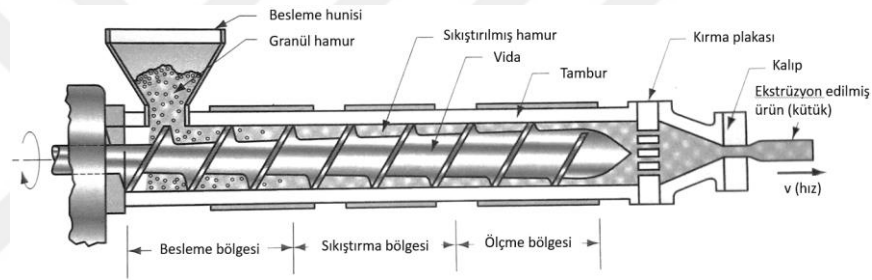


Şekil 2.21. Ekstrüzyon hamuru oluşturma süreci; a: hammaddelerin döner pulluklarla karıştırılması, b: hamur oluşumu için üstten sıvı ilavesi, c: mikser tabanındaki bunker besleyici, d: konik bunker ve içerisindeki döner pulluklar vasıtasıyla ekstrüzyon hamurunun granül haline getirilmesi (Corning's Extrusion Manufacturing Process, 2017).



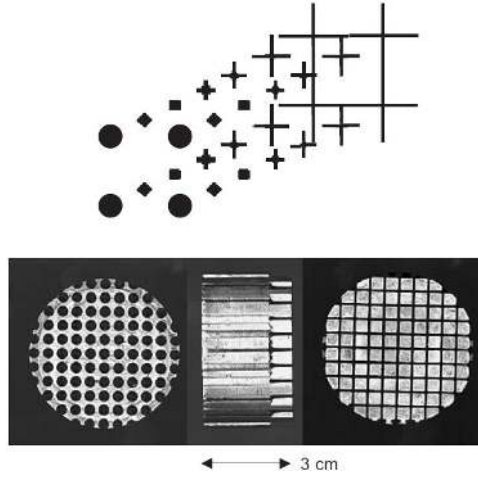
Şekil 2.22. Granüle hamurun transferi ve ekstrüzyon işlemi; a: granüle hamurun konveyör bantla taşınımı, b: granüle hamurun besleme hunisiyle ekstrüzyon makinasına alınması, c: ekstrüzyon tamburu, d: ekstrüzyon işlemi (Corning's Extrusion Manufacturing Process, 2017).

Granüle hamur; besleme hunisi vasıtasıyla ve yerçekiminin etkisiye ekstrüzyon makinesi içinde bulunan vidaya beslenmekte, vidanın dönme hareketi sayesinde tambur içinde belirli bir hızda ilerlemektedir (Bkz. Şekil 2.23) (Groover, 2016). Vidaya ait bazı işlevler ve bu işlevleri yerine getirebilmek amacıyla bazı bölümler mevcut olup bunlar; besleme bölgesi, sıkıştırma bölgesi ve ölçme bölgesidir (Groover, 2016). “Besleme Bölgesi” granüle hamurun besleme hunisinden alınıp ilk basınç artışıyla ileriye doğru itildiği yerdir; “Sıkıştırma Bölgesi” hamur taneleri arasındaki gaz boşluklarının elimine edildiği yer olup, gaz, hamur hareketinin tersi yönünde hareket ederek dışarı atılmaktadır; “Ölçme Bölgesi” hamurun homojenleştirilerek kalıba transfer edilmek üzere yeterli basınç artışının meydana getirildiği yer olup, burada sabit hızda ve mümkün olan maksimum basınçla hamur kalıba doğru beslenmektedir (Groover, 2016).



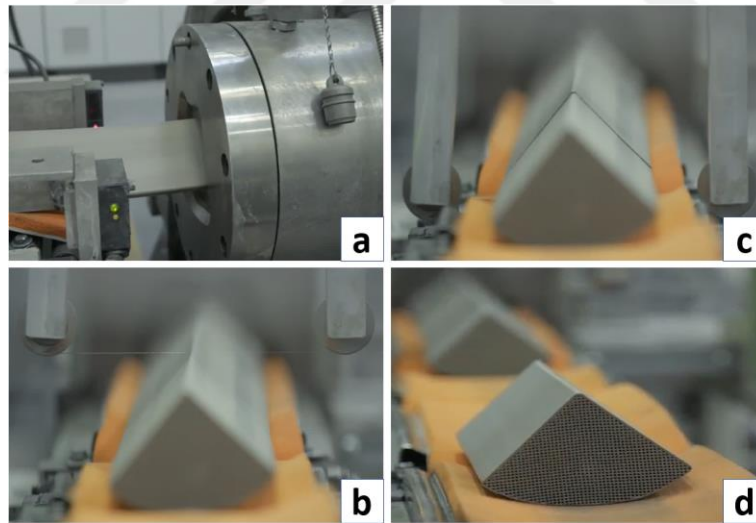
Şekil 2.23. Ekstrüzyon makinasına ait komponentler ve işlevleri (Groover, 2016).

1971'de, R. Bagley, “Celcor® die” adı altında DPF ekstrüzyon kalıbı icat etmiş olup; kalıp, tek plaka metalden işlenmiştir ve arka bölgesinde Şekil 2.24'den de görüleceği üzere besleme delikleri, ön bölgesinde ise sabitlenmiş ve birbirine çapraz olarak geçmiş olan istavroz boşlukları mevcuttur (Wight, 2005). DPF ekstrüzyon kalıbının giriş tarafından (sol alt taraf) çıkış tarafına doğru (sağ alt taraf) ekstrüzyon hamurunun aşamalı olarak geçişinin (üstteki resim) şematik görüntüsü Şekil 2.24'deki gibi olup; giriş bölgesinde metal sürekli faz ve hamur dağılma fazıdır, çıkış bölgesinde ise metal dağılma fazı ve hamur sürekli fazdır (Wight, 2005). DPF ekstrüzyon kalıbı içerisinde, hamur filamentleri dizisi monolitik bir DPF oluşturacak şekilde metal istavrozlara temas eder ve buralarda birbiriyle çarpıp örülerek istavroz dizilerine (DPF kanallarına) dönüşür (Wight, 2005). Böylelikle; ekstrüzyon makinesinin çıkışında, hamur matrisindeki metal filamentler dizisi, hamur matrisindeki hava filamentleri dizisine dönüşerek “Kütük” üretilmiş olur (Bkz. Şekil 2.25.a) (Wight, 2005).



Şekil 2.24. DPF ekstrüzyon kalıbı ve görünümleri (Celcor® kalıbı) (Wight, 2005).

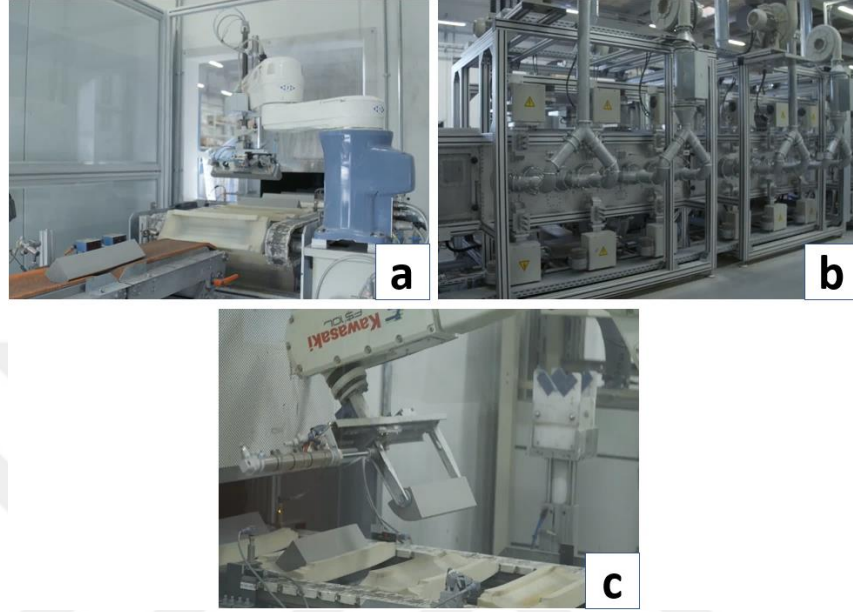
Şekil 2.25’den görüleceği üzere; kütük, ekstrüzyon işleminden sonra konveyör banda alınır. Konveyör bandın üzerinde bulunan “Kil Kesme Teli” nin otomatik olarak aşağıya doğru hareket etmesiyle beraber istenilen boyutta kesilerek “Yaş DPF” elde edilmiş olur.



Şekil 2.25. Ekstrüzyon çıkışı “ham DPF” elde edilme süreci; a: Ekstrüzyon çıkışı ham kütüğün konveyör banda alınması, b: konveyör bant üzerindeki kil kesme teli, c: kil kesme telinin aşağı doğru hareketiyle kütüğün kesilmesi, d: yaş DPF (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018).

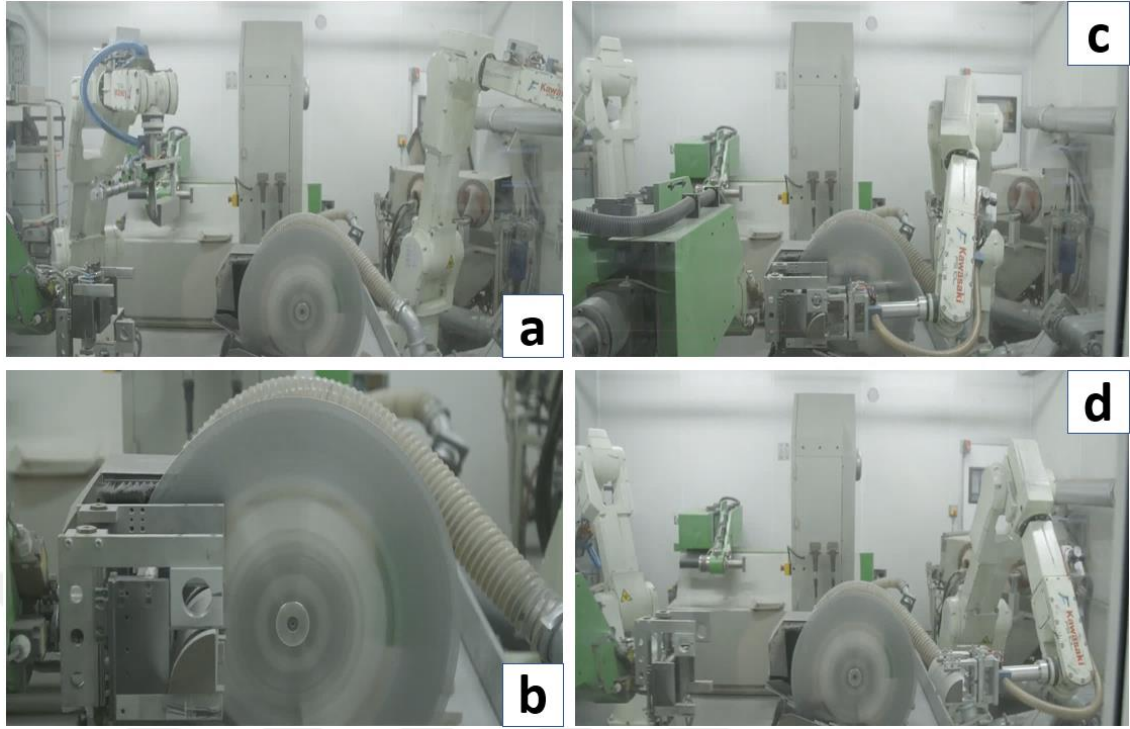
Yaş DPF, robot kol vasıtasıyla banttan alınır ve kurutucu giriş bantına transfer edilir. Yaş DPF, içerdiği rutubetin tamamıyla uzaklaştırılabilmesi amacıyla mikrodalgalı roller kurutucuya girer. Burada, belirli bir hızda ilerlemek suretiyle

kurutucu çıkışında “Ham DPF”e dönüşür. Ham DPF, kurutucu çıkışında diğer işlemin gerçekleştirilmesi amacıyla robot kol tarafından banttıan alınır. Bahsi geçen işlemler Şekil 2.26’da görölmektedir.



Şekil 2.26. Yaş DPF’nin mikrodalgalı roller kurutucuda rutubetinin uzaklaştırma süreci; a: yaş DPF’nin robot kolla kurutucu bantına aktarılması, b: mikrodalgalı roller kurutucu, c: ham DPF’nin robot kolla kurutucu çıkış bölgesinden alınması (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018).

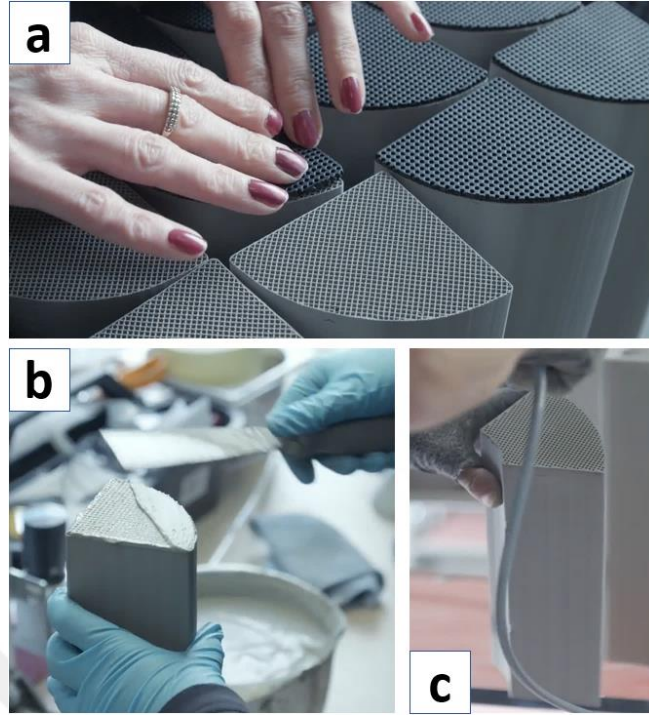
Kurutma işleminden sonra robot kolla alınan ham DPF, Şekil 2.27’de görölen elmas diskin dönmesi vasıtasıyla kesilerek, sinterleme öncesi ebatlama işlemi gerçekleştirilir. “Ebatlanmış Ham DPF”, kesme işleminden hemen sonra robot kol vasıtasıyla alınır (Bkz. Şekil 2.27).



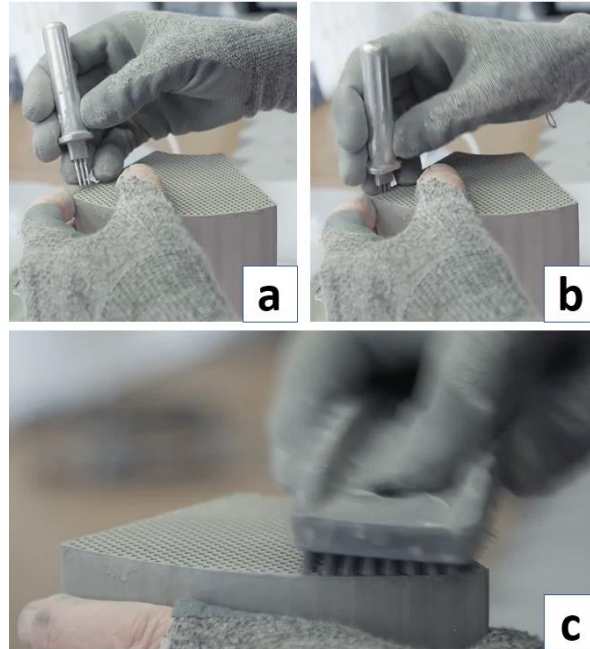
Şekil 2.27. Ham DPF'nin ebatlama işlemi; a: ham DPF'nin robot kolla tutucuya doğru taşınması, b: tutucunun ham DPF'i dönen elmas disk üzerine doğru sürerek kesme işleminin gerçekleştirilmesi, c: ebatlanmış ham DPF'nin robot kol vasıtasıyla tutucudan alınması, d: ebatlanmış ham DPF'nin bir sonraki işlem için robot kol tarafından taşınması (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018).

Tıkaç, daha önce de bahsedildiği gibi partikül filtreleme işleminin önemli unsurlarından biridir (Bkz. Şekil 2.7). Ebatlama işleminin ardından Şekil 2.28'de görüldüğü gibi, “Tıkaçlama” işlemine geçilir. Tıkaç şablonu, DPF kanalları üzerine yerleştirildikten sonra, ekstrüzyon hamuruyla aynı kimyasal kompozisyona sahip DPF çamuru sürülür. DPF çamuru spatula yardımıyla şablon yüzeyine, delikleri tamamıyla dolduracak şekilde homojen olarak yaydırılır. Bu işlemden hemen sonra kuruması için bekletilir. Kuruma işleminden sonra tabanca yardımıyla basınçlı hava sıkılarak, şablon, DPF yüzeyinden ayrılarak alınır. Aynı işlemler, tıkaç dizilimi ters yönde olan başka bir şablonla, DPF'nin diğer taraftaki kanalları için de gerçekleştirilir.

Tıkaçlama işleminin ardından, açık kalması gereken akış boşluklarını tıkayabilecek kurumuş çamur kalıntılarının uzaklaştırılması için “delici uç” kullanılır (Bkz. Şekil 2.29). Delici uç, tüm boşlukların içerisine bastırılmak suretiyle kalıntı uzaklaştırma işlemi tamamlanır. Bu işlemden sonra yüzeydeki kalıntılar fırça yardımıyla temizlenir.

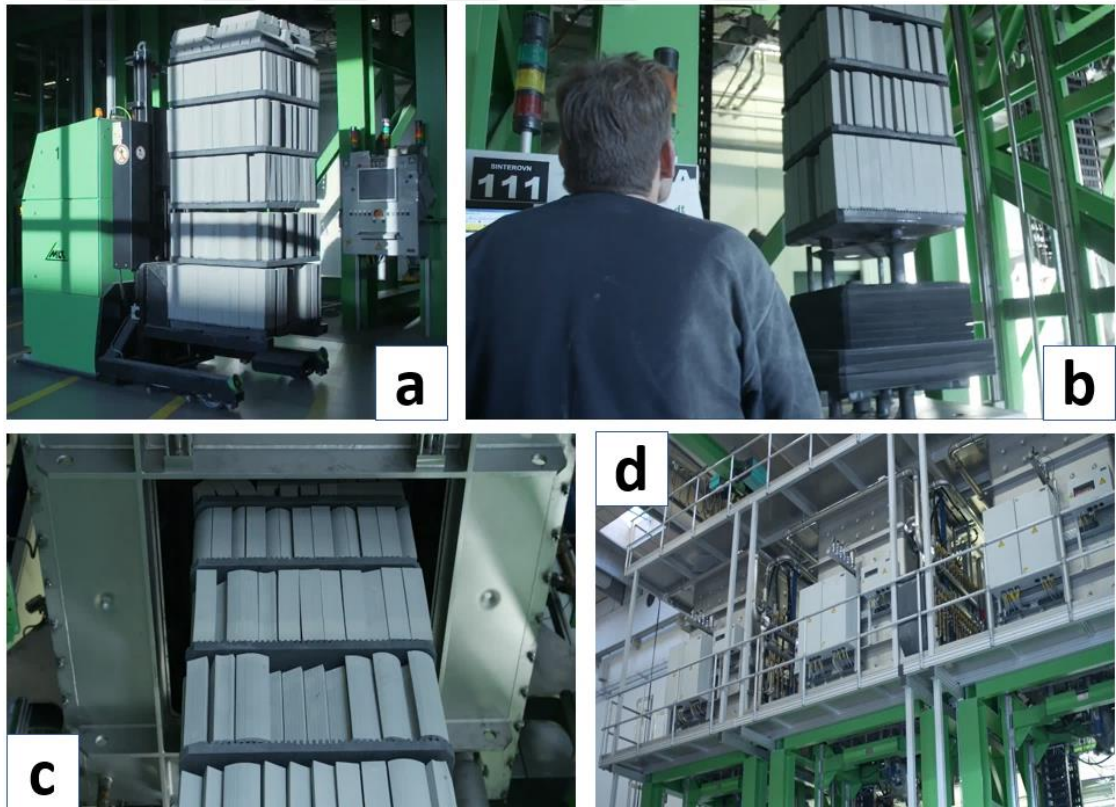


Şekil 2.28. Tıkaçlama işlemi; a: tıkaç şablonunun DPF kanal yüzeyine yerleştirilmesi, b: DPF çamurunun spatulayla şablon yüzeyine sürülmesi, c: çamur kuruduktan sonra tabanca vasıtasıyla basınçlı hava püskürtülerek şablonun DPF yüzeyinden ayrılması (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018).



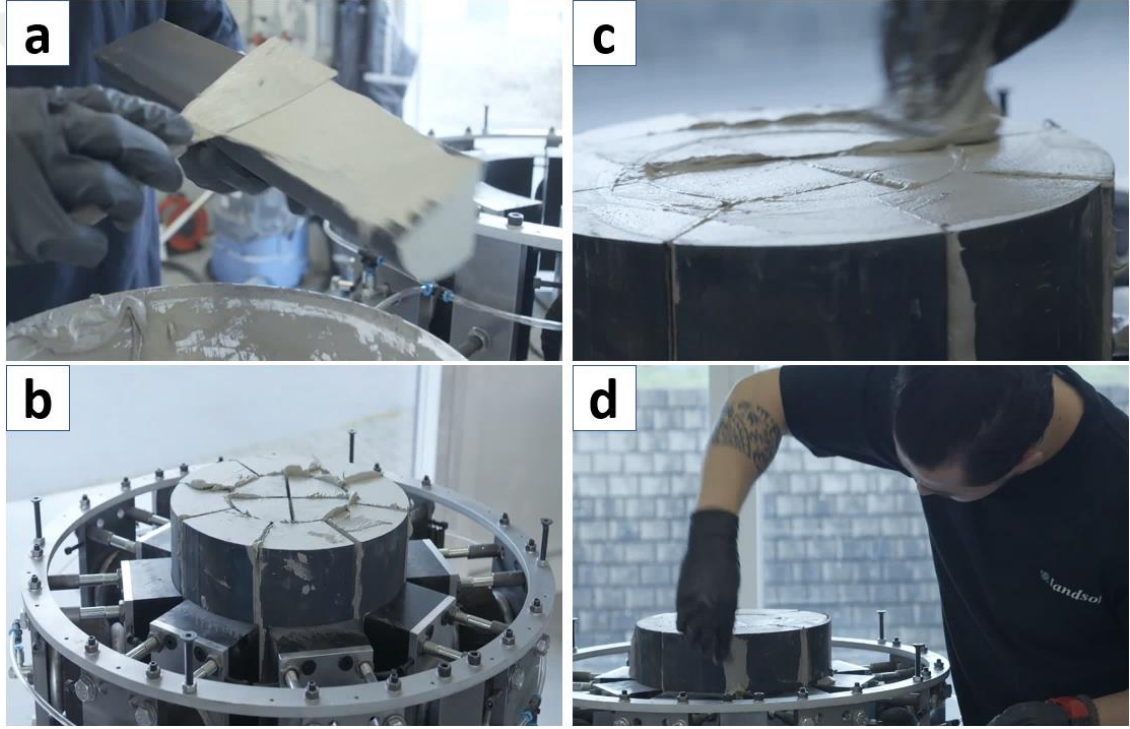
Şekil 2.29. Delme işlemi; a: delici ucun DPF'nin açık kanalları üzerine yerleştirilmesi, b: delici ucun DPF'nin açık kanalları içerisine bastırılması, c: fırçayla yüzey temizleme (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018)

DPF üretiminde genel olarak α -SiC seramik malzemesi kullanılmakta olduğundan dolayı, 2200°C 'yi aşan sıcaklıklarda, yaklaşık 56 saat boyunca sinterlenmektedirler (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018). Ebatlama ve yüzey işlemleri tamamlanmış ham DPF'ler, sinterleme işleminden önce fırın vagonuna istiflenerek yerleştirilmektedirler. Her istif katı arasına SiC refrakter plaka yerleştirilmektedir. İstifleme işleminin bitiminde; vagonlar robot forkliftle taşınarak, fırın besleme ünitesine alınmaktadır. Ünite de bulunan hidrolik pistonlar vasıtasıyla vagon yukarı doğru kaldırılarak, fırın alttan DPF'ler ile beslenmektedir. Besleme işlemi sona erdiğinde, fırın tabanında bulunan kapaklar kapatılmaktadır. Sinterleme işlemi sırasında kamara tipi fırınlar kullanılmaktadır. Mamül ve fırın, sinterleme işlemi boyunca hareketsizdir. İşlem aşamaları Şekil 2.30'da gösterilmektedir:

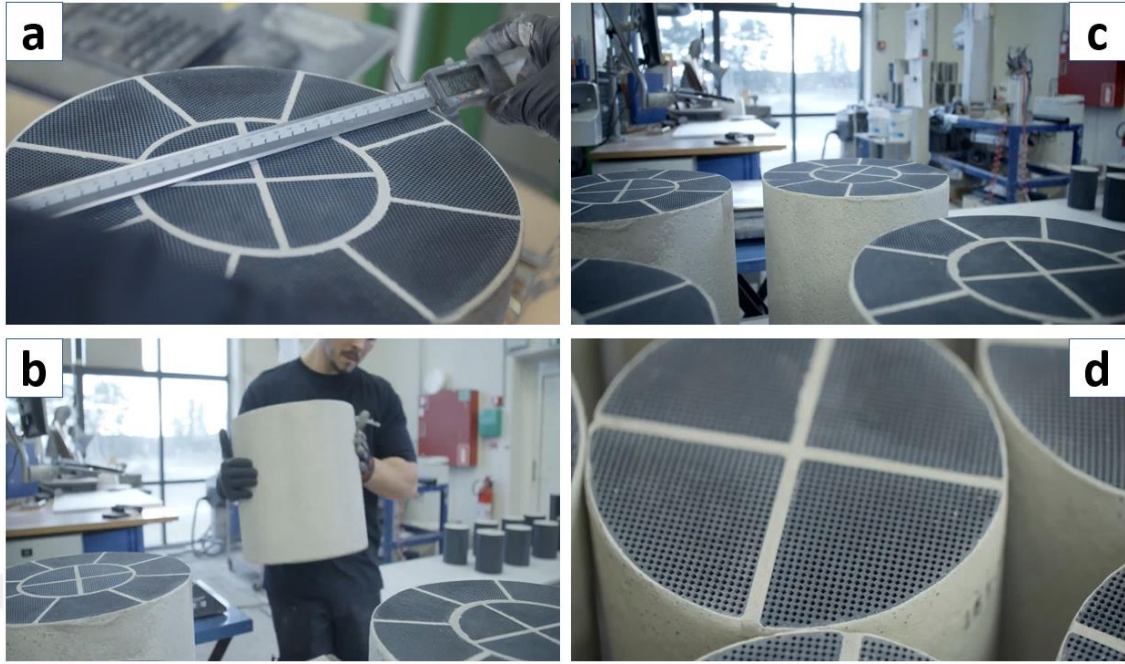


Şekil 2.30. Sinterleme süreci; a: sinterleme öncesi gerekli işlemleri yapılmış ham DPF'lerin istiflendiği fırın vagonunun robot forkliftle taşınması, b: fırın besleme ünitesine yerleştirilen vagonun hidrolik pistonlarla yukarı doğru kaldırılması, c: vagonun fırın içerisine taban bölgesinden beslenmesi, d: kamara tipi fırınlar (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018).

Sinterleme işleminden sonra, Şekil 2.31’den görüleceği üzere, DPF modüllerinin birbiriyle yapışmasını sağlamak amacıyla; çevresel yüzeylere, fiber elyafli seramik çimento harcı sürülmektedir (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018). Bu işlemden sonra, tek tek yapıştırma presine alınan modüller; pres kollarının, modüllerin dış yüzeylerine verdiği çevresel sıkıştırma kuvvetleriyle beraber homojen olarak birbirleriyle bütünleşmektedirler. Şekil 2.32’den de görüleceği gibi; bu işlemden sonra, birleştirilmiş DPF modüllerinin son ebatı kontrol edilerek tezgaha yerleştirilir ve harç işletme ortamında kurumaya terk edilir. Kuruma işleminden sonra üretim işlemi biten “Nihai DPF”, paketleme ve sevkiyat işlemi için hazırdır.



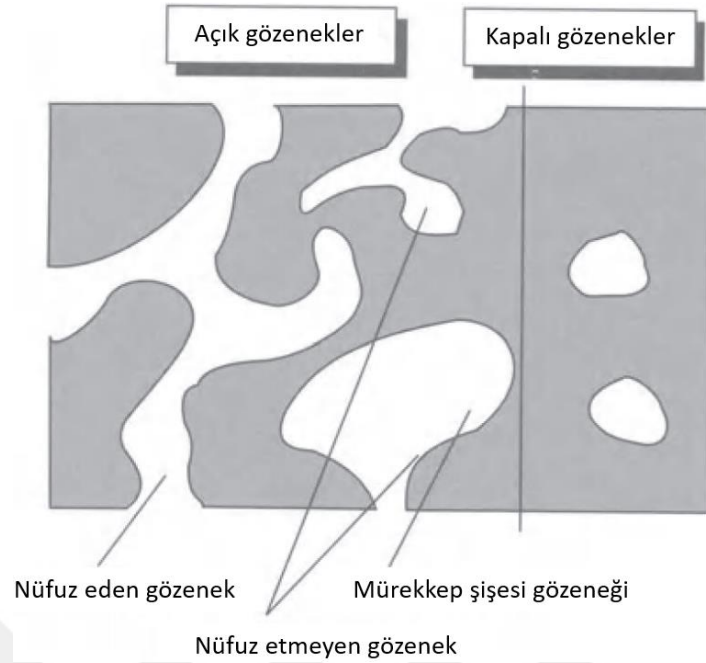
Şekil 2.31. Çimento harcı uygulama ve yapıştırma süreci; a: harcın, DPF çevresel yüzeylerine spatulayla sürülmesi, b: modüllerin yapıştırma presine alınması, c ve d: presleme öncesi modüller arasındaki boşlukların harçla kapatılması (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018).



Şekil 2.32. Çimento harcıyla yapıştırılmış DPF modüllerinin son boyut ölçümü ve kurutma işlemi; a: modüllerin son boyut ölçümü, b: modüllerin kurutma tezgahına alınması, c ve d: modüllerin ortam sıcaklığında kurumaya terk edilmesi (Diesel particulate filters (DPF) - Production process, 2018).

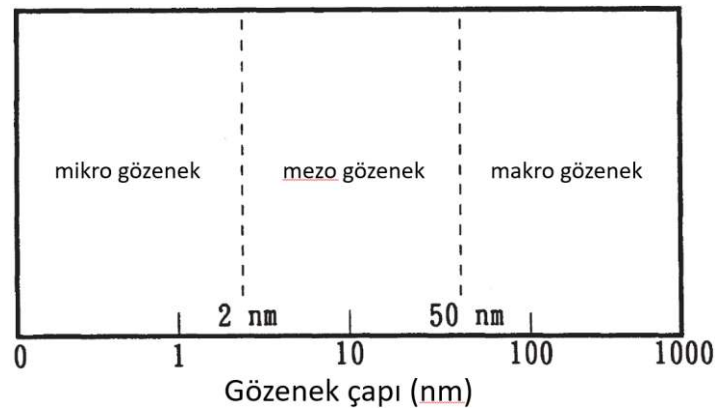
2.2. Gözenekli Malzemeler, Kompozitler, Silisyum Karbür (SiC) ve Silisyum Nitrür (Si₃N₄)

Yapısında % 20 – 95 arasında boşluklar içeren katı maddeler “gözenekli malzeme olarak anılmakta olup , gözenek tipleri, “açık gözenekler” ve “kapalı gözenekler” olmak üzere iki sınıfa ayrılmaktadırlar (Ishizaki, vd., 1998). Kapalı gözenekler, malzemenin dış yüzeyine ulaşamayan, tamamıyla içinde kalan gözeneklerdir. Açık gözenekler, malzemenin dış yüzeyine ulaşabilen gözeneklerdir. Açık gözenekler, “Nüfuz Eden Gözenek” ve “Mürekkep Şişesi Gözeneği (nüfuz etmeyen gözenek)” olmak üzere iki tiptedir. Nüfuz eden gözenekler, malzemenin en az iki dış yüzeyine ulaşabilen kanal şeklindeki gözeneklerdir. Bu gözenekler akışkanlar için geçirgen özellikte olup, filtre gibi uygulamalarda büyük öneme sahiptir. Mürekkep şişesi gözenekleri ise malzemenin sadece tek dış yüzeyine ulaşabilen kanalımsı gözeneklerdir. Şekil 2.33’de gözenek tiplerinin şematik gösterimi yapılmaktadır:

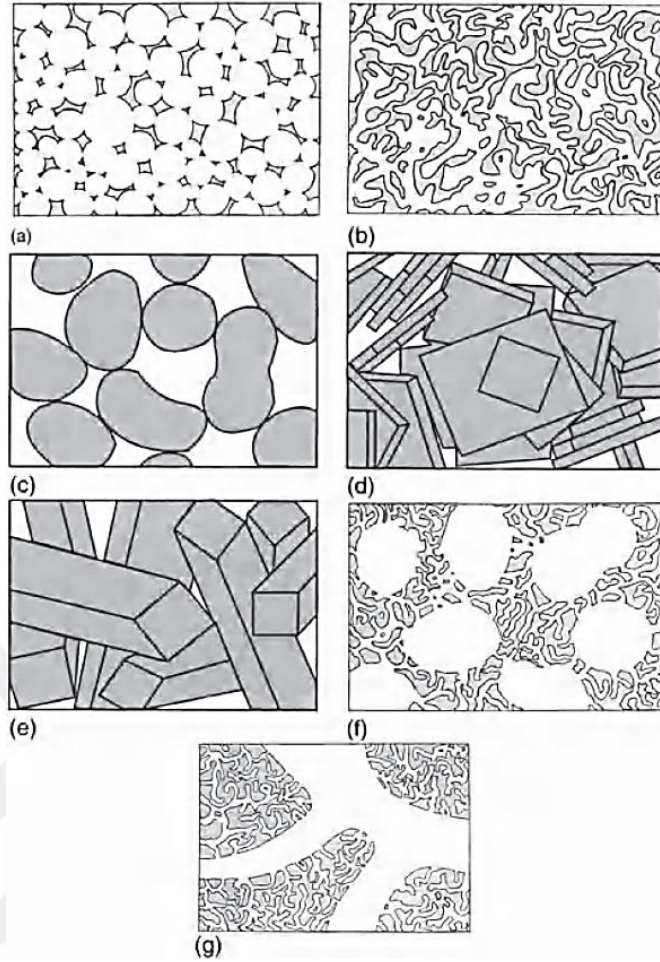


Şekil 2.33. Gözenek tiplerinin şematik gösterimi (Ishizaki, vd., 1998).

Gözenekler; boyutları ve şekillerine göre de gruplandırılmaktadırlar. Şekil 2.34, Uluslararası Saf ve Uygulamalı Kimya Birliği (IUPAC) tarafından yapılmış gözenek boyutlarına göre olan sınıflandırmadır. Şekil 2.35 ise gözenek şekli ve geometrisine göre yapılmış olan genel sınıflandırmadır (Ishizaki, vd., 1998). DPF'lerdeki duvar akışı gösteren gözenekler; boyutları açısından sınıflandırıldığında Şekil 2.34'e göre "Makro Gözenek" tipindedir, şekil ve geometriye göre gruplandırıldıklarında ise Şekil 2.35.g konfigürasyonundadırlar.



Şekil 2.34. Schaefer'e (1994) göre; gözenek büyüklüğüne göre gözenekli malzemelerin sınıflandırılması (Ishizaki, vd., 1998).



Şekil 2.35. Şekil ve geometrisine göre farklı gözenek konfigürasyonları; a: köpükler, b: camlar, c: toz kompaktları, d: plaka şekilli taneler, e: fiberler, f: büyük gözeneklerin küçük gözenekli ağ yapısına bağlanması, g: büyük gözenekli ağ yapısının küçük gözenekli ağ yapısına bağlanması (Ishizaki, vd., 1998).

Kompozit malzemeler, malzemelerin kendi başlarına veremeyeceği özelliklere ulaşmak için farklı malzemelerin kombinasyonu ile elde edilen karışımlardır. Chung'a (2010) göre kompozit malzemeler; bileşenlerini, bileşenlerin birbirlerine olan oranlarını, dağılımlarını, morfolojilerini, kristallik derecelerini, kristalografik dokularını ve ayrıca bileşenler arasındaki ara yüzün yapısını ve bileşimini uygun şekilde seçerek çeşitli özellikler elde etmek amacıyla uyarlanabilmektedir. Genel olarak kompozitler, matris malzemelerine göre sınıflandırılmakta olup, kompozitlerin ana sınıfları; polimer-matris, metal-matris ve seramik-matris kompozitlerdir (Chung, 2010). Gözenekli SiC - Si₃N₄ kompozitler, seramik-matris sınıfına girmektedir.

Kompozit yapısında; bileşenlerden biri matris, diğer bileşenler ise “takviye” veya “dolgu elemanı”dır (Chung, 2010). Takviye malzemenin matrise dahil edilmesi, malzemenin mikroyapısını ve tüm özelliklerini değiştirmektedir (Hull ve Clyne, 1996).

Seramikler, metalik ve metalik olmayan elementlerin bileşiminden meydana gelmektedir. Akovalı ve Uyanık’a (2001) göre seramikler temel olarak aşağıdaki sebeplerden dolayı matris malzemesi olarak kullanılmaktadır:

1. Uygulama sıcaklığı aralıkları ($> 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$) yüksektir, bu yüzden ısı uygulamalarında kullanılmaktadırlar.
2. Yoğunlukları metallere düşüktür.
3. Yüksek elastik modül değerlerine sahiptirler.

Akovalı ve Uyanık (2001) yaygın olarak kullanılan seramik matris malzemelerin aşağıdaki dört ana grupta sınıflandırıldığından bahsetmektedir:

1. Cam Seramikler (Lityum Alüminosilikat gibi)
2. Oksitler (örneğin Alümina ve Müllit ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$))
3. Nitritler (Silisyum Nitrür (Si_3N_4) gibi)
4. Karbürler (Silisyum Karbür (SiC) gibi)

1990’lı yılların başlangıcında, $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ kompozit malzemelerine gösterilen ilgi artış göstermiş olup, bu malzemeler üzerinde yapılan araştırmalarda umut verici sonuçlar elde edilmiştir (Petzow ve Hermann, 2002). Petzow ve Hermann’a (2002) göre, yeni geliştirilen $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ kompozit malzemeleri aşağıdaki gibi sınıflandırılmaktadır:

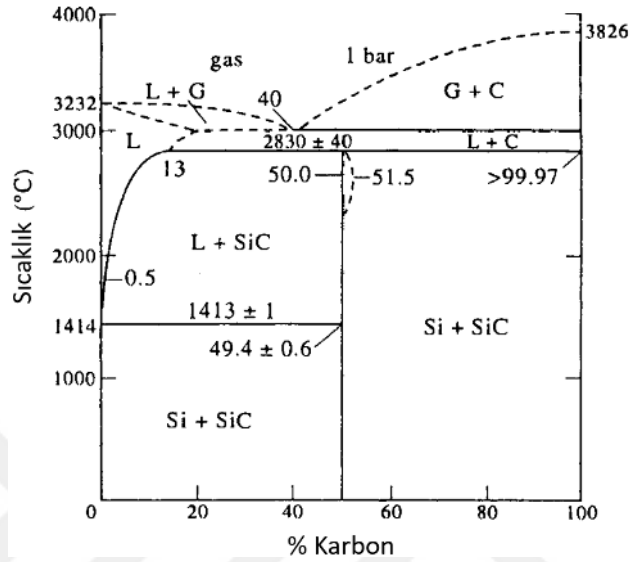
- Amorf veya kristalin kompozitler
- Si_3N_4 ve SiC tozlarının karışımları
- Sinterleme sırasında SiC ’nin yerinde sentezi

Mevcut tez çalışmasında; SiC matris, Si_3N_4 ise mikroyapı modifikasyonunda ve iri SiC tanelerini birbirine bağlamada kullanılmıştır.

SiC ; yüksek sertliği, termal direnci ve oksidasyon direncinden ötürü ısıtma elemanları gibi refrakterlerin üretilmesi için gerekli bir hammaddedir. SiC ’ün önemli bir uygulama alanı da demir ve çelik endüstrisinde silisyumlaştırma ve karbonlama maddesi olarak kullanılmasıdır.

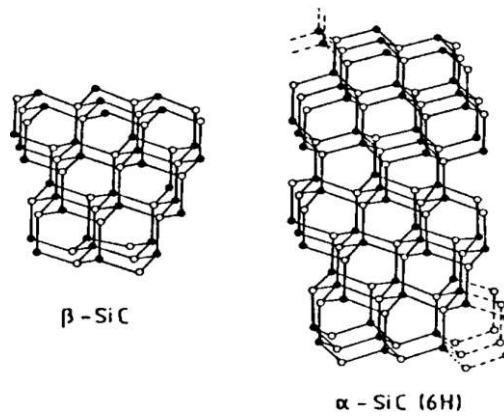
Şekil 2.36’da belirtilen Silisyum – Karbon sistemine ait ikili faz diyagramından da görüleceği üzere, SiC ; bu sistemde bulunan tek ikili faz olup, kimyasal bileşimi

ağırlıkça %70,05 Si ve %29,95 C'dur. SiC'nin sabit bir dekompozisyon noktası yoktur, ancak toplam 1 bar basınçta kapalı bir sistemde, 2830 ± 40 °C'de dekompozisyona uğrar.



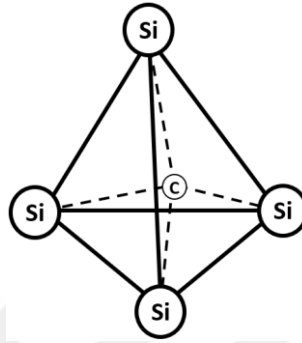
Şekil 2.36. Kleykamp ve Schumacher'e (1994) göre 1 bar toplam basınçta silisyum - karbon sisteminin faz diyagramı (Schmalzried ve Schwetz, 2010).

SiC'ün kristal kafesi çeşitli modifikasyonlarda bulunmakta olup, 2000°C'nin altında kübik kristal yapısında ve β formunda, 2000°C'nin üstünde, hegzagonal ve rombohedral kristal yapısında ve α formundadır (Bkz. Şekil 2.37) (Schmalzried ve Schwetz, 2010).



Şekil 2.37. α -SiC ve β -SiC'ün kristal yapıları (Schmalzried ve Schwetz, 2010).

Şekil 2.38'den de görüleceği üzere; SiC kristal yapısının birim elemanı, sp^3 orbital yapısına sahip tetrahedron olup, merkezdeki bir adet C atomunun etrafında dört adet Si atomu bulunmaktadır ve Si-C bağı kovalent yapıdadır (Schmalzried ve Schwetz, 2010). SiC'e ait karakteristikler ve özellikler Çizelge 2.4'te görülmektedir.



Şekil 2.38. SiC kristal yapısının birim elemanı olan tetrahedron yapısı.

SiC'ün politipleri kristal yapısındaki katman yapısına göre sınıflandırılmakta olup, SiC; 1400°C'nin altında 2H, 1400°C -1600°C arasında 3C, 1600°C-2100°C arasında 4H, 2100 °C üzerinde 6H ve 2200 °C üzerinde 15R halindedir (Bkz. Çizelge 2.3) (Schmalzried ve Schwetz, 2010).

Çizelge 2.3. SiC'ün ortak politipleri (Pierson, 1996).

Polytypes	Structure	Layer Unit Cell	Sequence
C (β SiC)	Cubic	1	ABCABCABC
2H (α SiC)	Hexagonal	2	ABABAB
4H -	Hexagonal	4	ABACABAC
6H -	Hexagonal	6	ABCACBABCACBA
15R -	Rhombohedral	15	ABDACBCABACABCBA

Çizelge 2.4. SiC'e ait bazı karakteristikler (Pierson, 1996).

Kristal yoğunluğu (g/cm³)	α -SiC: 3,211, β -SiC: 3,214
Dekompozisyon sıcaklığı (°C)	1 atm.de 2545°C, 35 atm.de 2830°C
Özgül Isı (J/mol.°K)	α -SiC: 27,69, β -SiC: 28,63
Isıl iletkenlik (W/m.°C)	α -SiC: 41,0, β -SiC: 25,5
Isıl genleşme (10⁻⁶.°C⁻¹)	α -SiC: 5,12, β -SiC: 3,8
Vicker sertliği (GPa)	24,5 – 28,2
Poisson oranı	0,142
Eğilme mukavemeti (MPa)	350-600
Oksidasyon direnci	SiO ₂ tabakasının oluşumu nedeniyle mükemmel
Kimyasal direnç	Temelde oda sıcaklığında inert

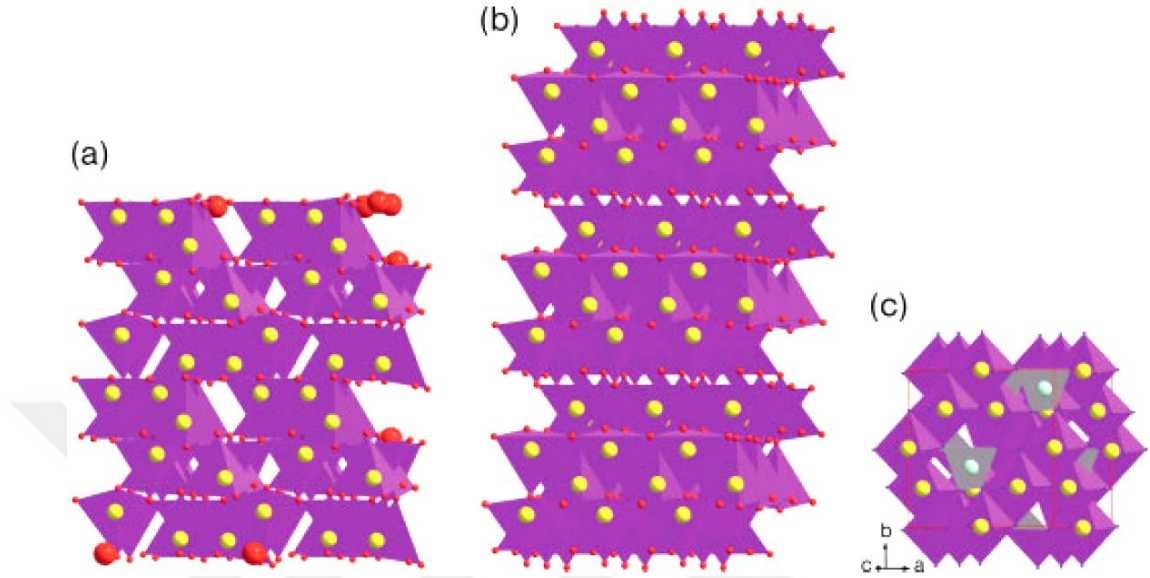
Silisyum Nitrür (Si₃N₄); mühendislik uygulamaları açısından için en umut verici malzemelerden biri olup, birçok araştırmacı, özel uygulamalara yönelik özel kompozisyonlar geliştirilmesi üzerine uğraş vermektedir (Şajgalık, vd., 2010). Çizelge 2.5'te Si₃N₄'e ait karakteristikler verilmiştir.

Çizelge 2.5. Si₃N₄'e ait bazı karakteristikler (Pierson, 1996).

Kristal yoğunluğu (g/cm³)	α - Si ₃ N ₄ : 3,184, β - Si ₃ N ₄ : 3,187
Dekompozisyon sıcaklığı (°C)	1 atm.de 1840 °C
Özgül Isı (J/mol.°K)	75,7 – 98,2
Isıl iletkenlik (W/m.°C)	25 – 36
Isıl genleşme (10⁻⁶.°C⁻¹)	2,8 – 3,2 (0-100 °C arasında)
Vicker sertliği (GPa)	16 – 18
Poisson oranı	0,23 – 0,27
Eğilme mukavemeti (MPa)	600 – 1200
Oksidasyon direnci	1350°C'ye kadar dirençli
Kimyasal direnç	Oda sıcaklığında çoğu reaktife dayanıklıdır.

Si₃N₄ dört farklı kristal yapıda bulunmakta olup, bunlar; amorf α - Si₃N₄, trigonal α -Si₃N₄, hegzagonal β -Si₃N₄, kübik γ -Si₃N₄ fazıdır ve α -Si₃N₄'ün düşük sıcaklık modifikasyonu ve β -Si₃N₄'ün normal basınçta yüksek sıcaklık modifikasyonu olduğu

kabul edilmektedir (Šajgalík, vd., 2010). Şekil 2.39’da bu fazlara ait kristal yapıları, Çizelge 2.6’da ise kristal yapıların hücre boyutları görülmektedir.



Şekil 2.39. Kristal yapıları: (a) α - Si_3N_4 ; (b) β - Si_3N_4 ; (c) γ - Si_3N_4 (Šajgalík, vd., 2010).

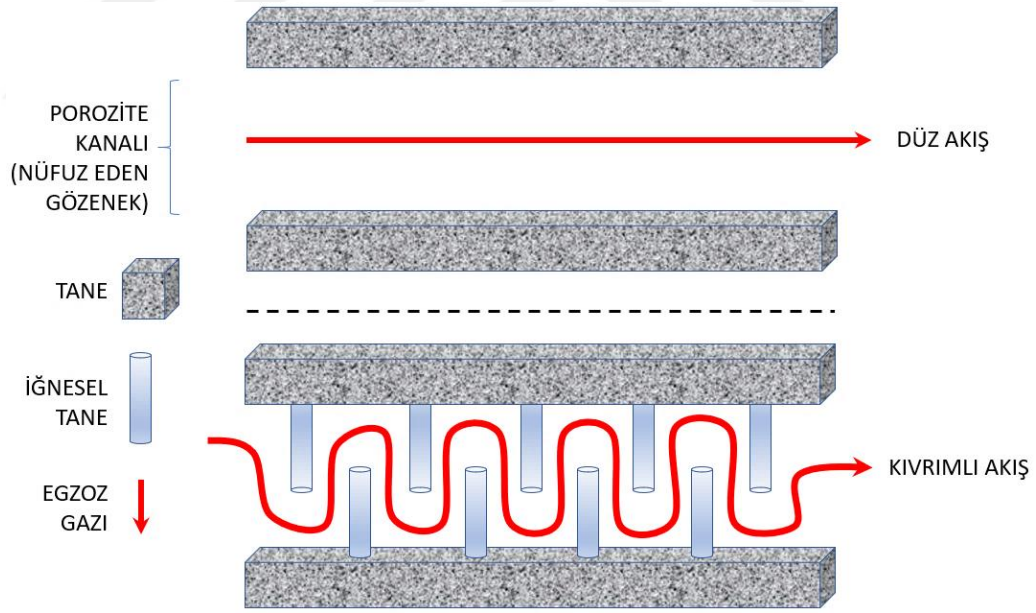
Çizelge 2.6. Sangster’e (2005) göre ve Schneider’a (1991) göre Si_3N_4 yapılarının birim hücre boyutları (Šajgalík, vd., 2010).

	α - Si_3N_4	β - Si_3N_4	γ - Si_3N_4
Latis parametresi a (nm)	0,7748	0,7608	0,7734
Latis parametresi c (nm)	0,5617	0,2911	

2.3. DPF Üzerine Daha Önceden Yapılmış Çalışmalar

Bir malzemedeki açık gözenek kanalları içerisinde iğnesel tanelerin oluşturulmasıyla birlikte, akış yolu kıvrımlılığı artmakta ve böylelikle DPF’nin partikül filtreleme etkinliğinin yükselmekte olup, bu durum, motor verimliliğini düşürmemektedir (Steawart, vd. 2010). Şekil 2.40’dan görüleceği üzere; egzoz gazının DPF duvarı içerisindeki (açık porozite kanalları) akış yolu kıvrımlılığı artırıldığında, gözenek kanalı içerisinde almış olduğu birim mesafe miktarı artmakta ve bu da egzoz gazının sıcak yüzeylerle daha fazla oranda temas etmesine sebep olmaktadır. Böylelikle PM filtreleme verimliliği yükselmektedir. Konuyla ilgili daha önce Steawart, vd. (2010) tarafından benzer bir çalışma gerçekleştirilmiştir. “İğnemsiz Müllit” tanelerinden DPF üretilmiştir. DPF duvar yüzeyinde ve gözenek kanalları

içerisinde geliştirilen iğnemsli Müllit tanelerinin, filtreleme performansı ve motor verimliliğini (ΔP) ne ölçüde etkilediği araştırılmıştır (Steawart, vd. 2010). Araştırma sonunda; iğnemsli tanelerin, kullanılan malzeme tipinden bağımsız olarak, daha yüksek partikül filtreleme etkinliği sağladığı ve ΔP 'yi düşürerek motor performansını yükselttiği gözlemlenmiştir (Steawart, vd. 2010). İğnemsli kristallerin; gözenek kanalları içerisinde yüzey alanını artırarak partikül temas oranını artırdığı, filtre yüzeyinde ise partikül paketlenme yoğunluğunu düşürerek akış geçirgenliğini yükselttiği bulunmuştur (Steawart, vd. 2010). Amerika Birleşik Devletleri Enerji Bakanlığı ve Dow Chemical Company ortaklığıyla gerçekleştirilen CRADA projesi kapsamında geliştirilen bu teknolojiye ACM DPF (İğnesel Müllit DPF) adı verilmiş olup AERIFY® markası altında ticari olarak piyasaya sürülmüştür (Steawart, vd. 2010). ACM DPF'ler, Audi ve Peugeot marka dizel yarış arabalarına başarıyla uygulanmış olup, 2006 yılında düzenlenen 24 saatlik Le Mans yarışları ve 12 saatlik Sebring yarışlarında birincilik ve ikincilik elde edilmiştir (Steawart, vd. 2010).



Şekil 2.40. DPF duvarı içerisinde bulunan açık porozite kanalı içerisinde düz ve kıvrımlı egzoz akışı.

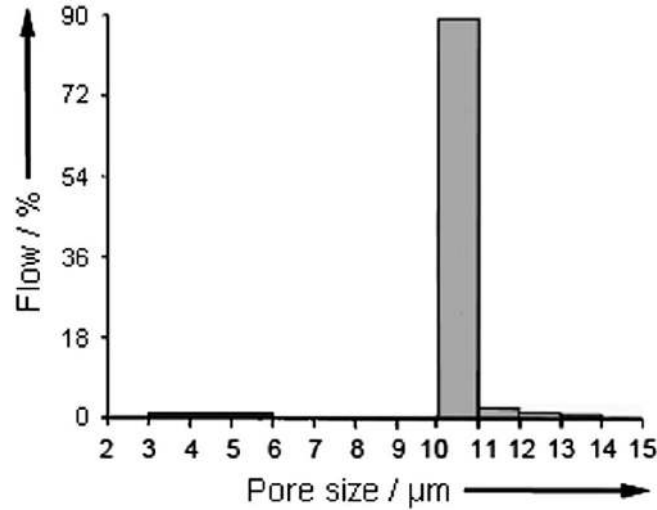
Malzeme performansı açısından kıyaslama yapıldığında; Müllit SiC'e göre üstün değildir. SiC'ün yoğunluğu ($\sim 3,2 \text{ gr/cm}^3$), Müllit'in yoğunluğu'na ($\sim 2,9 \text{ gr/cm}^3$) yaklaşık % 10 daha yüksektir. SiC'ün termal iletkenliği ($41 \text{ W/m.}^\circ\text{K}$), Müllit'e göre (4

W/m.°K) yaklaşık 10 kat daha yüksektir. Bu da, SiC DPF'lerin Müllit DPF'lere göre partikül rejenerasyonunda daha üstün olduğu anlamına gelmektedir. SiC'ün elastik modülü (410 GPa), Müllit'e göre (150 GPa) yaklaşık 2,7 kat yüksek olup mekanik açıdan daha üstündür. SiC'ün korozyon direnci, Müllit'e göre daha yüksek olup kimyasal etkilere karşı daha dayanıklıdır. SiC'ün dekompozisyon sıcaklığı (~2830 °C), Müllit'in ergime sıcaklığına göre (~1840 °C) daha yüksek olup, termal dayanıklılık bakımından daha üstündür. Bu nedenlerden dolayı, ticari SiC DPF'lerin kullanımı daha yaygındır.

SiC yapılı ticari DPF'lerde, iğnemi tane oluşumuyla ilgili herhangi bir çalışmaya rastlanılmamıştır. SiC malzeme yapısında ince iğnemi yapıların meydana getirilmesiyle ilgili gerçekleştirilen çalışmalar mevcuttur. Başlangıç tozunda kullanılan Si₃N₄ ve Grafit, Eşitlik 2.8'deki belirtilen reaksiyonla ince iğnemi SiC yapıları meydana getirmektedir (Hayama, 2011). Eşitlik 2.8'deki reaksiyona göre, Grafit, Si₃N₄'le kimyasal etkileşime girmekte, bunun sonucunda; Si₃N₄'teki Si atomları ile Grafit'teki C atomları aralarında bağ oluşturarak SiC'ü meydana getirmekte, Si₃N₄'teki N atomları ise N₂ gazı şeklinde yapıdan uzaklaşmaktadır (Hayama, 2011).

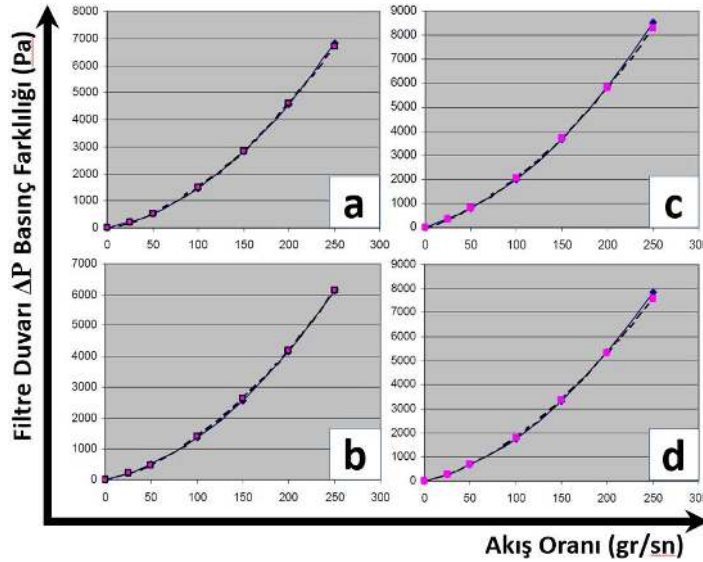


ΔP Basınç farklılığı mekanik bir etki olup DPF'te kullanılan malzeme tipinden (SiC, vb.) bağımsızdır ve DPF duvarı içerisindeki açık porozitelerin birbiriyle bağlanmasından oluşan ağ biçimli egzoz gazı akış kanalının yapısına bağlıdır (Murtagh ve Johnson, 2014). Kriegesmann vd. (2009), kılcal akış porometrisi kullanarak SiC yapılı ticari bir DPF'nin gözenek büyüklüklerini ve gözenek oranını tespit etmiş, ticari bir DPF duvarının sahip olduğu gözeneklerin %90'ına ait por boyutunun 10 µm – 11 µm arasında olduğunu gözlemlemiş (Bkz. Şekil 2.41) ve ideal bir motor performansı için açık porozite oranının %50-%60 arasında olması gerektiğini belirtmişlerdir (Kriegesmann vd., 2009; Kriegesmann'dan (2014)).



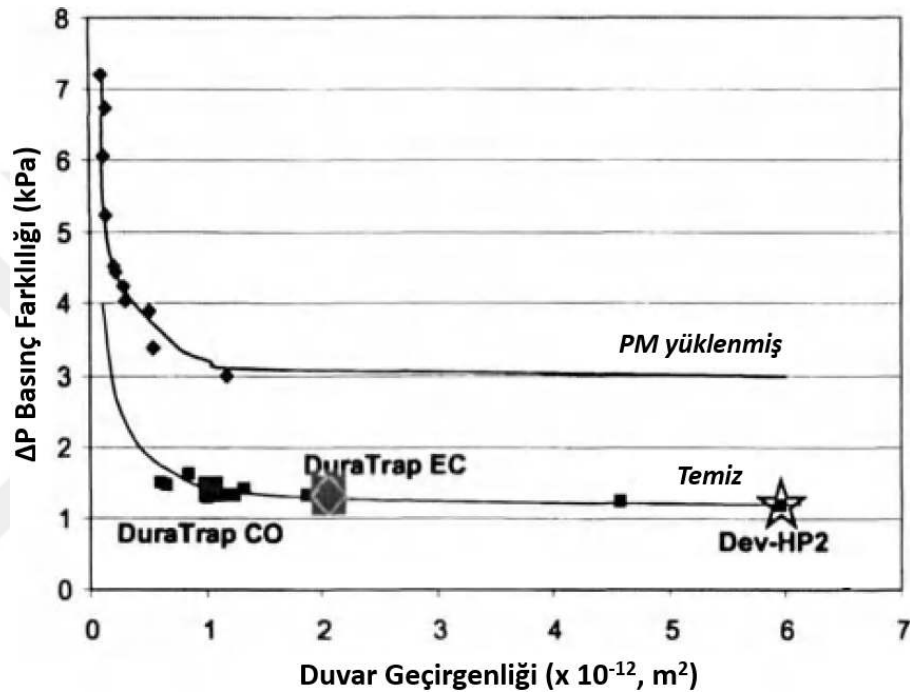
Şekil 2.41. Kılcal akış porometrisi ile elde edilen SiC yapıları ticari bir DPF'nin porozite boyut dağılımı (Kriegesmann vd., 2009; Kriegesmann'dan (2014)).

Bunun yanı sıra; Deplhi Corportion firmasında, Mansour Masoudi tarafından ΔP -Debi arasındaki ilişkinin incelendiği çalışmalarda; Şekil 2.42'den de görüleceği üzere, farklı marka ve spesifikasyonlara sahip PM yüklenmemiş temiz ticari DPF'lere ait ΔP değerlerinin, gaz akış oranı değerleriyle doğru orantılı ilişkisinin olduğu tespit edilmiştir (Masoudi, 2005).



Şekil 2.42. Deneysel olarak ölçülen, bölümlü SiC DPF'lerdeki (PM yüklenmemiş, temiz) ΔP -Debi grafikleri; (a) Ibiden marka, katalize edilmemiş, $5,66 \times 6$ inç, hücre yoğunluğu/duvar kalınlığı 200/16; (b) Ibiden marka, katalize edilmemiş, $5,66 \times 6$ inç, 300/10; (c) NGK marka, katalize edilmiş, $5,66 \times 6$ inç, 300/12; (d) Ibiden marka, katalize edilmemiş, $5,66 \times 10$ inç, 200/16 (Masoudi, 2005).

Ayrıca; Corning firmasından Isabelle Melscoet-Chauvel, Christophe Remy ve Tinghong Tao tarafından ΔP -Darcy geçirgenliği arasındaki ilişkinin incelendiği çalışmalarda; Şekil 2.43'den de görüleceği üzere, temiz ve PM yüklenmiş DPF'ler için ΔP basınç farklılığının belirli bir eşik değere kadar darcy geçirgenliğiyle ters orantılı olarak değişim gösterdiği, eşik değeri aşıldığında ise sabit ΔP basınç farklılığında darcy geçirgenlik değerinin artış gösterdiği tespit edilmiştir (Melscoet-Chauvel, vd. 2005).



Şekil 2.43. Temiz ve PM yüklü (4 gr/l) durumlarda, kordiyerit yapılı, Corning markalı; DuraTrap CO®, DuraTrap EC® ve Dev-HP2® DPF'lere ait duvar geçirgenliğinin (m²) bir fonksiyonu olarak ΔP basınç farklılığı (kPa) grafiği (Melscoet-Chauvel, vd. 2005).

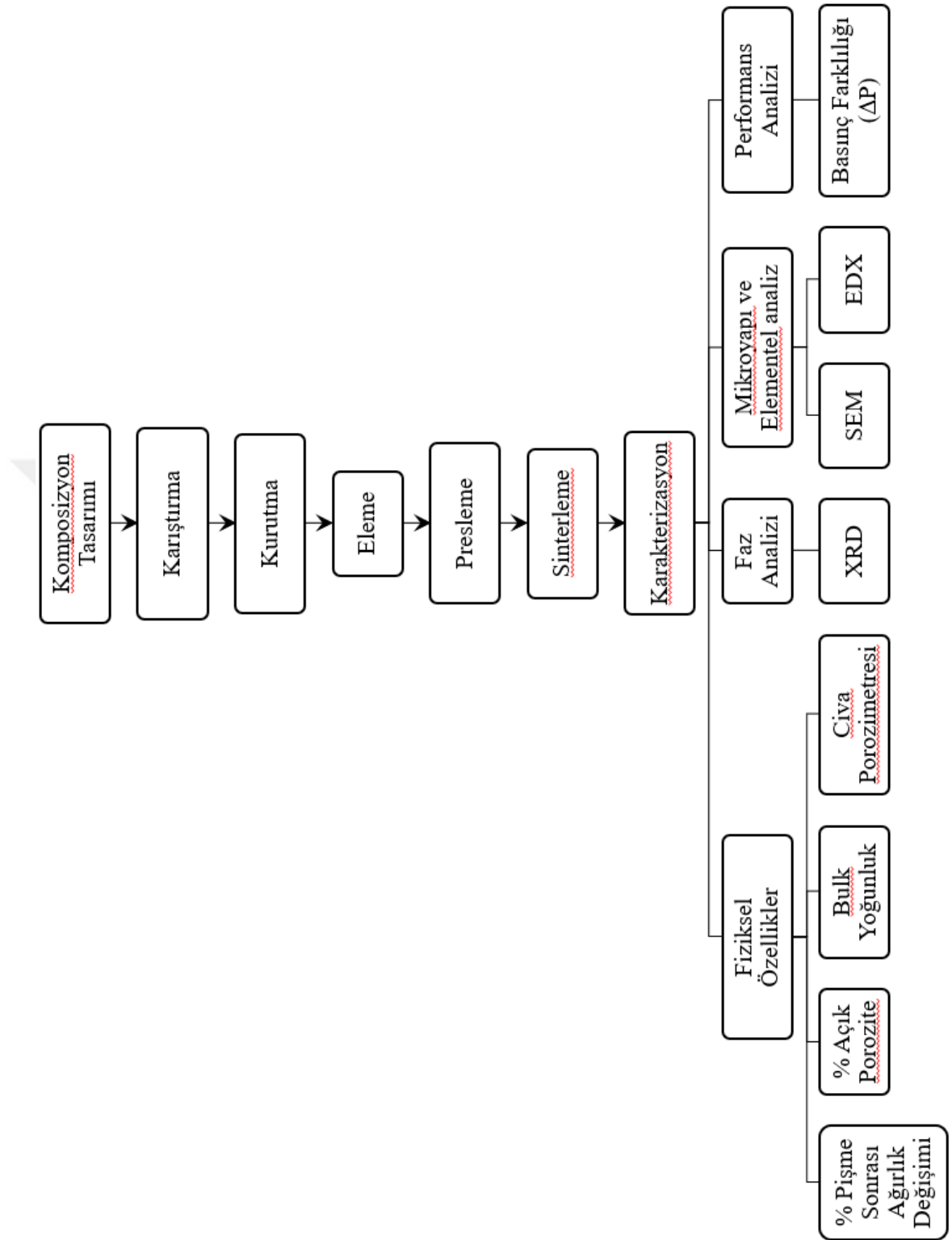
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Mevcut tez çalışmasında, açık gözenek kanalları içerisinde iğnesel tanelerin oluşturulması hedeflenmiştir. Böylelikle akış yolu kıvrımlılığının artırılarak DPF'nin partikül filtreleme etkinliğinin yükseltilmesi (motor verimliliğini düşürmeden) amaçlanmıştır.

Daha önceki açıklamalarda da belirtildiği üzere; iğnesel kristallerin, kullanılan malzeme tipinden farklı olarak, DPF partikül filtreleme performansını ve motor performansını yükselttiğinden bahsedilmiştir. Şu ana kadar, literatürde ticari SiC DPF'lerde iğnesel tane gelişimi üzerine herhangi bir çalışma görülmemiştir. Bilimsel özgünlük ve inovatif yaklaşım sergilemek açısından, mevcut tez çalışmasında bu konuya odaklanılmıştır. SiC-Si₃N₄ kompozit malzeme kompozisyonları oluşturularak, hem DPF duvarı üretimi üzerine, hem de malzeme yüzeyinde ve gözenek kanalları içerisinde iğnesel tanelerin geliştirilmesi üzerine uğraşı verilmiştir.

3.1. Materyal Ve Metodlar

Yapılan deneysel çalışmalara ait süreç akış şeması, Şekil 3.1. deki gibidir:



Şekil 3.1. Deneysel çalışmalar süreç akış şeması.

Deneysel çalışmalar hakkında genel olarak bahsetmek gerekirse; poroz SiC esaslı kompozit üretimi için malzemeler belirli bileşim oranlarına göre tartılarak eksenel

değirmende hazırlanmıştır. Değirmende gerçekleştirilen alkollü öğütme işleminden hemen sonra öğütülmüş malzeme karışımı, döner kurutucuya aktararak alkol buharlaştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kuru tozlara yapılan eleme sürecinin ardından yapılan kuru presleme işlemi neticesinde ham peletler elde edilmiştir. Ham peletlerin redüktif (N_2 atmosferi) ortamda belirli sinterleme rejimlerinde kontrollü olarak sinterlenmesinden sonra karakterizasyon sürecine geçilmiştir. Karakterizasyon işlemi Şekil 3.1. den de görüleceği üzere dört ana başlık altında gerçekleştirilmiştir. Bunlar; fiziksel özelliklerin belirlenmesi, faz analizi, mikroyapı ve elementel analiz, performans analizini (ΔP –Debi testi) içerir.

3.1.1. Kompozisyon Tasarımı

Poroz SiC esaslı kompozit üretiminde ilk aşama kompozisyon tasarımıdır. Reçeteler; α -12, α -24, β -12, β -24, α -24 G, α -24 S olarak kodlanmıştır. Öncelikle α -12, α -24, β -12, β -24 reçeteleri hazırlanarak peletlerin üretimi tamamlanmış olup, mikroyapı ve fiziksel özellik bakımından en iyi sonuçları veren kompozisyon baz alınarak yeni reçeteler meydana getirilmiştir. Bunlar; α -24 G, α -24 S'dir. Reçete adlandırmalarındaki α tanımı kompozisyonda α -Si₃N₄ kullanıldığı, β tanımı ise kompozisyonda β -Si₃N₄ kullanıldığı anlamına gelmektedir. 12 ve 24 tanımlamaları ise kompozisyonlarda sırasıyla 12 μm ve 24 μm ortalama partikül boyutuna sahip SiC kullanıldığını ifade etmektedir. Poroziteler içerisinde iğnesel tane oluşumunu teşvik etmek amacıyla tüm reçetelerde CaF₂ kullanılmıştır (Çalış Açıkbaz ve Mandal, 2016). Gözenek çeperlerinde iğnemsî tane gelişimini desteklemek amacıyla α -12, α -24, β -12, β -24 kompozisyonlarında Y₂O₃:Sm₂O₃ ikili katyon sistemi; α -24 G, α -24 S kompozisyonlarında Sm₂O₃ tekli katyon sistemi kullanılmıştır. α -24 G, α -24 S kompozisyonlarında AlN ve Al₂O₃ ilaveleri de kullanılmıştır. Bununla beraber, α -24 G kompozisyonuna SiC tanelerini bağlamak için Grafit (C) katkısı, α -24 S kompozisyonuna 0,9 μm 'lik düşük ortalama partikül boyutuna sahip SiC katkısı yapılmıştır.

Malzemeler, reçetelerde belirtilen ağırlık oranlarına göre hassas terazide tartılarak, eksenel değirmen haznesi içine alınmıştır. Malzeme tartım işleminde; OHAUS firmasının PA214C modeli olan hassas terazi kullanılmıştır.

Tartım işleminden hemen sonra malzemeler, eksenel değirmen haznesine aktarılmıştır.

3.1.2. Karıştırma

Bu işlemde amaç, malzemelerin birbiriyle homojen olarak karışmasını sağlamaktır. İzopropil alkol ortamında eksenel değirmende, düşük hızlarda, partikül boyutunu azaltmadan, homojen karışım elde edilmesi amaçlanmıştır.

Öğütme ortamı olarak; FRITSCH firmasının değirmen haznesi kullanılmıştır. Değirmen haznelerinin içi Si_3N_4 kaplamalıdır ve maksimum 250 ml hacime sahiptir. Öğütücü eleman olarak eşdeğer çapa sahip (çapları yaklaşık 8 mm) küresel Si_3N_4 bilyalar kullanılmıştır.

Öğütme sıvısı olarak MERCK firmasının ürettiği, 2-Propanol ticari isimli “İzopropil Alkol – $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$ ” kullanılmıştır.

Öğütme işlemi sırasında FRITSCH marka, Pulverisette 5 model pülverizatör kullanılmıştır.

Reçetede belirtilen oranlarda tartılan toz halindeki malzemelerin öğütülmesi amacıyla değirmen haznesine aktarılmasının ardından; hazneye öğütücü eleman olarak eşdeğer çapa sahip küresel şekilli Si_3N_4 bilyalar ilave edilmiştir. Sıvı öğütme tekniği kullanıldığından dolayı öğütme sıvısı olarak izopropil alkol seçilmiştir. Bilya ilavesinden hemen sonra değirmen haznesine izopropil alkol koyulmuştur. Dönme hızı olarak 150 RPM ayarlanmıştır. Karıştırma işlemi esnasında değirmenler hem kendi etrafında hem de yatak eksenine etrafında dairesel olarak dönmektedir (değirmen yatağı saat yönünde, değirmenler ise saat tersi yönünde dönmektedir).

3.1.3. Kurutma

Reçeteye göre belirlenmiş malzeme karışımının kuru presleme yöntemiyle şekillendirilebilmesi için katı-toz halinde bulunması gereklidir. Bu nedenden dolayı; öğütme çamuru içerisinde bulunan izopropil alkolün tamamıyla uzaklaştırılması gerekli olup, bu işlem, kurutma süreciyle gerçekleştirilmiştir. Süreçte; döner kurutucuya alınan öğütme çamurunun içerdiği izopropil alkolün hızlı olarak (en kısa sürede) damıtılması gerekmektedir. Bu nedenle; öğütme çamuru, önceden belirlenmiş buharlaşma noktası ($^{\circ}\text{C}$) ve vakum basıncı (mbar) şartları altında tutularak süreç sonunda kurutulmuş katı-toz haline dönüştürülmektedir.

Kurutma işleminde; Heidolph marka, Hei-VAP Precision model “Döner Kurutucu” kullanılmıştır. Cihaz üreticisinin verdiği kullanım kılavuzunda belirtilen “Çözücü Madde Tablosu”nda, izopropil alkolün (2-propanol) uçurulabilmesi için; 82,5 °C buharlaşma sıcaklığı ve 137 mbar vakum basıncı değerleri belirtilmiştir. Bu sebeple; su banyosu sıcaklığı 82,5 °C’ye, yoğunlaştırma tüpü ve tüpe bağlı olan damıtım joesinin vakum basıncı 137 mbar’a getirilmiştir. Damıtım joesinin sabit dönüş hızı 50 RPM olarak belirlenmiştir. Damıtım joesi sıcak su banyosu içerisinde ve vakum basıncı altında dönmektedir. Buharlaşma noktasına ulaşıldığında öğütme çamuru içindeki izopropil alkol hızla buharlaşmaya başlayarak yoğunlaştırma tüpü içerisine ilerlemektedir. Ardından burada, içerisinde sürekli su akışı bulunan helisel su kanalına temas etmektedir. Helisel su kanalı içerisinde sürekli olarak tesisat suyu akışı olduğundan dolayı çeperleri sürekli soğuktur. Kanal çeperlerine temas eden alkol buharı ise hemen yoğunlaşarak sıvı hale getirilmekte ve damlama suretiyle birikim joesinde biriktirilmektedir. Bu süreç öğütme çamuru içerisindeki tüm alkol uzaklaştırılncaya kadar devam etmektedir. Katı toz karışımı içerisinde bulunabilecek eser miktardaki kalıntı alkolün uzaklaştırılması amacıyla etüvde kurutma işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu sebeple, etüvde 120°C sıcaklıkta yaklaşık 6 saat bekletilmiştir. Bu aşamada; BINDER marka, ED 52 model etüv kullanılmıştır.

3.1.4. Eleme

Buharlaştırma sürecinde aglomerasyona uğrayarak granüle olan tozun partikül boyut dağılımının homojenitesini sağlamak amacıyla eleme işlemi yapılmıştır. Eleme işlemi sırasında elek teline verilen, belirli genliğe sahip titreşim kuvvetlerinin meydana getirdiği sarsıntıların etkisiyle granül içi ve granüller arası zayıf bağlar parçalanır. Böylelikle; tüm granüller, öğütme sonrası elde edilen boyutlara sahip olan partiküllere ayrılırlar, başka bir deyişle aglomerelerinden arındırılırlar. Eleme işlemi sonunda; granülleşmiş toz karışımı, kuru presleme işlemi için hazır hale gelen toza dönüştürülmektedir. Bu işlem sırasında FRITSCH markalı; 250 µm. luk delik açıklığına sahip elek ve eleme tepsisi (set) kullanılmıştır. Elek teli çeliktir. Eleme işleminde kuvvet kaynağı olarak FRITSCH marka, Analysette 3 model titreşimli elek sarsağı kullanılmıştır. Otomatik genlik kontrollü olup 0,1 – 3 mm. arasındaki genlik değerlerine ayarlanabilmektedir. Elektromanyetik tahrikle salınım gerçekleştirmektedir. Elek setini, dikey yöndeki salınımlarla çalkalayarak titreşim kuvvetleri meydana getirmektedir.

Ayrıca, zaman kontrollü olup; 100 μm 'dan, 25 mm'ye kadar kuru eleme yapabilmektedir. Titreşim genliği 1 mm, eleme zamanı 15 dakika, frekans zaman aralığı 10 saniye olarak ayarlanmıştır. Eleme işleminin sonunda, elek tepsisinde biriken tozun tümü, temiz ve hava sızdırmazlığı bulunan cam saklama kabına alınmıştır.

3.1.5. Presleme

Tozların şekillendirilebilmesi amacıyla tek yönde kuru presleme metodu kullanılmıştır. Kuru presleme metodu, toz tanelerinin bir arada tutulması suretiyle şekil alabilmesini sağlamaktadır. Toza basınç uygulandığı andan itibaren, basınçla birlikte taneler arasında zayıf bağlar meydana gelmektedir. Kalıp içerisine alınan belirli miktardaki toza, presle tek yönde basınç uygulanarak ve pişirilmeye hazır olan “ham pelet” meydana getirilmiştir. Kuru presleme esnasında kalıp seti kullanılmıştır. Kalıp seti; alt kalıp, üst kalıp ve kalıp gövdesi olmak üzere üç parçadan oluşmaktadır. Kalıp gövdesinin iç boşluk çapı 16,6 mm'dir Kalıp setindeki tüm parçalar çeliktir. Presleme işleminden sonra ham peletin, alt kalıbın ve üst kalıbın çıkarılması amacıyla kullanılan kalıp çıkarıcı ise alüminyumdur. Presleme esnasında; ERMAK marka, 2009 model, manuel kollu el presi kullanılmıştır. Tek yönde basma özelliğine sahiptir. Maksimum 600 bar'a kadar sıkıştırma basıncına ulaşabilmektedir. Presleme işlemlerinde 100 bar'lık basınç değeri kullanılmıştır. Boyut ve et kalınlığı ölçümlerinde; KETOTEK firmasına ait, Paquimetro model dijital kumpas kullanılmıştır. Çözünürlüğü 0,1 mm veya 0,01 inç, hassasiyeti $\pm 0,2$ mm veya $\pm 0,01$ inç. dir. Presleme işlemleri bittikten sonra; peletler, etüvde 120 °C'de yaklaşık 4 saat bekletilmiştir. Ardından, hassas teraziyle tartımı yapılarak ağırlıkları ölçülmüştür.

3.1.6. Sinterleme

Bir malzemede arzu edilen son özelliklerin elde edilebilmesi amacıyla sinterleme işlemi gerçekleştirilir. Sinterleme esnasında, belirlenen koşullara bağlı olarak, taneler birbirlerine boyun vererek aralarında kalıcı bağlar meydana getirirler. Boyun verme işleminin sonucunda, malzemenin gözenek çapı ve yüzey alanı düşer, yoğunluğu artar. Bu da, ham peletin sinterleme sonrasında yekpare kalmasını sağlar. Ham peletler; sinterleme sırasında, belirli sıcaklıklarda ve sürelerde, belirli bir fırın atmosferinde pişirilerek istenen özelliklere sahip nihai peletlere dönüştürülür. Sinterleme işlemi sırasında; MSE Furnace marka, ATM 1600_15 model atmosfer

kontrollü kamara fırın kullanılmış olup Şekil 3.2’de gösterilmiştir. Maksimum 6300 W güce sahip olup maksimum 1600 °C’ye çıkabilmektedir. Hacmi 15 litre olup, Mo-Si ısıtıcı eleman içermektedir. S tipi ısıl çift bulundurmaktadır. PID tipi kontrol sayesinde 30 adet sıcaklık programı adımına sahiptir. Sinterleme işlemi redüktif ortam oluşturmak amacıyla azot gazı atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Bunun için; HABAŞ marka N₂ (azot) gazı tüpü kullanılmıştır. %99,999 oranında yüksek saflığa olup tüp hacmi 50 litredir.

Sinterleme işlemi için pelet yüzey kaplaması olarak HENZE firmasının ürettiği HeBoCoat® 21E Bor Nitrür sprej kullanılmıştır. Pota olarak, kapaklı grafit hazne kullanılmış olup Şekil 3.4. de gösterilmiştir. Haznenin; et kalınlığı 0,5 cm, iç çapı 9 cm ve yüksekliği 8cm’dir. Silindir şekline sahiptir. Grafit pota kapağın iç yüzeyine bor nitrür sprej sıkılarak yüzeyleri tamamıyla kaplanmıştır. Ham peletlerin üzerine bor nitrür sprej sıkılarak üst ve yan yüzeyleri tamamıyla kaplanmıştır.

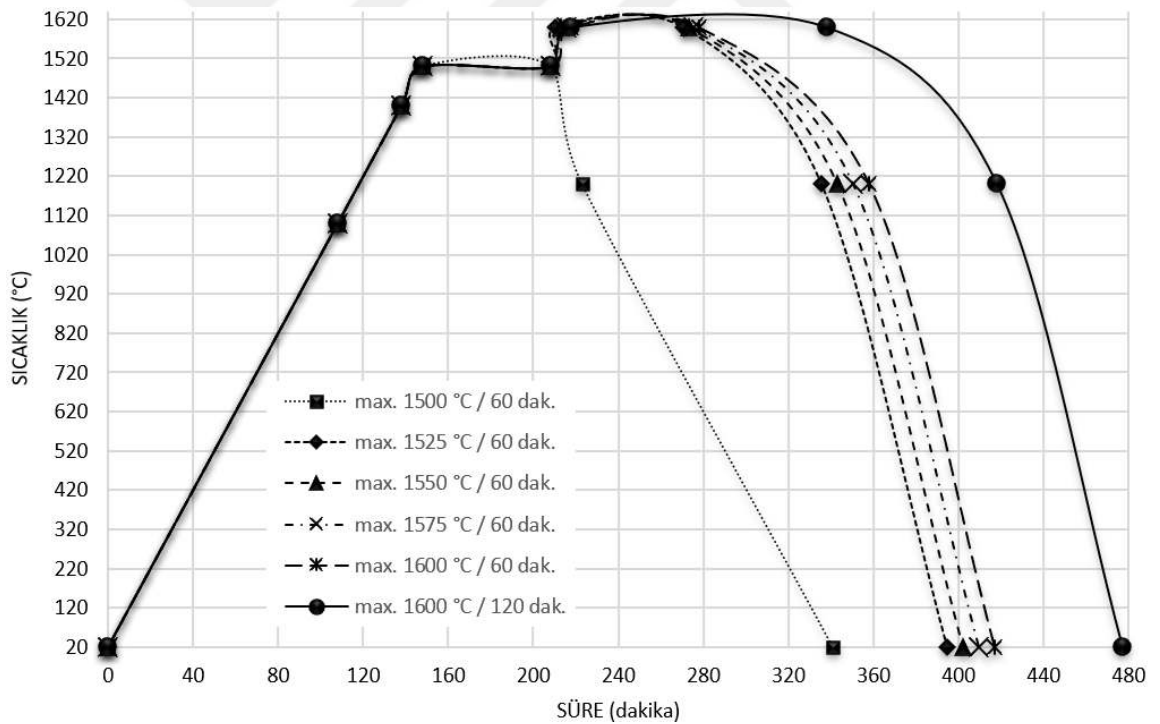


Şekil 3.2. MSE Furnace marka, ATM 1600_15 model atmosfer kontrollü kamara fırın.



Şekil 3.3. Altlık olarak kullanılan grafit haznenin görünüşleri.

Şekil 3.4’de gösterilen sinterleme rejimleri kullanılarak; sıcaklık ve programlama ünitesine, sıcaklık ($^{\circ}\text{C}$) ve ısıtma hızı ($^{\circ}\text{C}/\text{dakika}$) adımları kodlanmıştır.



Şekil 3.4. Çalışmada kullanılan sinterleme rejimleri.

Sinterleme işlemi öncesinde, fırın içerisindeki oksijenli havanın tamamıyla tahliye edilmesi için süpürme işlemi gerçekleştirilmiştir. Süpürme işlemi sırasında; -0,1 barlık vakum basıncına ulaşana kadar fırın içindeki hava emilerek dışarı atılmış,

ardından, iç ortam 10 bar basınca ulaşıncaya kadar azot gazı beslemesi yapılmıştır. Fırın içerisinde tamamen redüktif atmosfer oluşturmak amacıyla, her sinterlemeden önce üç kez süpürme işlemi gerçekleştirilmiştir. N₂ gazı akış debisi yaklaşık 2,5 litre/dakika olarak ayarlanmıştır. Fırın otomatik sıcaklık kontrollü olup, kodlanan sinterleme sıcaklıklarına ve ısıtma hızlarına göre sinterleme otomatik olarak gerçekleştirilmektedir.

3.1.7. Karakterizasyon

3.1.7.1. Fiziksel özellikler

I. % Sinterleme sonrası ağırlık değişimi : Sinterleme esnasında malzemede gerçekleşen reaksiyonlar nedeniyle peletlerin kütlesi azalabilir veya artabilir. Bunun tespit edilebilmesi için yapılan testtir. Presleme sonrası “ham pelet ağırlığı” ölçülür (etüvde kurutularak nemi uzaklaştırılmış). Ardından, sinterleme sonrası “nihai pelet ağırlığı” ölçülür (etüvde kurutularak nemi uzaklaştırılmış). Bulunan ağırlık değerleri, Eşitlik 3.3’de yerine koyularak, “% Sinterleme Sonrası Ağırlık Değişimi” hesaplanır.

$$\%Sint. son. ağı. deę. = \frac{Ham\ pelet\ ağırlığı - Nihai\ pelet\ ağırlığı}{Ham\ pelet\ ağırlığı} * 100 \quad (3.3)$$

II. % Açık porozite ve bulk yoğunluk: Şekil 2.33’den de görüleceği üzere; malzemenin dış yüzeyiyle bağlantısı olan ve içerisinden akışkan geçirebilen gözenekler, “açık porozite” olarak adlandırılmaktadır. Kapalı poroziteler ise açık porozitelerin tam tersine; malzemenin dış yüzeyine ulaşamayan, bir başka deyişle içinde kalan ve içerisinden akışkan geçiremeyen gözeneklerdir (Bkz. Şekil 2.33).

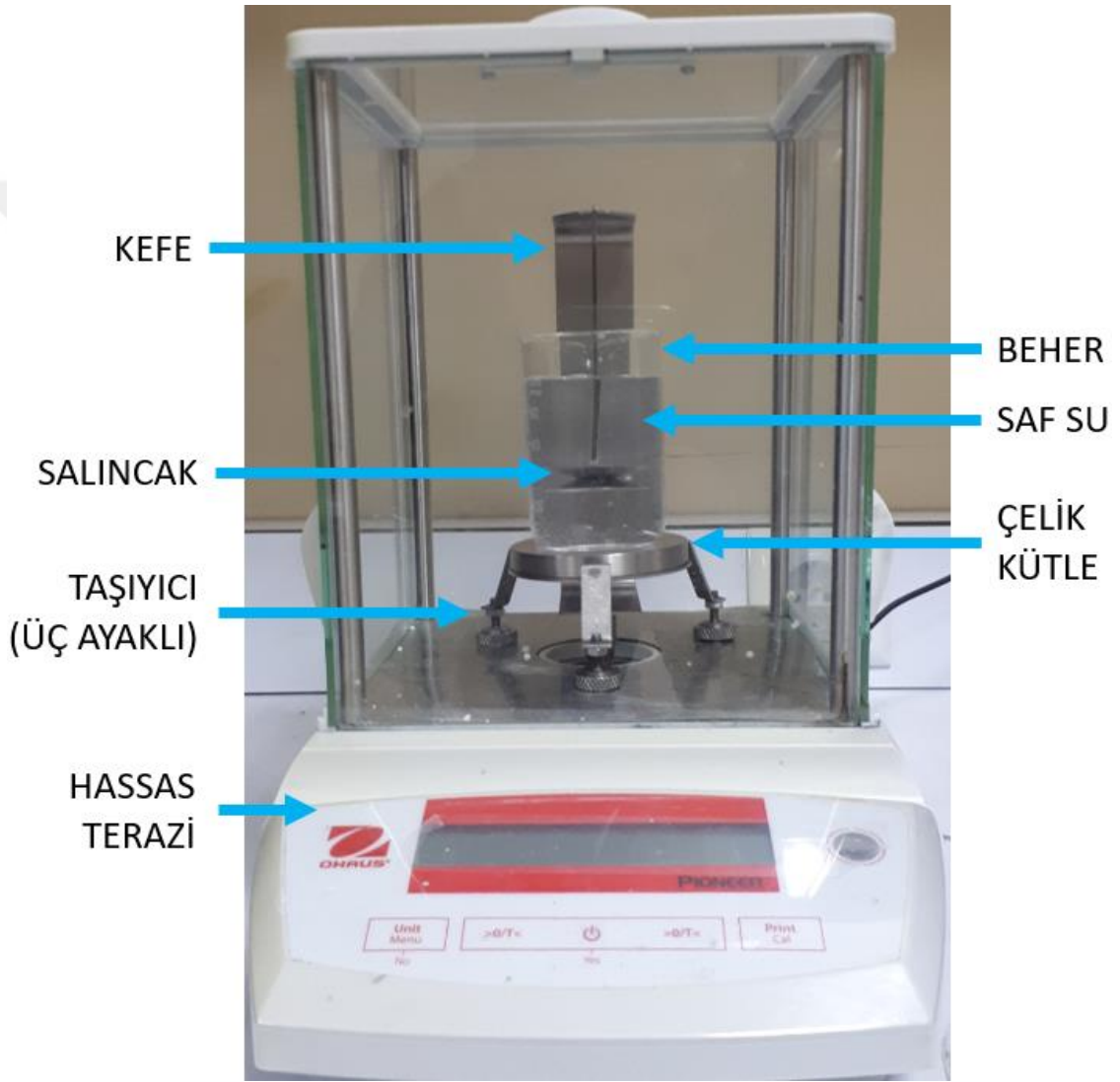
Açık poroziteler; normal şartlar altında, içerisinde hava barındırmakta ve malzeme hacminin artmasına neden olmaktadır. Açık porozite barındırmayan, yalnızca malzemenin kendisinin ve kapalı porozitelerinin hacmini içeren yoğunluk türü “bulk yoğunluk” adlandırılmaktadır.

% Açık porozite ve bulk yoğunluk ölçümlerinde aynı deney ekipmanları ve benzer deney prosedürleri kullanılmıştır. Nihai pelet kaynatma işleminde beher ve hot plate kullanılmıştır.

Isıtıcı olarak; HEIDOLPH marka, MR Hei Tec model hot plate kullanılmıştır. Maksimum 300°C’e kadar ısıtma kapasitesine sahip olup $\pm\%2$ doğruluk değerine sahiptir. Isıtıcı kabı olarak; ILMABOR TGI marka 1000 mililitre hacme sahip beher

kullanılmıştır. Beher, borosilikat camından üretilmiştir. Isıtıcı ortam olarak, saf su kullanılmıştır.

% Açık porozite ve bulk yoğunluk ölçümleri için OHAUS marka 80850045 model numaralı “yoğunluk tayin kiti”, ağırlık ölçümlerinde ise “3.1.1. Kompozisyon Tasarımı” bölümünde bahsedilen hassas terazi kullanılmıştır. Yoğunluk tayini kiti ve hassas terazi ikilisi Şekil 3.5’de gösterilmiştir.



Şekil 3.5. Yoğunluk tayin kitine ait ekipmanlar.

Sinterleme sonrası elde edilen nihai peletlerin, etüvdeki kurutma işleminden sonra ağırlıkları ölçülür (W_{kur}). Peletler saf su dolu 1000 mililitrelik beher içerisine atılır ve birbirlerine temas etmemesi sağlanır. İçi peletle doldurulmuş 1000 mililitrelik

beher ısıtıcı üzerine koyulur ve ısıtıcıya ait sıcaklık göstergesi 100°C'ye ayarlanarak saf suyun kaynaması beklenir. Kaynama sürecinin başlamasından itibaren, saf su yaklaşık bir saat süresince kaynatılır. Kaynama işlemi bitince, saf suyun oda sıcaklığına kadar düşmesi amacıyla; beher, laboratuvar ortamında bekletilir. Oda sıcaklığına düşürülmüş saf su bulunan 1000 mililitrelik beher içinden bir adet pelet alınıp, yoğunluk ölçüm kitine ait saf su içerisindeki salıncak üzerine yerleştirilerek ağırlık ölçümü yapılır. Bu, peletin saf su içerisindeki ağırlığıdır ve suyun kaldırma kuvvetinden yararlanılarak ölçüldüğünden dolayı “arşimet ağırlığı” olarak da adlandırılabilir ($W_{arşimet}$). Ardından, pelet su içerisinden çıkarılarak alt, üst ve yanal yüzeyleri; su emmeyen güderi bir bezle hafifçe silinerek yüzey nemi alınır. Hassas terazinin darası alınır ve pelet kefe üzerine koyularak ağırlığı ölçülür. Bu da, peletin hava ortamındaki yaş ağırlığıdır ($W_{yaş}$). Ölçülen tüm değerler; Eşitlik 3.4. ve Eşitlik 3.5. de yerlerine koyularak; % açık porozite ve bulk yoğunluğu (gr/cm^3) değerleri hesaplanır.

$$\% \text{ Açık Porozite} = \frac{W_{yaş} - W_{kuru}}{W_{yaş} - W_{arşimet}} * 100 \quad (3.4)$$

$$\text{Bulk Yoğunluk} \left(\frac{gr}{cm^3} \right) = \frac{W_{kuru}}{W_{yaş} - W_{arşimet}} \quad (3.5)$$

III. Civa porozimetresi: Civa porozimetresi, malzemenin sahip olduğu gözenek boyutu ve boyut dağılımının tespiti için kullanılmaktadır. Civa, malzemeyi ıslatmayan ve malzemeye reaksiyona girmeyen özelliğe sahiptir. Üzerine uygulanan basınç ile birlikte, malzeme içerisindeki gözeneklerin içine nüfuz edebilmektedir. Düşük basınçta büyük gözeneklere, daha yüksek basınçlarda ise ters orantılı olarak daha küçük gözeneklere doğru ilerler. Civa porozimetresi; bu prensibe dayanarak, farklı basınç seviyeleri kullanmak suretiyle gözenek boyutu ve gözenek boyut dağılımını karakterize etmektedir. Deneysel çalışmalarda; MICROMERITICS marka, AUTOPORE IV model civa porozimetresinden yararlanılmış olup Şekil 3.6'da gösterilmiştir. Teçhizat; 0,05 psia artış kademeleriyle, 0,2 psia ila 50 psia arasında kontrollü basınç üretebilmekte olup, ~0.003 μm ile ~ 1100 μm arasındaki gözenekleri ölçebilmektedir.



Şekil 3.6. MICROMERITICS marka, AUTOPORE IV model civa porozimetresi.

3.1.7.2. Faz analizi

I. XRD (X ışınları kırınımı): Her malzemenin kendisine ait bir kristal yapısı ve buna bağlı olarak atomsal dizilimi mevcuttur. Kristalin bir faza belirli bir dalga boyutunda X-ışını gönderildiğinde, ışın kristal kafes içinde belirli açılarda kırınıma uğrar. Her malzeme X-ışınını farklı açılarda kırınıma uğratmakta olduğundan dolayı, bu özellik malzemenin kendisine ait bir parmak izi sayılmaktadır. Bu durum, malzemenin faz yapısının karakterize edilebilmesini sağlamaktadır. XRD analizi esnasında; PANalytical marka, EMPYREAN model XRD cihazı kullanılmış olup, Şekil 3.7’de gösterimi yapılmıştır.



Şekil 3.7. PANalytical marka, EMPYREAN model XRD cihazı.

3.1.7.3. Mikrovapı ve elementel analiz

I. SEM (taramalı elektron mikroskobu) ve EDX (enerji dağılımlı x ışınları analizi): SEM’de bulunan elektron tabancası vasıtasıyla üretilen elektronlar, malzeme yüzeyine gönderilirler. Malzeme yüzeyinden geri saçılan elektronlar, dedektör vasıtasıyla yakalanıp işlenir ve böylelikle görüntü alma işlemi gerçekleştirilir. Bu işlem elektronların gaz atomlarından etkilenmemesi için vakum ortamında gerçekleştirilir. Elde edilen görüntü malzeme yüzeyinin onbinlerce kez büyütülebilen topografik resmidir.

EDX, SEM’den elde edilen bir görüntü üzerinde noktasal element analizi yapabilen bir ölçüm türüdür. SEM görüntüsü üzerinde istenilen herhangi bir noktaya elektron tabancası vasıtasıyla gönderilen yüksek enerjili elektronlar malzemeye ait atomun iç orbitallerinden elektron koparırlar. Dış orbitallerdeki yüksek enerjili elektronlar ise iç orbitallerdeki bu boşluğu doldurmaya çalışırlar. Bu süreç esnasında, elektronların sahip olduğu yüksek enerji nedeniyle bir ışıma gerçekleştirilir. Bu ışıma,

her bir element için farklı enerji seviyeleri ve dalga boylarında meydana geldiği için parmak izi niteliği taşır. Bu sayede, elementel analiz gerçekleştirilmiş olur.

Karakterizasyon sürecinde; ZEISS marka, SUPRA 40VP model taramalı elektron mikroskobu kullanılmış olup Şekil 3.8’de gösterimi yapılmıştır.

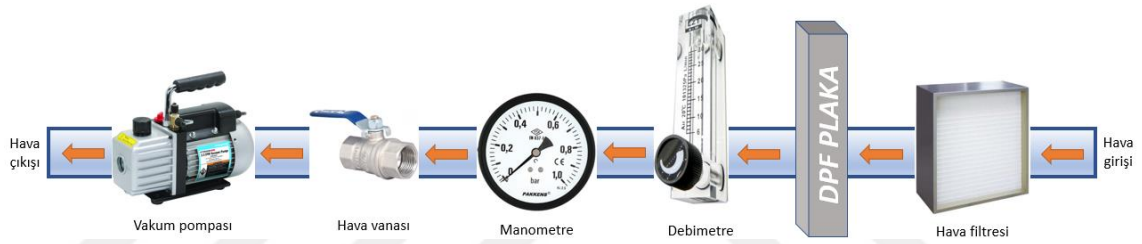


Şekil 3.8. ZEISS marka, SUPRA 40VP model taramalı elektron mikroskobu.

3.1.7.4. ΔP -Debi testi

Bir DPF’nin en önemli performans özelliklerinden bir tanesi, egzoz gazı akışı esnasında ön ve arka yüzeyi arasındaki basınç farklılığıdır ki (ΔP), bu değer için içten yanmalı bir dizel motorun performanslı olarak çalışabilmesi için minimum değerde olması gerekmektedir. Deneysel aşamada üretilen SiC kompozit plakaların sahip olduğu ΔP değeri de, filtreleme performansı açısından anlam taşımaktadır. Bu nedenle; 2018-01.BŞEÜ.03-01 no.lu “Dizel Partikül Filtresi Geliştirmek Üzere Üretilen Gözenekli SiC Parçaların Filtreleme Etkinliğini Belirleyecek Test Sistemi Tasarımı ve Geliştirilmesi” projesi kapsamında, “ ΔP -Debi Test Düzenegi” üretilmiş olup deneysel aşamada kullanımı sağlanmıştır. Şekil 3.9’da ΔP -Debi Test Düzenegi Sistemi’nin gösterimi yapılmıştır. Sistem vakum pompasıyla çalışmaktadır. Hava filtresinden geçerek temizlenen hava moleküllerinin DPF plaka kesitinden ilerlemesi ve manometre vasıtasıyla basınç değeri (ΔP) ölçümü yapılması, sistemin prensibidir. DPF plakanın

hava sızdırmazlığı, sıvı conta kullanılarak sağlanmıştır. Hava sızdırmazlığının yeteri miktarda sağlanabilirliğinin teyidi için de, sistemde bulunan debimetreden yararlanılmaktadır. Hava vanası kademeli vakum basıncı değişimi sağlanabilmesi için kullanılmaktadır.



Şekil 3.9. ΔP-Debi test düzeneği sistemi; üstteki resim: test düzeneği fotoğrafı, alttaki resim: sistem çalışma prensibinin şematik olarak gösterimi.

Test düzeneğinden elde edilen veriler, Eşitlik 3.6’da yerlerine koyularak numunenin deneysel k_1 darcy geçirgenliği hesaplanmıştır. Elde edilen deneysel değer, Eşitlik 3.7’den hesaplanan teorik k_1 darcy geçirgenliğiyle karşılaştırılmıştır.

$$\frac{P_i^2 - P_o^2}{2 P L} = \frac{\mu}{k_1} v_s \quad (\text{Innocentini, vd. 'den (2005)}) \quad (3.6)$$

$$k_1 = \frac{\varepsilon^3 d_p^2}{150 (1 - \varepsilon)^2} \quad (\text{Ergun, 1952; Innocentini, vd. 'den (2005)}) \quad (3.7)$$

(P_i : giriş basıncı (Pa), P_o : çıkış basıncı (Pa), P : mutlak basınç (Pa), L : numune kalınlığı (mm), μ : hava viskozitesi (Pa.sn), v_s : hava akış hızı (m/sn), ε : hacimsel boşluk (gözenek) oranı (%), d_p : eşdeğer gözenek çapı (μm), k_1 : darcy geçirgenliği (m^2))

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

Poroz SiC esaslı kompozitlerin malzeme üretim süreciyle ilgili deneysel aşamalar iki aşamada gerçekleştirilmiştir. Bunlar:

1) α -12, α -24, β -12, β -24 kompozisyonlarının hazırlanarak 1600°C tepe sıcaklığında, 120 dakika süreyle sinterlenmesi aşamasıdır. Başlangıç Si_3N_4 tozunun iğnesel tane gelişimine olan etkisini gözlemlemek amacıyla, reçetelerde α - Si_3N_4 ve β - Si_3N_4 tozu ayrı ayrı kullanılmış olup, kompozisyonlar sırasıyla α ve β olarak adlandırılmıştır. Bununla beraber; SiC partikül boyutunun gözenek yapısına etkisini gözlemlemek amacıyla, reçetelerde 12 μm 'luk SiC ve 24 μm 'luk SiC kullanılmış olup, kompozisyon adlandırmaları sırasıyla 12 ve 24 olarak numaralandırılmıştır. Fiziksel özelliklerin tespiti, mikroyapının incelenmesi, elementel ve faz analizlerin gerçekleştirilmesinden sonra arzu edilen sonuçların elde edildiği malzeme kompozisyonu (α -24) belirlenmiştir.

2) 1.aşamada belirlenen malzeme kompozisyonu (α -24) üzerinde özellik iyileştirilmesine yönelik reçete çalışmaları yapılarak; α -24 G, α -24 S reçeteleri meydana getirilmiştir. Grafit ilavesinin ve SiC'deki çift modlu tane boyutunun, gözenek yapısına ve iğnesel tane yapısına etkilerini gözlemlemek amacıyla, reçetelerde Grafit ve 0,9 μm 'luk SiC tozu ayrı ayrı kullanılmış olup, kompozisyonlar sırasıyla G ve S olarak adlandırılmıştır. α -24 G ve α -24 S kompozisyonları α -24'le beraber; 1500°C'da 60 dakika, 1525°C'da 60 dakika, 1550°C'da 60 dakika, 1575°C'da 60 dakika, 1600°C'da 60 dakika şartlarında sinterlenmiş ve α -24'ün 1.aşamadaki sinterleme şartlarıyla (1600°C tepe sıcaklığında 120 dakika süre) olan farklılıkları karşılaştırılmıştır. Karakteristik ilişkiler; fiziksel özelliklerin tespiti, mikroyapının incelenmesi, elementel ve faz analizleriyle belirlenmiştir.

Deneysel süreçte elde edilen tüm veriler EK-1'de, civa porozimetresiyle elde edilen tüm veriler ise EK-2 ve EK-3'de tablo halinde sunulmuştur. Grafiklerin çiziminde ve veri analizlerinde, MINITAB® Release 14.1 İstatistiksel Yazılımı ve Excel programı kullanılmıştır. Sütun grafiklerin üzerindeki çember şeklindeki semboller aritmetik ortalama değeri, çemberin altındaki ve üstündeki yatay çizgiler ise $\pm$ standart sapma değerini temsil etmektedir.

Elde edilen verilerin birbiriyle arasında ilişki olup olmadığını, ilişki var ise hangi tipte olduğunu belirleyebilmek amacıyla, “Serpilme Diyagramları” ve “Matris Diyagramlar”dan yararlanılmıştır. Diyagramlardan elde edilen istatistiki analizlerin reel bilgiler verebilmesi amacıyla; diyagramlar, deneysel ve karakterizasyon aşamalarının tümünde elde edilen bütün verilerin kullanılmasıyla oluşturulmuşlardır.

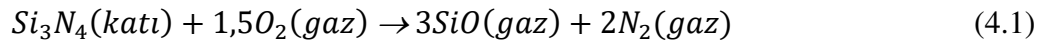
4.1. 1600°C’de 120 Dakika Sinterleme Çalışmaları

4.1.1. Sinterleme sonrası ağırlık değişimi – açık porozite oranı – bulk yoğunluk tayinleri

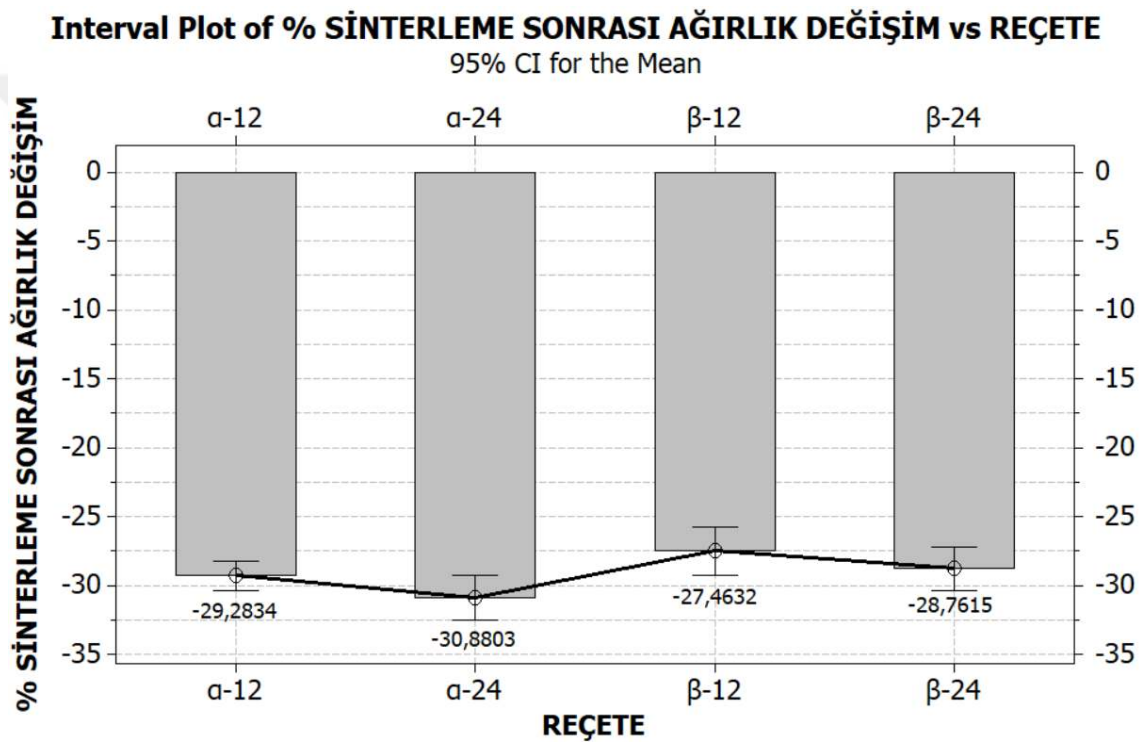
1600°C’de 120 dakika bekleme süresiyle yapılan sinterleme işlemi sonrasında, laboratuvar koşulları altında; “% sinterleme sonrası ağırlık değişimi”, “% açık porozite oranı”, “bulk yoğunluk (gr/cm³)” tespiti için deneysel testler gerçekleştirilmiştir.

“% Sinterleme sonrası ağırlık değişimi” ölçümü sonrasında; α -12 kompozisyonunun %27,69 - %30,51 arasında, α -24 kompozisyonunun %28,06 - %32,23 arasında, β -12 kompozisyonunun %26,00 - %30,67 arasında, β -24 kompozisyonunun %27,48 - %30,85 arasında ağırlık kaybına uğradığı tespit edilmiştir. α -12 kompozisyonunun ortalama %29,28, α -24 kompozisyonunun ortalama %30,88, β -12 kompozisyonunun ortalama %27,46, β -24 kompozisyonunun ortalama %28,77 ağırlık kaybı değerine sahip olduğu gözlemlenmiş olup ortalama değerlere ait grafik Şekil 4.1’te sunulmuştur.

Ağırlık kaybına sebep olan birinci faktörün, Si₃N₄’ün uğradığı aktif oksidasyon reaksiyonundan (Bkz. Eşitlik 4.1) kaynaklandığı düşünülmektedir. Eşitlik 4.1’den de görüleceği üzere; Si₃N₄’ün bir kısmı, sıcaklık artışıyla birlikte O₂ gazıyla etkileşime girip SiO gazı ve N₂ gazı şeklinde malzeme bünyesinden uzaklaşarak kütle kaybına neden olmaktadır (Bocanegra-Bernal, vd., 2012). Bilindiği üzere; sinterleme esnasında redüktif ortam oluşturmak amacıyla fırın içine sürekli olarak N₂ gazı akışı sağlanmıştır. Aktif oksidasyon reaksiyonunun gerekli girdisi olan O₂’nin, preslenmiş toz tanelerinin arasında kalarak sinterleme öncesinde N₂ gaz akışıyla süpürülemeyen havadan geldiği tahmin edilmektedir.



Ağırlık kaybına sebep olan ikinci faktörün ise kompozit malzeme kompozisyonuna dahil edilen CaF_2 'den kaynaklandığı düşünülmektedir. Ekstrom'a (1993) göre ve Genson vd.'e (2007) göre; yapıda bulunan F (Flor), SiF_4 gazı formunda malzeme yapısından buharlaşarak kütle kaybına sebep olmaktadır (Çalış Açıkbaz, 2009). CaF_2 miktarının ağırlık kaybıyla doğru orantılı olmasının nedeni, sinterleme sıcaklığının artışıyla beraber CaF_2 'nin parçalanmasıyla açığa çıkan F (Flor) gazının, kompozisyonda bulunan Si_3N_4 ve SiC 'le kimyasal reaksiyona girerek SiF_4 buharı formunda yapıdan uzaklaşması ve bunun da kütle kaybına sebep olması olabilir.

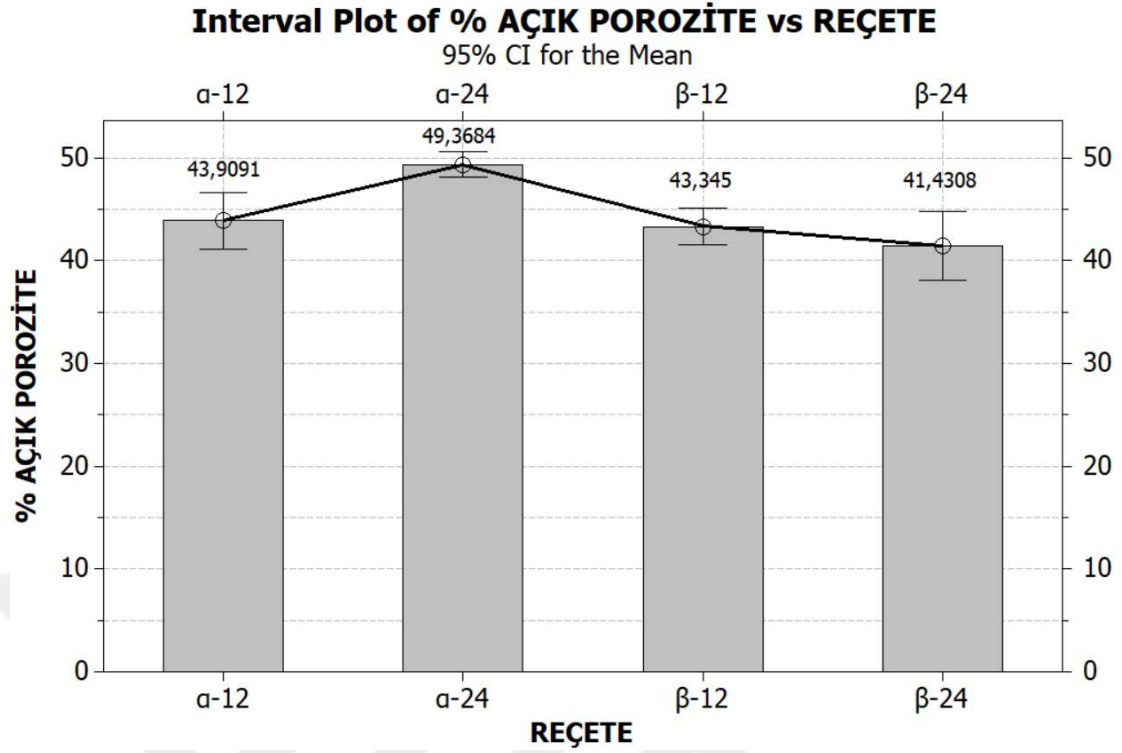


Şekil 4.1. 1600°C'de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen, kompozisyonlara göre % sinterleme sonrası ağırlık değişim ortalaması grafiği.

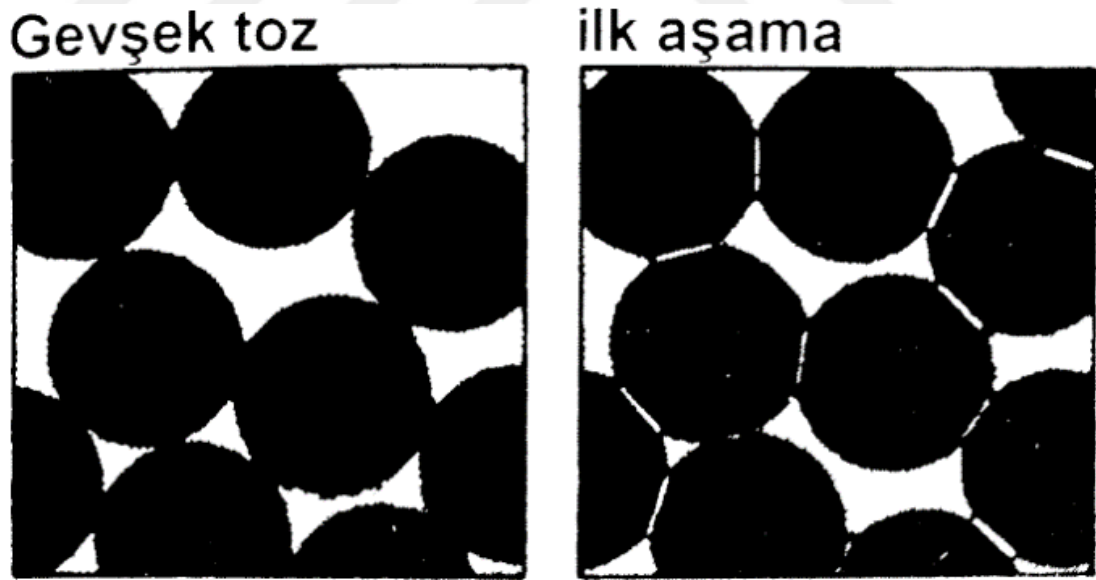
“% Açık porozite” ölçümü sonrasında; α-12 kompozisyonunun %40,79 - %47,72 arasında, α-24 kompozisyonunun %48,07 - %51,46 arasında, β-12 kompozisyonunun %40,79 - %44,77 arasında, β-24 kompozisyonunun %37,03 - %45,21 arasında açık porozite içerdiği tespit edilmiştir. α-12 kompozisyonunun ortalama %43,91, α-24 kompozisyonunun ortalama %49,37, β-12 kompozisyonunun ortalama %43,35, β-24 kompozisyonunun ortalama %41,43 açık porozite değerine sahip olduğu gözlemlenmiş olup ortalama değerlere ait grafik Şekil 4.2'de sunulmuştur.

Sinterleme sonrası α reçetelerindeki açık porozite oranlarının β 'lara göre daha fazla gerçekleştiği gözlemlenmektedir.

α -SiC, deneysel çalışmada üretilen kompozit malzemenin matris (ana) malzemesi olup Çizelge 2.4'ten de görüleceği üzere dekompozisyon sıcaklığı yüksektir (1 atm'de yaklaşık 2545°C). Deneysel çalışmada 1600°C'ye kadar çıkılmış olup, bu sıcaklık, Şekil 4.3'den de görüleceği üzere SiC tanelerinin yoğunlaşma gerçekleşmeden aralarında açık gözenek oluşturacak şekilde bağlanabilmesine olanak tanımaktadır. Kompozisyonlarda SiC dekompozisyon sıcaklığını düşürebilecek veya tanelerin birbirine boyun vererek yoğunlaşmayı sağlayacak herhangi bir malzeme kullanılmamıştır. SiC taneleri arasındaki bağlanmanın yapısı, gözenek yapısını açık poroziteden (gözenek kanalından) kapalı poroziteye doğru değiştirebilmektedir (Bkz. Şekil 4.3). SiC tanelerinin birbirine bağlanabilmesi amacıyla kompozisyonlarda Si_3N_4 ve ilaveleri kullanılmıştır. Si_3N_4 taneleri iğnemsî şekile sahip olup, SiC taneleri arasında kalan boşlukların etrafında bulunmaktadır. İğnemsî tanelerin gereğinden fazla miktarda olması, gözeneklerin birbirine bağlanmasıyla oluşan akışkan kanalları içerisinde tıkanma durumu meydana getirebilir. Çünkü; Si_3N_4 miktarının artmasıyla beraber açık gözenek kanalları içerisindeki iğnemsî taneler arası köprüleme miktarı artacak ve bu da doğal olarak gözenek kanallarının tıkanma eğilimini yükseltecektir. Bu durumdan dolayı; açık porozitelerin bir kısmının, kapalı porozitelere veya içerisinde akış gerçekleşmeyen mürekkep şişesi gözeneklerine dönüşebileceği tahmin edilmektedir. Buradan yola çıkılarak, Si_3N_4 'ün kompozisyonlarda gereğinden fazla miktarda kullanıldığı düşünülmektedir.



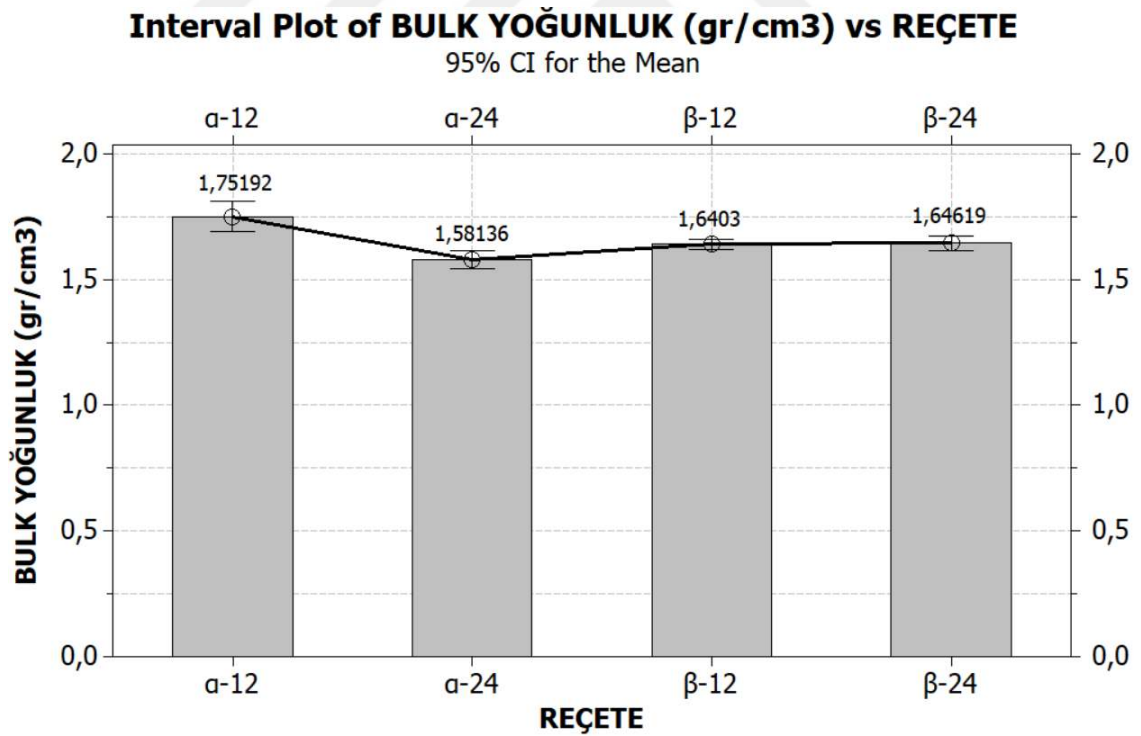
Şekil 4.2. 1600°C’de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen, kompozisyonlara göre % açık porozite ortalaması grafiği.



Şekil 4.3. Sinterlemeden önce preslenmiş gevşek toz tanelerinin (siyah renk) görünümü (sol), sinterleme sırasında toz tanelerinin birbirine bağlanmaya başlayarak açık ve kapalı gözenek yapısını (beyaz renk) meydana getirmeye başlaması (sağ) (German, 2014).

“Bulk yoğunluğu” ölçümü sonrasında; α-12 kompozisyonunun 1,7035 – 1,8479 gr/cm³ arasında, α-24 kompozisyonunun 1,5232 – 1,6239 gr/cm³ arasında, β-12

kompozisyonunun $1,6185 - 1,6714 \text{ gr/cm}^3$ arasında, β -24 kompozisyonunun $1,6179 - 1,6838 \text{ gr/cm}^3$ arasında bulk yoğunluğu değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. α -12 kompozisyonunun ortalama $1,7519 \text{ gr/cm}^3$, α -24 kompozisyonunun ortalama $1,5814 \text{ gr/cm}^3$, β -12 kompozisyonunun ortalama $1,6403 \text{ gr/cm}^3$, β -24 kompozisyonunun ortalama $1,6419 \text{ gr/cm}^3$ bulk yoğunluk değerine sahip olduğu gözlemlenmiş olup ortalama değerlere ait grafik Şekil 4.4’de sunulmuştur. Sinterleme sonrası β reçetelerindeki bulk yoğunluğu değerlerinin birbirine yakın olduğu, α -12 reçetesinin β ’lara göre yüksek, α -24 reçetesinin β ’lara göre düşük bulk yoğunluğuna sahip olduğu gözlemlenmektedir. Şekil 4.5’de sunulan % ağırlık değişimi, % açık porozite ve bulk yoğunluğu (gr/cm^3) özelliklerinin birbiriyle ilişkilerini ortaya koyan matris diyagram incelendiğinde; bulk yoğunluğunun % ağırlık değişimiyle doğru orantılı, bulk yoğunluğunun % açık poroziteyle ters orantılı, % açık porozitenin ise % ağırlık değişimiyle ters orantılı ilişkisi olduğu tespit edilmiştir.



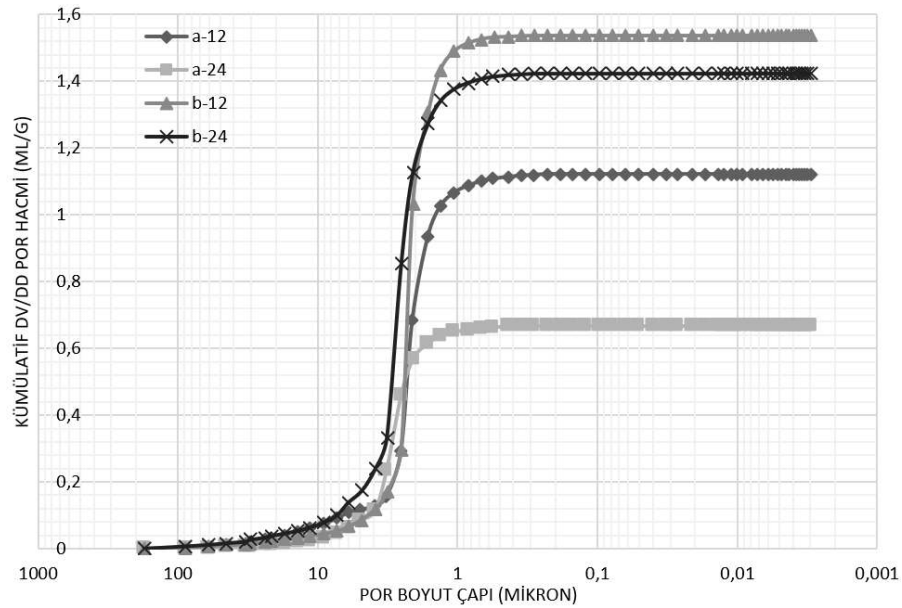
Şekil 4.4. 1600°C’de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen, kompozisyonlara göre bulk yoğunluğu grafiği.

kompozisyonların birbirine yakın porozite boyut dağılımlarına sahip olduğu anlaşılmaktadır. Bununla beraber; Şekil 4.7'deki grafikten de görüleceği üzere, ortalama gözenek boyutu (d_{50}) arttıkça, porozite boyut dağılımının da doğru orantılı olarak artış eğilimine girmek suretiyle genişlediği tespit edilmiştir.

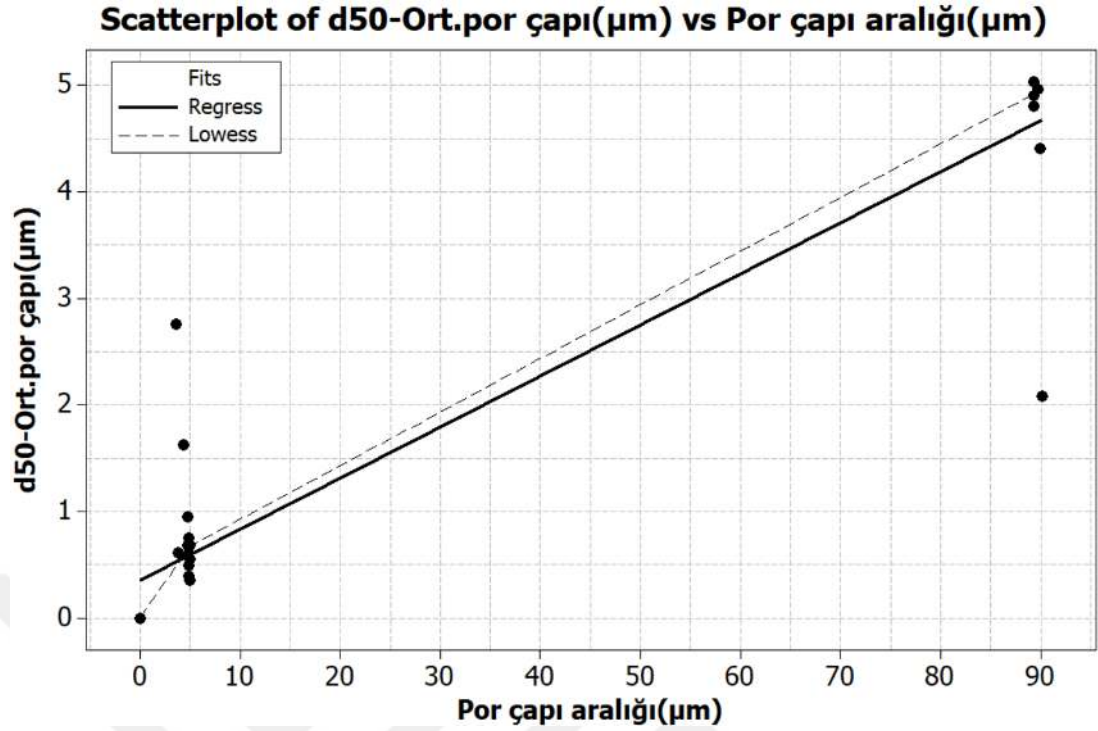
Kompozisyonlar arasındaki d_{50} ve por boyut dağılımını etkileyen temel faktörlerin; α - Si_3N_4 miktarı, β - Si_3N_4 miktarı olduğu tahmin edilmektedir.

Si_3N_4 , kompozit malzeme yapısının matris kısmını oluşturan SiC tanelerini birbirine bağlamak ve iğnemsî tane gelişimini sağlamak amacıyla katılan takviye malzemesidir. Şekil 4.8'deki SEM görüntülerinden de anlaşılabacağı üzere; deneysel çalışmalarda kullanılan β - Si_3N_4 tozunun tane boyutunun α - Si_3N_4 'e göre daha yüksek olduğu gözlemlenmektedir. Ayrıca buradaki görüntüler tane şekli açısından değerlendirildiğinde; β - Si_3N_4 toz tanelerinin sahip olduğu prizmatik şekilli ve aspect oranının α - Si_3N_4 'a göre daha yüksek olduğu, α - Si_3N_4 'ün ise eş eksenli ve küresele yakın şekile sahip olduğu anlaşılmaktadır. ImageJ yazılımıyla SEM görüntüleri üzerinde gerçekleştirilen, resimdeki pixel sayısı referans alınarak yapılan tane boyutu ölçümlerinde; α - Si_3N_4 toz partikül boyutunun yaklaşık $0,2 \mu\text{m} - 0,6 \mu\text{m}$ arasında, β - Si_3N_4 toz partikül boyutunun yaklaşık $0,7 \mu\text{m} - 1,3 \mu\text{m}$ arasında olduğu tespit edilmiştir. Yapılan bu gözleme göre; β - Si_3N_4 partikül boyutunun, α - Si_3N_4 'e göre ~%40 daha yüksek olduğu değerlendirilmektedir. β - Si_3N_4 miktarının artmasıyla doğru orantılı olarak d_{50} 'nin yükselme eğilimi ve gözenek boyut dağılımının genişleme eğilimi göstermesinin sebeplerinin biri de bu olduğu tahmin edilmektedir. Zira; bu durum nedeniyle; β - Si_3N_4 , α - Si_3N_4 'e göre SiC taneleri arasında daha yüksek boşluk ve bağlanma mesafeleri oluşturabilir. Deneysel çalışmalarda ulaşılan maksimum sinterleme sıcaklığı 1600°C 'dir. α - Si_3N_4 , 1410°C 'in üzerindeki sıcaklıklarda β - Si_3N_4 kristal yapısına dönüşmektedir (Mandal ve Thompson, 1993: Çalış Açıkbaş'tan (2009)). Sinterleme esnasında, α - Si_3N_4 'ün SiC tanelerini, β - Si_3N_4 'e göre daha iyi bağlamasının yattığı düşünülmektedir. Çünkü β - Si_3N_4 'ün reaktivitesi düşüktür. Bununla beraber α - $\text{Si}_3\text{N}_4 \rightarrow \beta$ - Si_3N_4 dönüşümü sırasında yoğunlaşma gerçekleşmektedir. Ayrıca; faz dönüşümü gösteremeyen α - Si_3N_4 tanelerinin, gerek β - Si_3N_4 'e göre daha düşük tane boyutuna sahip olması, gerekse β - Si_3N_4 gibi prizmatik değil eşeksenli şekle sahip olması sebebiyle SiC taneleri arasındaki bağlanma mesafelerini azaltarak gözenek

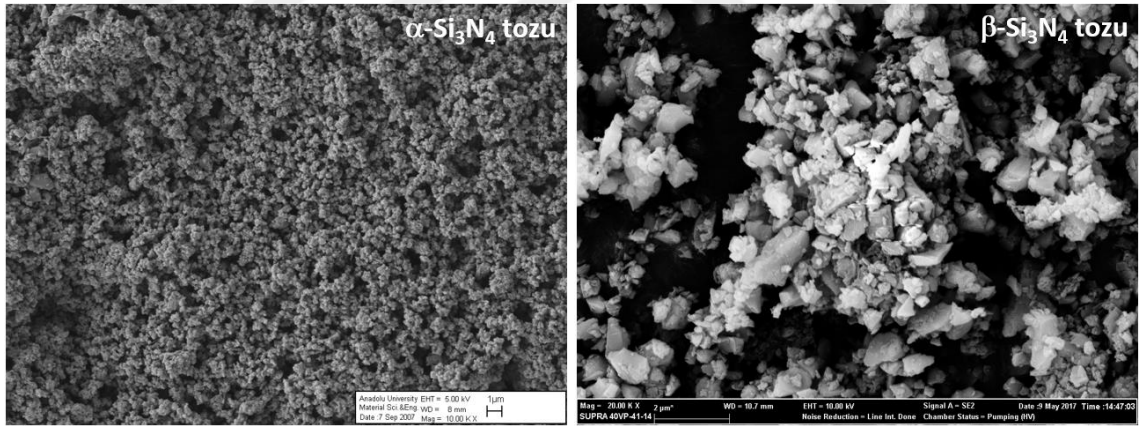
boyutlarını düşürdüğü düşünülmektedir. Grafiklerin eğilim yönlenmelerindeki anahtar rol, $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4 \rightarrow \beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ faz dönüşümüne aittir. $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4 \rightarrow \beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ dönüşümü sırasında atomlar arası bağlar kırılarak kristal yapısının yeniden yapılanması söz konusu olup dönüşümün bağlı olduğu kriterler; sinterleme katkı malzemesinin türü, sıvı fazın viskozitesi ve miktarıdır (Mandal ve Thompson, 1993: Çalış Açıkbaz'tan (2009)). Si_3N_4 'le beraber; sinterleme katkı malzemesi yeteri miktarda veya hiç kullanılmadığı sürece, tanelerin yeniden düzenlenmesiyle yoğun malzemelerin elde edilmesi mümkün değildir, ancak katkı malzemesi miktarı %7-15 arasında ise sıvı faz yoğunlaşma sağlayabilir (Motek, 1998: Çalış Açıkbaz'tan (2009)). Gerek DPF'nin filtrasyon için gözenekli yapıda olması, gerekse DPF gözenek kanalları içinde iğnesel tane oluşturabilmek amacıyla sinterleme esnasında yoğunlaşma olmaması gereklidir. Sinterleme sonunda poroz malzeme elde edebilmek amacıyla; deneysel çalışmalarda tüm kompozisyonlarda, sıvı faz oluşturucuları olan $\text{CaF}_2 + \text{Y}_2\text{O}_3 + \text{Sm}_2\text{O}_3$ toplamı %0,6'nın altında kullanılmıştır. CaF_2 , Y_2O_3 ve Sm_2O_3 ; Si_3N_4 ve AlN gibi nitrür tozlarının yüzeyinde bulunan oksit tabakası ile ötektik reaksiyon gerçekleştirerek düşük ergime sıcaklıklarına sahip sıvı faz oluşturmaktadırlar ve bu reaksiyon kompozisyona bağlı olarak $1100^\circ\text{C} - 1500^\circ\text{C}$ arasında meydana gelmektedir (Motek, 1998: Çalış Açıkbaz'tan (2009)).



Şekil 4.6. Civa porozimetresiyle elde edilen gözenek boyut dağılımı grafiği



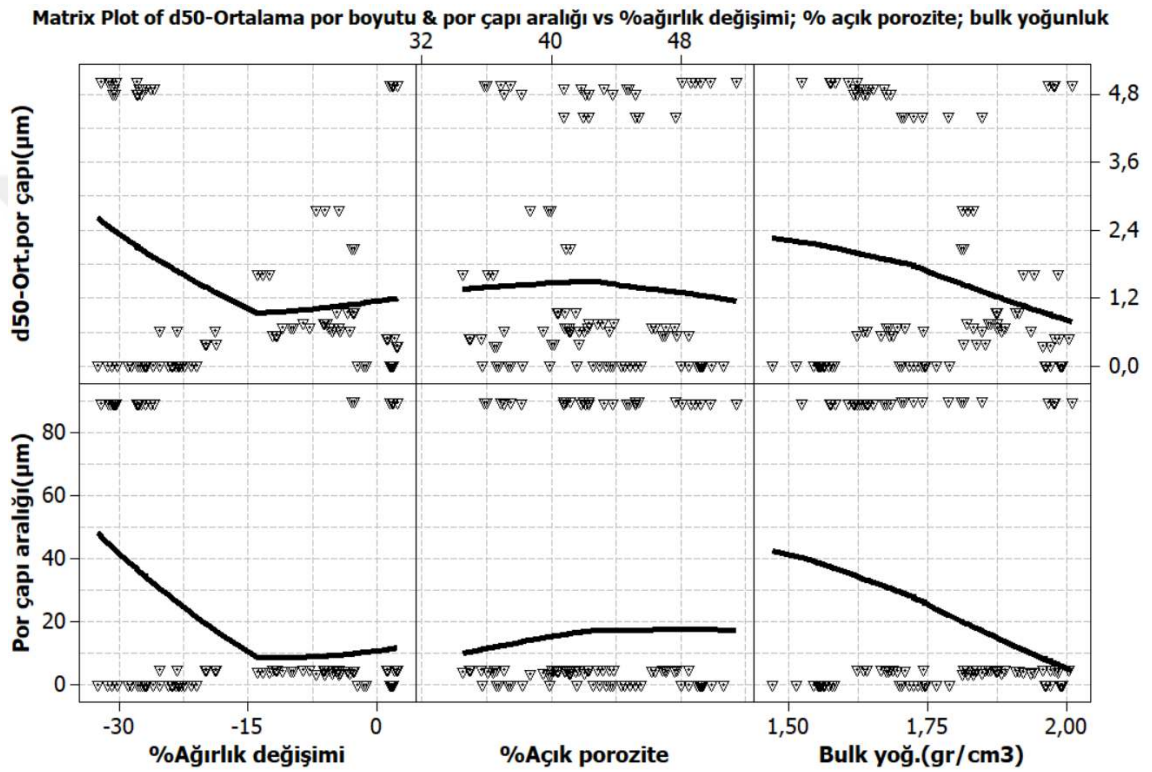
Şekil 4.7. Ortalama gözenek boyutunun (d_{50}), porozite boyut dağılımıyla beraber ilişkisini ortaya koyan serpilme diyagramı.



Şekil 4.8. Deneyisel çalışmalarda kullanılan; eşeksenli tanelere sahip α - Si_3N_4 tozunun 10000 kez büyütme (solda) ve prizmatik tanelere sahip β - Si_3N_4 tozunun 20000 kez büyütme (sağda) SEM (taramalı elektron mikroskop) görüntüleri.

Şekil 4.9'daki matris diyagramlarından görüleceği üzere; ortalama gözenek boyutu arttıkça (d_{50}) ve porozite boyut dağılımı (μm) genişledikçe, bulk yoğunluğunun ters orantılı olarak azalma eğilimi gösterdiği, ağırlık kaybının ise ters orantılı olarak yaklaşık %32,62'den %13,86'ya kadar olan aralıkta düşme eğilimine girdiği gözlemlenmiştir. Bunun yanında %13,86'dan %0'a kadar olan ağırlık kaybı değerlerinin

ve %0'dan sonraki ağırlık kazanımı değerlerinin, ortalama gözenek boyutu (d_{50}) ve porozite boyut dağılımı (μm) değerlerini hemen hemen etkilenmediği tespit edilmiştir. Buradan yola çıkılarak; ortalama gözenek boyutu (d_{50}) ve porozite boyut dağılımı (μm) özelliklerinin etkilenmesindeki ilk ve en önemli rolü bulk yoğunluğunun, ikinci rolü ise belirli bir değere kadar ağırlık kaybının (%32,6191'den %13,8539'a kadar) oynadığı tespit edilmiştir.



Şekil 4.9. Ortalama gözenek boyutu (d_{50}) ve porozite boyut dağılımı (μm) özelliklerinin; % ağırlık değişimi, % açık porozite ve bulk yoğunluğu (gr/cm^3) özellikleriyle birlikte ilişkilerini ortaya koyan matris diyagram.

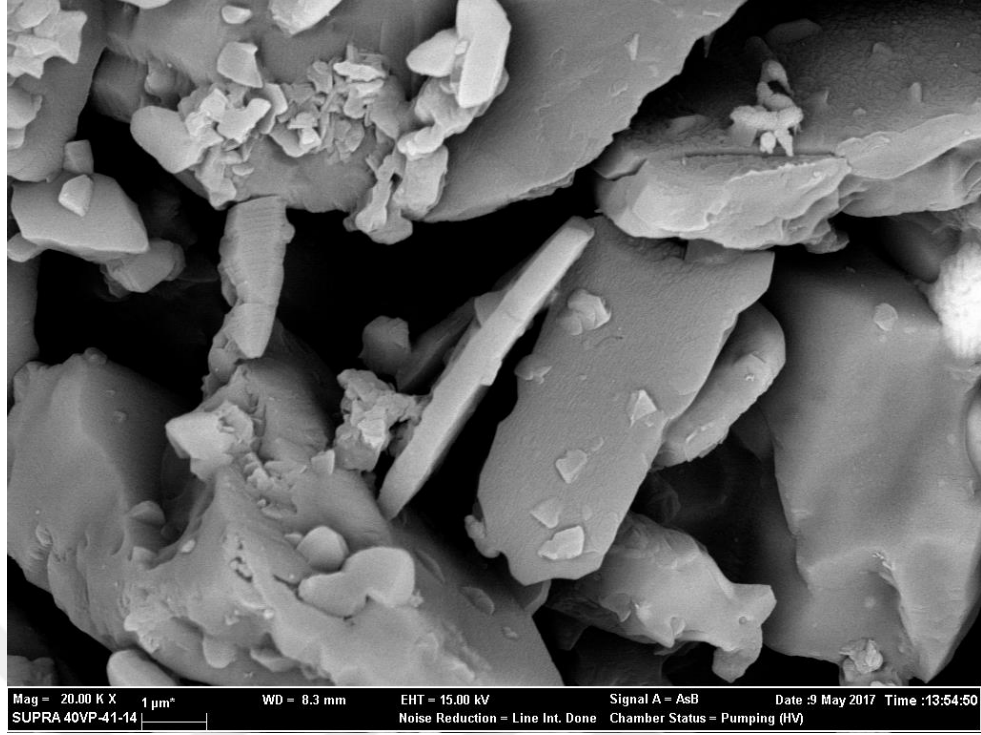
4.1.3. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapı karakterizasyonu

1600°C tepe sıcaklığında 120 dakika boyunca sinterlenmiş numunelerin 20000 kez büyütme taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüleri; β -12 kompozisyonu için Şekil 4.10'da, β -24 kompozisyonu için Şekil 4.11'de, α -12 kompozisyonu için Şekil 4.12'de, α -24 kompozisyonu için Şekil 4.13'de sunulmuştur. "3. Deneyisel Çalışmalar" bölümünde de bahsedildiği üzere; iğnemsî kristallerin; DPF'nin gözenek kanalları içerisinde yüzey alanını artırarak partikül temas oranını artırdığı, filtre yüzeyinde ise

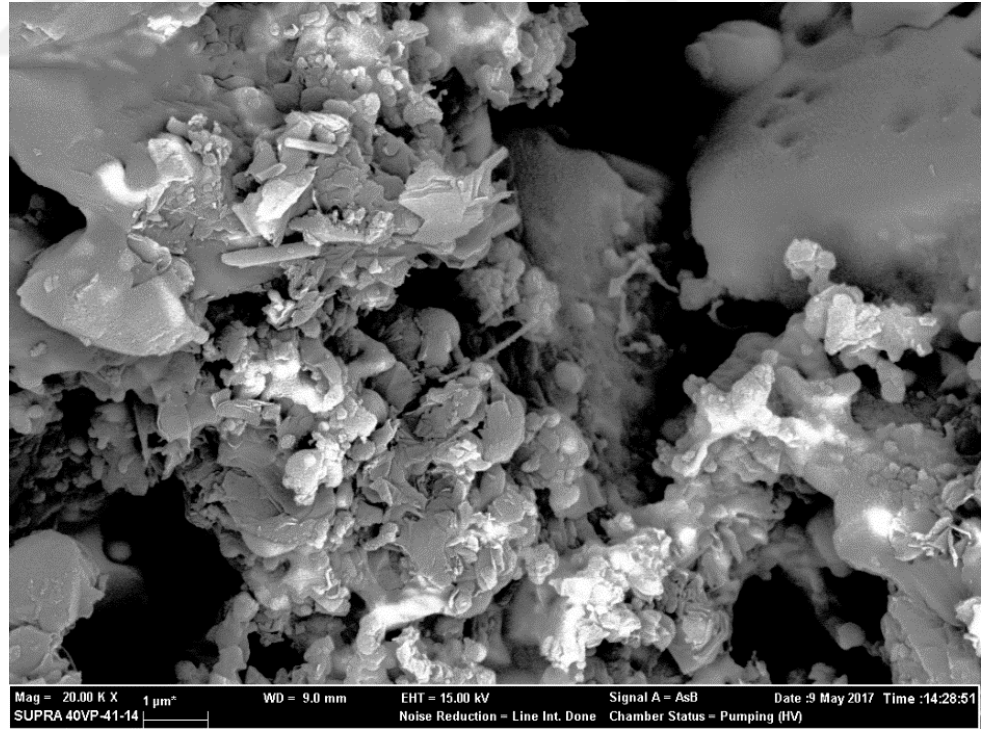
partikül paketlenme yoğunluğunu düşürerek akış geçirgenliğini yükselttiği bildirilmiştir (Steawart, vd. (2010)). Yüksek Lisans Tezi'nin özgün ve inovatif yön sergileyebilmesi amacıyla; iğnensi tanelerin gelişebileceği β -12, β -24, α -12 ve α -24 kompozisyonları meydana getirilmiştir. Şekil 4.10, Şekil 4.11, Şekil 4.12 ve Şekil 4.13'de sunulan SEM görüntülerinden anlaşılabacağı üzere; β -12 ve β -24 kompozisyonlarında iğnensi tane gelişiminin olmadığı, α -12 ve α -24 kompozisyonunda ise umut verici olarak iğnensi tane gelişiminin gerçekleştiği görülmektedir. Oluşan iğnensi tanelerin α -12 kompozisyonunda az miktarda, α -24 kompozisyonunda ise çok miktarda geliştiği gözlemlenmiştir. ImageJ yazılımıyla SEM görüntüleri üzerinde gerçekleştirilen, resimdeki pixel sayısı referans alınarak yapılan iğnensi tanelerin boyut ölçümlerinde; α -12 kompozisyonuna ait iğnensi tane boyunun ortalama $1,2 \mu\text{m}$ ve çapının ortalama $0,2 \mu\text{m}$, α -24 kompozisyonuna ait iğnensi tane boyunun ise ortalama $1,4 \mu\text{m}$ ve çapının ise $0,2 \mu\text{m}$ olduğu tespit edilmiştir. Yapılan bu tespiti göre; kompozisyonların iğnesel tane çap değerlerinin yaklaşık olarak aynı olduğu, iğnesel tane boyu değerlerinin ise yaklaşık olarak birbirine çok yakın olduğu gözlemlenmektedir. İğnesel tane oluşumunun; Si_3N_4 'ün $\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{Sm}_2\text{O}_3 + \text{CaF}_2$ üçlüsüyle arasındaki etkileşimler sonucunda meydana gelen buharlaşma – yoğunlaşma mekanizmasıyla gerçekleştiği düşünülmektedir. Sinterleme sonunda poroz malzeme elde edebilmek amacıyla; deneysel çalışmalarda tüm kompozisyonlarda, sıvı faz oluşturucuları olan $\text{CaF}_2 + \text{Y}_2\text{O}_3 + \text{Sm}_2\text{O}_3$ toplamı %0,6'nın altında kullanılmıştır. CaF_2 , Y_2O_3 ve Sm_2O_3 ; Si_3N_4 ve AlN gibi nitrür tozlarının yüzeyinde bulunan oksit tabakası ile ötektik reaksiyon gerçekleştirerek düşük ergime sıcaklıklarına sahip sıvı faz oluşturmaktadırlar (Motek, 1998: Çalış Açıkbaz'tan (2009)). Sm_2O_3 'in içerdiği Sm^{+3} katyonunun iyon boyutu, Y_2O_3 'in içerdiği Y^{+3} katyonunun iyon boyutundan büyüktür (Sun, vd. 1995: Çalış Açıkbaz'tan (2009)). Bu sebeple; Sm_2O_3 'in Si_3N_4 'le oluşturduğu ötektik reaksiyonun oluşum sıcaklığı (1340°C), Y_2O_3 'in Si_3N_4 'le oluşturduğu ötektik reaksiyonun oluşum sıcaklığına göre (1500°C) düşüktür (Sun, vd. 1995 – Izhevskiy, vd. 2000: Çalış Açıkbaz'tan (2009)). Bu iki durum fiberimsi tane gelişimini teşvik etmektedir (Çalış Açıkbaz, 2009).

Şekil 4.10 ve Şekil 4.11'den de anlaşılabacağı üzere β -12 ve β -24 kompozisyonlarında iğnesel tane oluşumunun meydana gelmediği gözlemlenmiştir. α -

12 ve α -24 kompozisyonlarında α - Si_3N_4 , β -12 ve β -24 kompozisyonlarında β - Si_3N_4 başlangıç malzemesi olarak kullanılmıştır. Şekil 4.8'deki SEM görüntülerinden de anlaşılacağı üzere; deneysel çalışmalarda kullanılan β - Si_3N_4 tozunun tane boyutunun α - Si_3N_4 'e göre daha yüksek olduğu gözlemlenmektedir. Ayrıca buradaki görüntüler tane şekli açısından değerlendirildiğinde; β - Si_3N_4 toz tanelerinin sahip olduğu prizmatik şekilli ve aspect oranının α - Si_3N_4 'e göre daha yüksek olduğu, α - Si_3N_4 'ün ise eş eksenli ve küresele yakın şekile sahip olduğu anlaşılmaktadır. ImageJ yazılımıyla SEM görüntüleri üzerinde gerçekleştirilen, resimdeki pixel sayısı referans alınarak yapılan tane boyutu ölçümlerinde; α - Si_3N_4 toz tane boyutunun yaklaşık $0,2 \mu\text{m} - 0,6 \mu\text{m}$ arasında, β - Si_3N_4 toz tane boyutunun yaklaşık $0,7 \mu\text{m} - 1,3 \mu\text{m}$ arasında olduğu tespit edilmiştir. Yapılan bu gözleme göre; β - Si_3N_4 tane boyutunun, α - Si_3N_4 'e göre $\sim 40\%$ daha yüksek (daha kaba) olduğu değerlendirilmektedir. Emoto ve Mitomo'ya (1997) göre; Si_3N_4 tanelerinin çözünürlüğü tane boyutuna, tane şekline ve kristal yapısına bağlı olup α - Si_3N_4 tanelerinin sıvı faz içerisindeki çözünürlüğü yüksek, β - Si_3N_4 tozu ise yüksek sıcaklıklarda kararlı olduğundan çözünürlüğü düşüktür (Emoto ve Mitomo 1997: Çalış Açıkbaz (2009)). β - Si_3N_4 tozu kaba ve kararlı olması nedeniyle sıvı fazda çözünmemekte, çekirdekleyici rolünü üstlenerek iğnemi tane gelişimini bloke etmektedir (Çalış Açıkbaz, 2009). Bu sebeple; β -12 ve β -24 kompozisyonlarında iğnesel tane oluşumunun meydana gelmemesinin nedeninin, bu kompozisyonlarda başlangıç malzemesi olarak kullanılan β - Si_3N_4 tozunun kaba boyutlu, prizmatik şekilli ve kararlı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



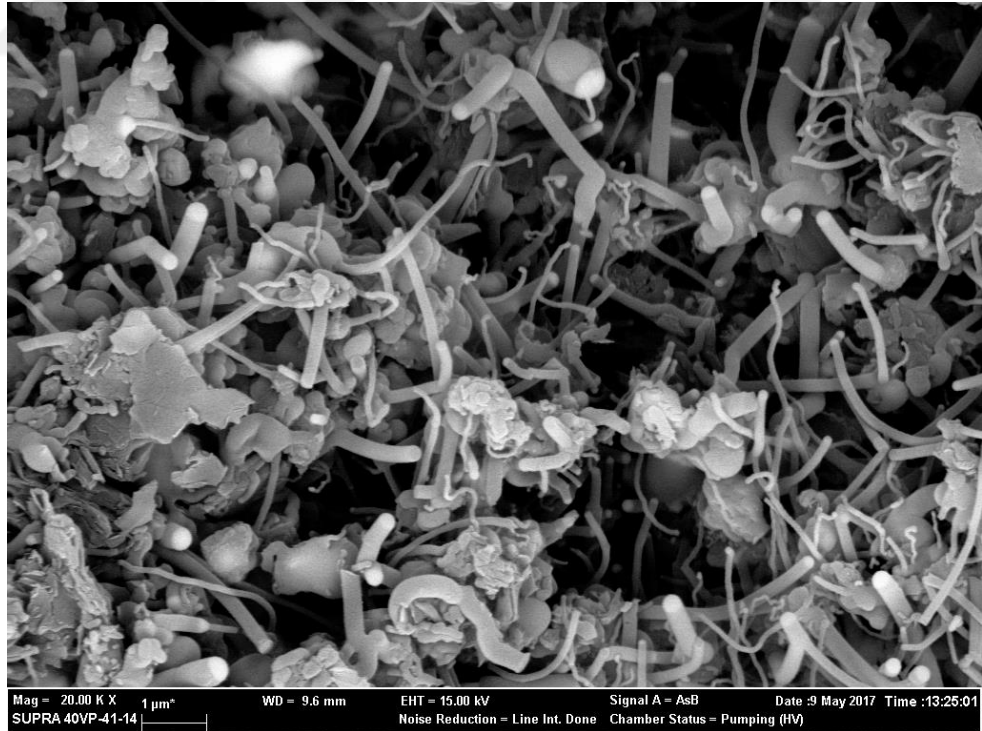
Şekil 4.10. 1600°C tepe sıcaklığında 120 dakika boyunca sinterlenmiş β -12 kompozisyonunun 20 000 kez büyütme taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüsü.



Şekil 4.11. 1600°C tepe sıcaklığında 120 dakika boyunca sinterlenmiş β -24 kompozisyonunun 20 000 kez büyütme taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüsü.



Şekil 4.12. 1600°C tepe sıcaklığında 120 dakika boyunca sinterlenmiş α -12 kompozisyonunun 20 000 kez büyütme taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüsü.



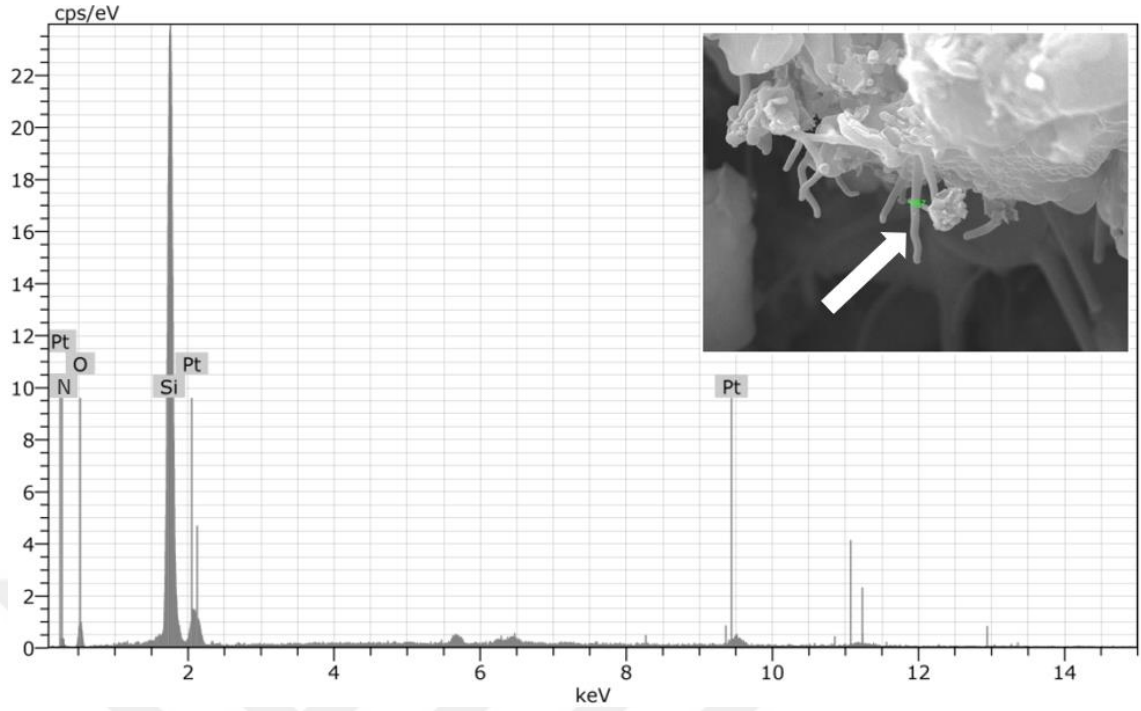
Şekil 4.13. 1600°C tepe sıcaklığında 120 dakika boyunca sinterlenmiş α -24 kompozisyonunun 20 000 kez büyütme taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüsü.

4.1.4. Enerji saçınımlı X-ışınları (EDX) tekniğiyle elementel analiz ve X-ışınları difraksiyonu tekniğiyle (XRD) faz analizi

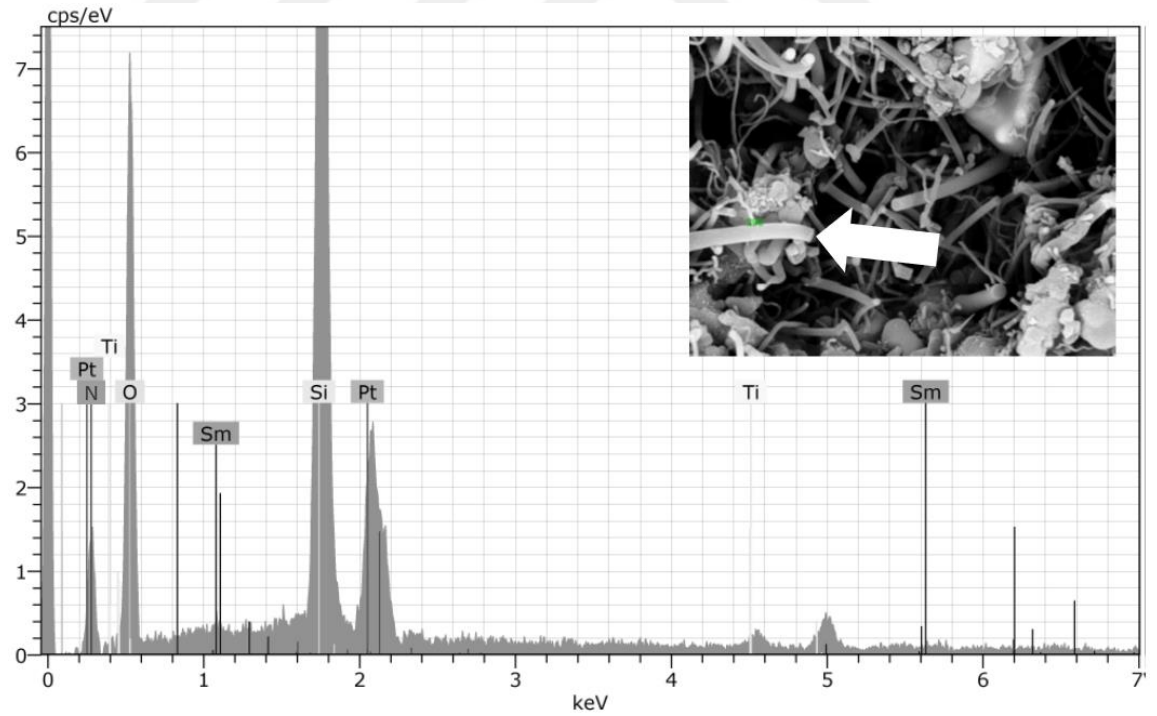
α -12 ve α -24 kompozisyonlarında meydana gelen iğnesel tanenin EDX tekniğiyle gerçekleştirilen elementel analizine ait grafikler sırasıyla Şekil 4.14 ve Şekil 4.15’de sunulmuştur. α -12 kompozisyonundaki iğnesel tanenin elementel analizinde Si, N, O, Pt elementlerine ait pikler gözlemlenmiştir. Si ve N pikinin Si_3N_4 ’ten gelebileceği, O pikinin Y_2O_3 ve/veya Sm_2O_3 ’ten gelebileceği, Pt piki, analiz öncesinde yapılan kaplamadan gelmektedir. α -24 kompozisyonundaki iğnesel tanenin elementel analizinde ise Si, N, O, Sm elementlerine ait pikler gözlemlenmiştir. İğnesel tanelerin Si_3N_4 kompozisyonunda olduğu görülmektedir.

α -12, α -24, β -12, β -24 kompozisyonları için XRD ile elde edilen faz analizi grafiği Şekil 4.16’da, faz oranlarının dağılımını ifade eden tablo ise Çizelge 4.1’de sunulmuştur. Analiz grafiği ve tablodan anlaşılabileceği üzere, büyük faz oranından küçüğe doğru sırasıyla; α -12 kompozisyonunun SiC, β - Si_3N_4 , α - Si_3N_4 fazlarına sahip olduğu; α -24 kompozisyonunun SiC, β - Si_3N_4 , α - Si_3N_4 fazlarına sahip olduğu; β -12 kompozisyonunun SiC, β - Si_3N_4 , α - Si_3N_4 , CaSi_2 , SiO_2 fazlarına sahip olduğu; β -24 kompozisyonunun SiC, β - Si_3N_4 ve CaSi_2 fazlarına sahip olduğu gözlemlenmektedir.

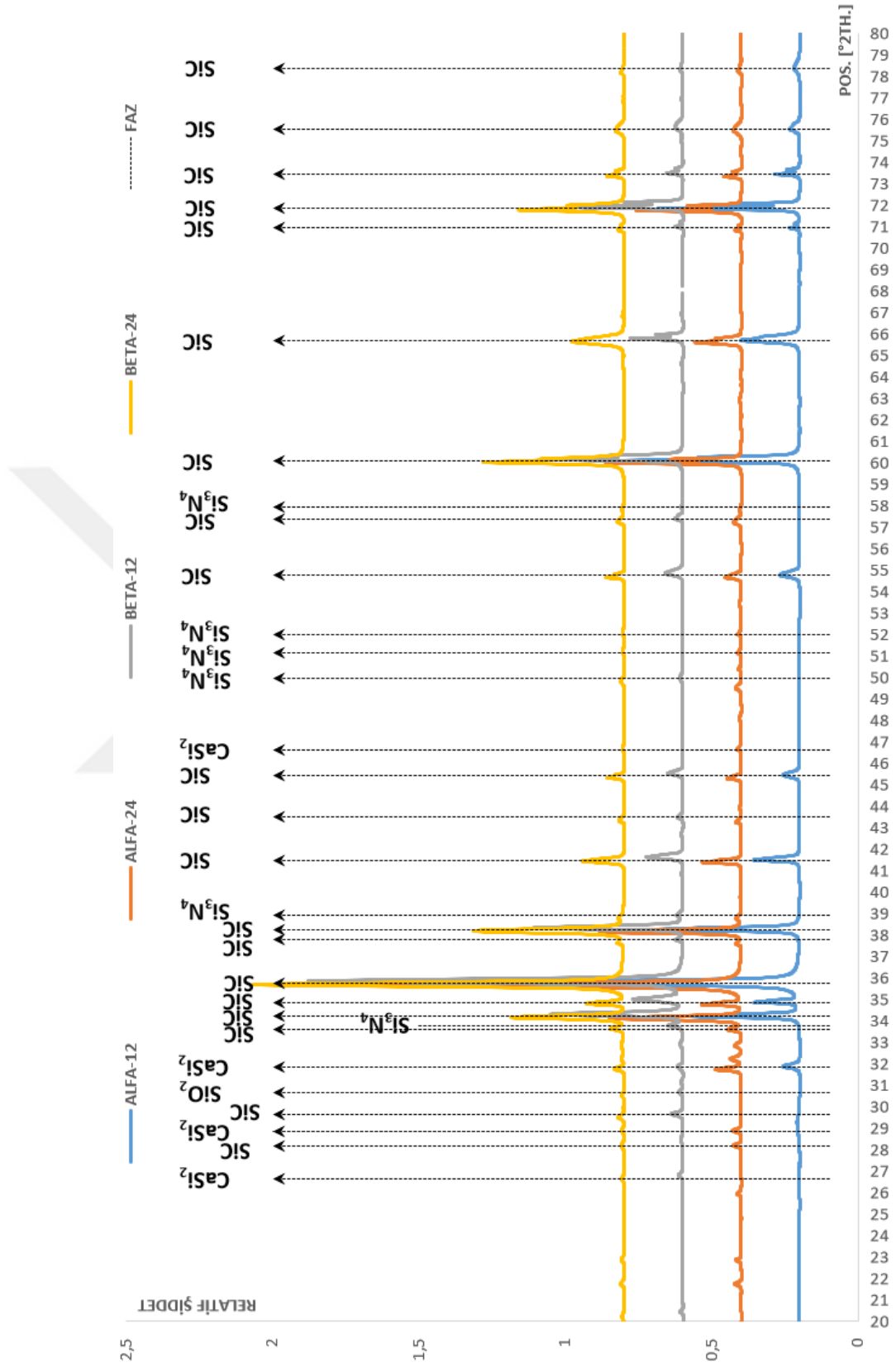
α -12 ve α -24’ te başlangıç malzemesi olarak kullanılan α - Si_3N_4 ’ün sinterleme sonunda tamamıyla β - Si_3N_4 ’e dönüşmediği tespit edilmiştir. Daha önce de bildirildiği üzere; Clarke (1982), ilk Si_3N_4 tozunun safsızlık olarak Cl / F içermesi durumunda α - Si_3N_4 ’den β - Si_3N_4 ’e faz dönüşümünün önemli derecede azaldığını belirtmiştir (Çalış Açıkbaz ve Mandal (2016)).



Şekil 4.14. α-12 kompozisyonundaki iğnemsli taneye ait, EDX tekniğiyle elde edilen elementel analiz grafiği.



Şekil 4.15. α-24 kompozisyonundaki iğnemsli taneye ait, EDX tekniğiyle elde edilen elementel analiz grafiği.



Şekil 4.16. α -12, α -24, β -12, β -24 kompozisyonlarına ait, XRD tekniğiyle elde edilen faz analizi grafiği

Çizelge 4.1. α -12, α -24, β -12, β -24 kompozisyonlarına ait, XRD ile elde edilen faz dağılımları tablosu

Kompozisyon	SiC-fazı (%)	α -Si ₃ N ₄ fazı (%)	β -Si ₃ N ₄ fazı (%)	SiO ₂ fazı (%)	CaSi ₂ fazı (%)
α -12	+	+	+	-	-
α -24	+	+	+	-	-
β -12	+	-	+	+	+
β -24	+	-	+	-	+

4.2. α -24 İçin Sinterleme Rejimine Bağlı Olarak Özelliklerde Değişim

4.2.1. Sinterleme sonrası ağırlık değişimi – açık porozite oranı – bulk yoğunluk tayinleri

Gerek DPF performansı açısından kritik önemdeki özelliklerden biri olan “% açık porozite” oranı en yüksek kompozisyon olması (%49,37), gerekse yapılan morfolojik değerlendirmelerde, diğer kompozisyonlarla karşılaştırıldığında en yüksek miktarda iğnesel taneye sahip olması sebebiyle α -24 kompozisyonu seçilmiş ve bu kompozisyon üzerinde özellik iyileştirilmesine yönelik reçete çalışmaları yapılarak; α -24 G, α -24 S kompozisyonları oluşturulmuştur. Grafit ilavesinin ve SiC’deki çift modlu tane boyutunun; gözenek yapısına, iğnesel tane yapısına ve SiC tanelerinin bağlanması üzerine etkilerini gözlemlemek amacıyla, reçetelerde Grafit ve 0,9 μ m’luk SiC tozu ayrı ayrı kullanılmış olup, kompozisyonlar sırasıyla G ve S olarak adlandırılmıştır. α -24 G ve α -24 S kompozisyonları α -24’le beraber; 1500°C’da 60 dakika, 1525°C’da 60 dakika, 1550°C’da 60 dakika, 1575°C’da 60 dakika, 1600°C’da 60 dakika şartlarında sinterlenmiş ve α -24’ün 1.aşamadaki sinterleme şartlarıyla (1600°C tepe sıcaklığında 120 dakika süre) olan farklılıkları karşılaştırılmıştır.

Şekil 4.17’de; α -24, α -24 G, α -24 S kompozisyonlarının; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika, 1600°C’de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % sinterleme sonrası ağırlık değişim ortalaması grafiği sunulmuştur. “% Sinterleme sonrası ağırlık

değişimi” ölçümü sonrasında α -24, α -24 G, α -24 S kompozisyonlarında görülen ağırlık değişimleri aşağıdaki gibi gerçekleşmiştir:

- α -24 kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 1,66 - % 2,47 arasında ortalama % 1,99 ağırlık kazanımına, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 5,80 - % 8,50 arasında ortalama % 6,62 ağırlık kaybına, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 1,22 - % 2,25 arasında ortalama % 1,63 ağırlık kaybına, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 2,55 - % 4,68 arasında ortalama % 3,33 ağırlık kaybına, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 18,76 - % 19,98 arasında ortalama % 19,55 ağırlık kaybına, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde % 28,06 - % 32,23 arasında ortalama % 30,89 ağırlık kaybına uğradığı tespit edilmiştir.

- α -24 G kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 2,64 - % 2,81 arasında ortalama % 2,73 ağırlık kaybına, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 4,38 - % 7,85 arasında ortalama % 5,68 ağırlık kaybına, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 4,36 - % 7,01 arasında ortalama % 5,82 ağırlık kaybına, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 11,59 - % 12,15 arasında ortalama % 11,87 ağırlık kaybına, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 18,90 - % 25,28 arasında ortalama % 22,50 ağırlık kaybına, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde % 22,82 - % 31,38 arasında ortalama % 26,06 ağırlık kaybına uğradığı tespit edilmiştir.

- α -24 S kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 2,37 - % 2,54 arasında ortalama % 2,46 ağırlık kazanımına, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 9,67 - % 11,00 arasında ortalama % 10,13 ağırlık kaybına, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 1,26 - % 2,10 arasında ortalama % 1,57 ağırlık kazanımına, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 3,11 - % 5,16 arasında ortalama % 3,89 ağırlık kaybına, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 12,54 - % 13,86 arasında ortalama % 13,24 ağırlık kaybına, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde % 20,97 - % 32,62 arasında ortalama % 26,23 ağırlık kaybına uğradığı tespit edilmiştir.

Sinterleme sonrası ağırlık değişim grafikleri genel olarak değerlendirildiğinde; α -24 kompozisyonunun 1550°C’den itibaren, α -24 G kompozisyonunun 1500°C’den itibaren, α -24 S kompozisyonunun 1550°C’den itibaren sıcaklık artışına bağlı olarak ağırlık kaybı miktarında artış eğilimi gözlemlenmiştir. Ayrıca; α -24’ün 1500°C’de, α -24 S’nin 1500°C ve 1550°C’de (düşük sinterleme sıcaklarında), ağırlık kazanımına

uğradığı tespit edilmiştir. Ağırlık kayıplarının Si_3N_4 'ün aktif oksidasyonu ve kompozisyondaki CaF_2 'tan, ağırlık kazanımlarının ise Si_3N_4 'ün pasif oksidasyonundan kaynaklandığı düşünülmektedir.

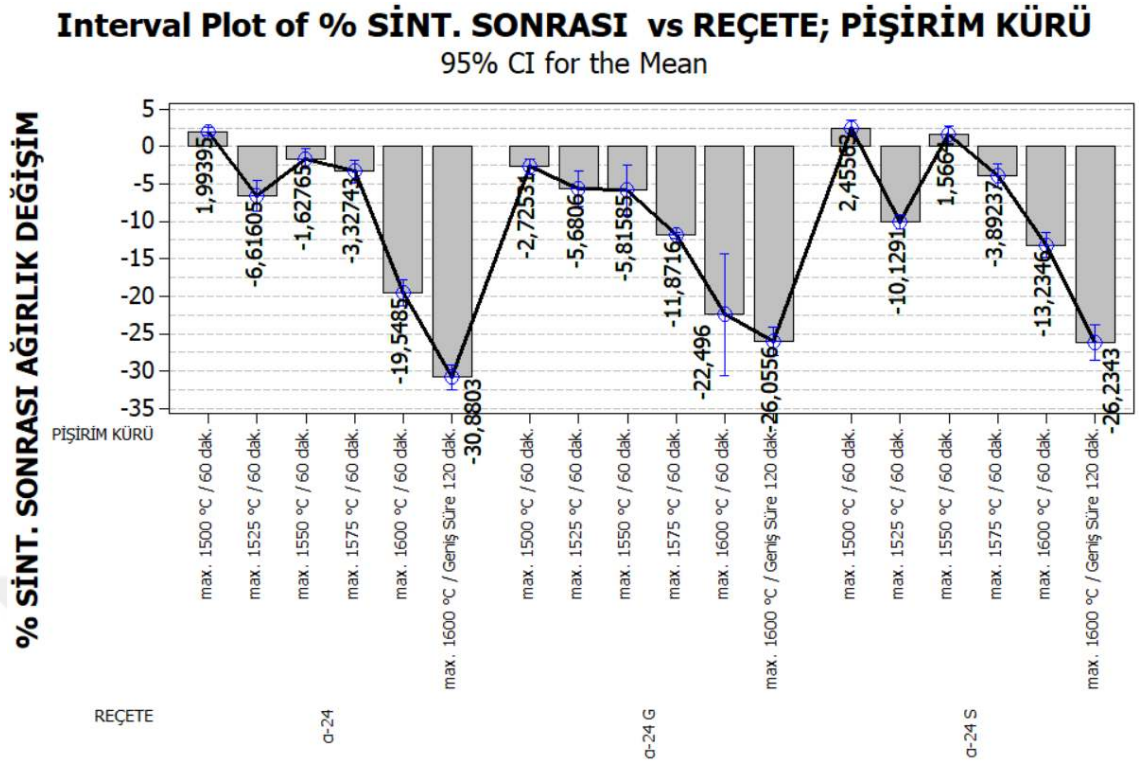
Ağırlık kaybına sebep olan birinci faktörün, Si_3N_4 'ün uğradığı aktif oksidasyon reaksiyonundan (Bkz. Eşitlik 4.3) kaynaklandığı düşünülmektedir. Eşitlik 4.3'den de görüleceği üzere; Si_3N_4 'ün bir kısmı, sıcaklık artışıyla birlikte O_2 gazıyla etkileşime girip SiO gazı ve N_2 gazı şeklinde malzeme bünyesinden uzaklaşarak kütle kaybına neden olmaktadır (Bocanegra-Bernal, vd., 2012). Bilindiği üzere; sinterleme esnasında redüktif ortam oluşturmak amacıyla fırın içine sürekli olarak N_2 gazı akışı sağlanmıştır. Aktif oksidasyon reaksiyonunun gerekli girdisi olan O_2 'nin, laboratuvar fırınında yaşanan sızdırmazlık problemleri nedeniyle sinterleme atmosferine giriş yapan ortam havasından kaynaklandığı tahmin edilmektedir.



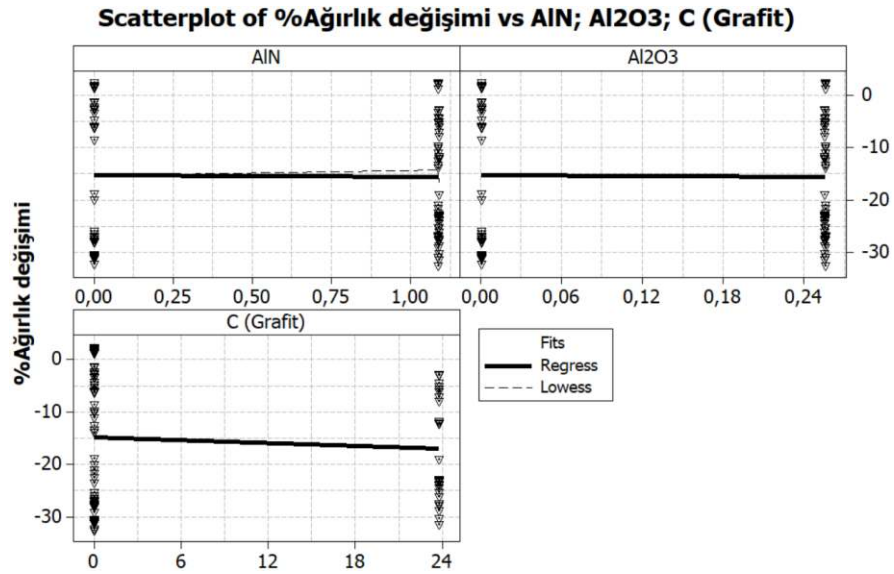
Ağırlık kazanımına veya bir başka deyişle kütle kazanımına sebep olan pasif oksidasyon reaksiyonu yaklaşık 800°C dolaylarında başlamakta olup, yüzeyde koruyucu tabaka oluşumu sırasında " $\text{P}_{\text{O}_2} > \text{P}_{\text{SiO}} + \text{P}_{\text{N}_2}$ " meydana geldiği takdirde gerçekleşmektedir; pasif oksidasyon reaksiyonu, Eşitlik 4.4 ve Eşitlik 4.5'te sunulmuştur (Chan, vd., 1994: Çalış Açıkbaz'tan (2009)), (Taguchi ve Riberio, 2004: Çalış Açıkbaz'tan (2009)):



Şekil 4.18'deki serpilme diyagramlarından da görüleceği üzere; α -24 S, α -24 G başlangıç kompozisyonlarına ilave edilen AlN , Al_2O_3 ve Grafit'in % ağırlık değişimi üzerine yaklaşık olarak etkisinin olmadığı gözlemlenmektedir.



Şekil 4.17. α-24, α-24G, α-24S kompozisyonlarının; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika, 1600°C’de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % sinterleme sonrası ağırlık değişim ortalaması grafiği.



Şekil 4.18. α-24 S, α-24 G başlangıç kompozisyonlarına ilave edilen AlN, Al₂O₃ ve Grafıt miktarlarının (% mol) % ağırlık değişimi üzerine etkisini gösteren serpilme diyagramları.

Şekil 4.19’da; α -24, α -24 G, α -24 S kompozisyonlarının; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika, 1600°C’de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % açık porozite ortalaması grafiği sunulmuştur. “% açık porozite” ölçümü sonrasında α -24, α -24 G, α -24 S kompozisyonlarında görülen ağırlık değişimleri aşağıdaki gibi gerçekleşmiştir:

- α -24 kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 35,8209 - % 37,4298 arasında ortalama % 36,5251 açık porozite oranına, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 42,2887 - % 43,8801 arasında ortalama % 43,0477 açık porozite oranına, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 37,2914 - % 37,4259 arasında ortalama % 37,3433 açık porozite oranına, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 40,3780 - % 41,4819 arasında ortalama % 40,7618 açık porozite oranına, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 40,0352 - % 41,7162 arasında ortalama % 40,6426 açık porozite oranına, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde % 48,0742 - % 51,4626 arasında ortalama % 49,3684 açık porozite oranına sahip olduğu tespit edilmiştir.

- α -24 G kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 40,8678 - % 41,1828 arasında ortalama % 41,0253 açık porozite oranına, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 40,8082 - % 42,2159 arasında ortalama % 41,2637 açık porozite oranına, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 38,6372 - % 39,9761 arasında ortalama % 39,4844 açık porozite oranına, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 46,8719 - % 48,4963 arasında ortalama % 47,5464 açık porozite oranına, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 37,0486 - % 43,5771 arasında ortalama % 40,7789 açık porozite oranına, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde % 48,0398 - % 50,6632 arasında ortalama % 49,2615 açık porozite oranına sahip olduğu tespit edilmiştir.

- α -24 S kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 36,4358 - % 36,5977 arasında ortalama % 36,5168 açık porozite oranına, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 46,2357 - % 47,6007 arasında ortalama % 46,8443 açık porozite oranına, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 34,9138 - % 35,6637 arasında ortalama % 35,1882 açık porozite oranına, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 39,4789 - % 42,0291 arasında ortalama % 40,9311 açık porozite oranına, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde % 34,4994 - % 36,3793 arasında ortalama % 35,6487 açık porozite oranına, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde % 39,9111 -

% 45,5094 arasında ortalama % 43,5306 açık porozite oranına sahip olduğu tespit edilmiştir.

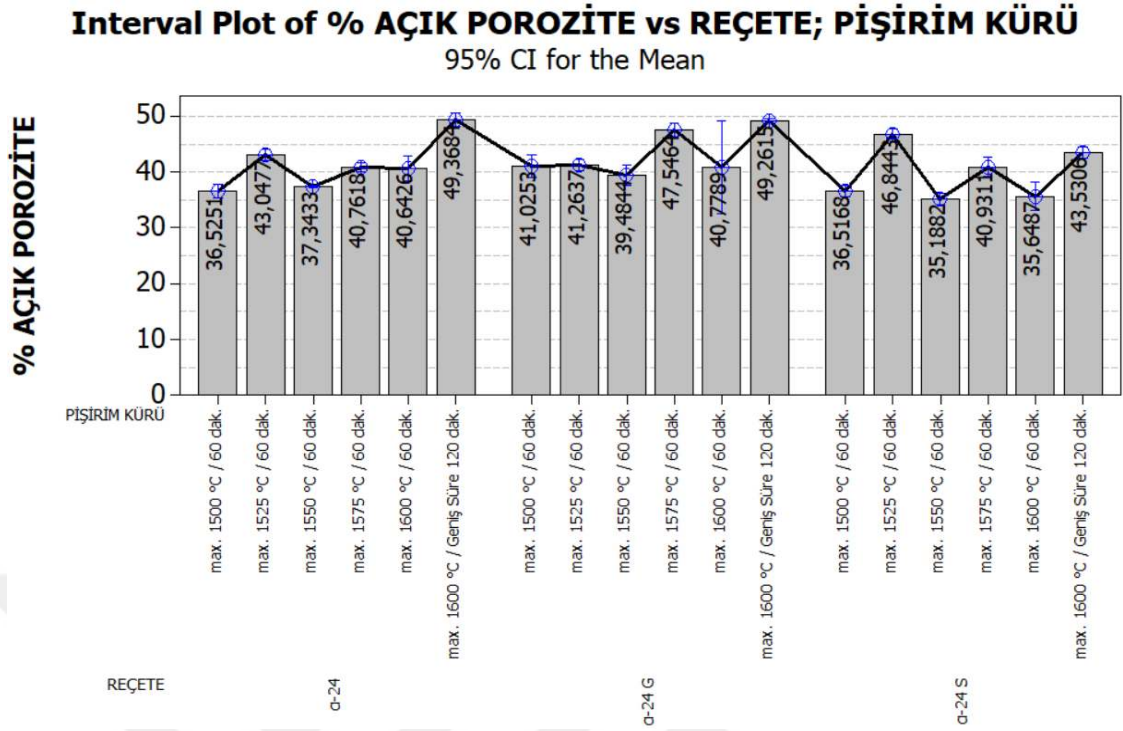
% Açık porozite grafikleri genel olarak değerlendirildiğinde; α -24 kompozisyonunda 1550°C'den sonra sıcaklık artışına bağlı olarak "açık porozite" miktarı artış eğilimi gösterdiği tespit edilmiştir. α -24 G ve α -24 S kompozisyonu için eğilim yönlenmeleri düzensizlik arz ettiğinden dolayı gözlem yapmak güçtür. 1600 °C'deki bekleme süresinin 60 dakikadan 120 dakikaya çıkarılmasıyla beraber, tüm kompozisyonların açık porozite eğilimlerinde düşüş olduğu gözlemlenmiştir.

α -24 S kompozisyonunda kullanılan 0,9 μm 'luk SiC miktarının; α -24, α -24 G, α -24 S kompozisyonlarında kullanılan 24 μm 'luk SiC miktarının, toplam SiC miktarının, açık porozite oranını etkileyen kriterler olduğu düşünülmektedir (Bkz. Şekil 4.20). Açık porozite oranının; Şekil 4.20'deki grafikte de görüldüğü üzere; toplam SiC miktarı ve 0,9 μm 'luk SiC miktarı artışıyla ters orantılı olarak azalma eğilimi gösterdiği, 24 μm 'luk SiC miktarındaki değişimin açık porozite oranını yaklaşık olarak etkilemediği göze çarpmaktadır.

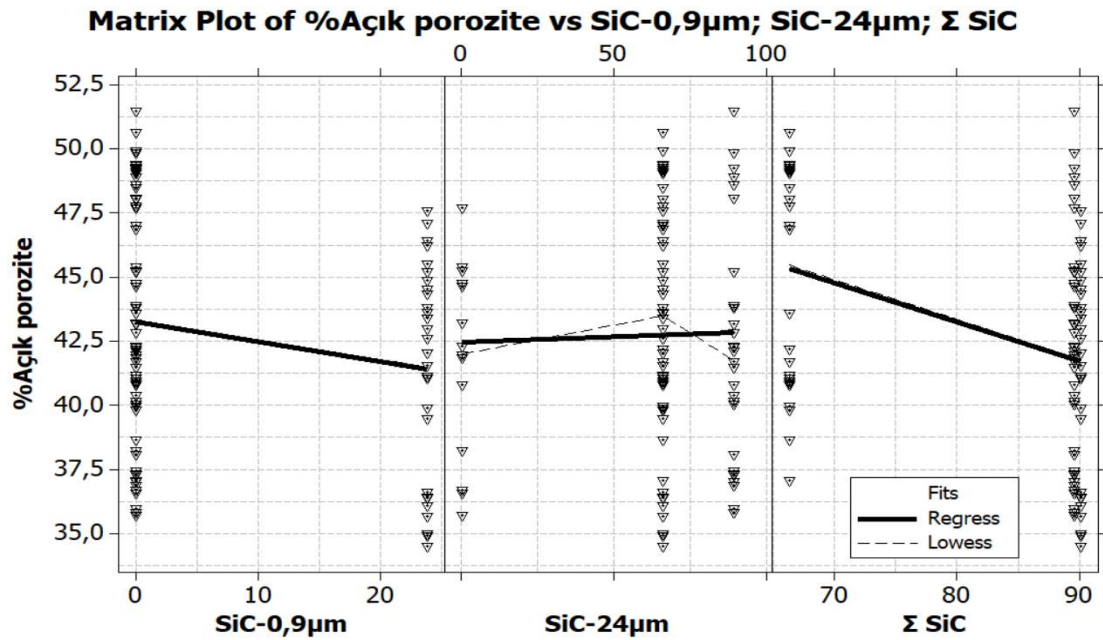
α -SiC, deneysel çalışmada üretilen kompozit malzemenin matris (ana) malzemesi olup Çizelge 2.4'ten de görüleceği üzere dekompozisyon sıcaklığı yüksektir (1 atm'de yaklaşık 2545°C). Deneysel çalışmada 1600°C'ye kadar çıkılmış olup, bu sıcaklık, Şekil 4.3'den de görüleceği üzere SiC tanelerinin yoğunlaşma gerçekleşmeden aralarında açık gözenek oluşturacak şekilde bağlanabilmesine olanak tanımaktadır. Kompozisyonlarda SiC dekompozisyon sıcaklığını düşürebilecek veya tanelerin birbirine boyun vererek yoğunlaşmayı sağlayacak herhangi bir malzeme kullanılmamıştır. SiC taneleri arasındaki bağlanma miktarının artışı ve bağlanmanın yapısı, gözenek yapısını açık poroziteden (gözenek kanalından) kapalı poroziteye doğru değiştirebilmektedir (Bkz. Şekil 4.3). Bağlanma miktarının, açık gözenek kanallarını tıkama eğilimi göstermesi; açık gözenegi, mürekkep şişesi tipindeki gözenekten kapalı gözenek tipine kadar değiştirerek (Bkz. Şekil 2.33) herhangi bir akışkanın hareket gösterebileceği kanal yapısının oluşumuna izin vermemektedir. Bu da geçirgenlik miktarını azaltmaktadır. Bu nedenle; Toplam SiC miktarı artışıyla ve 0,9 μm 'luk SiC miktarı artışıyla beraber açık porozite oranının azalma sebebi; SiC tane miktarının artışıyla beraber SiC tanelerinin yüzey alanının artması ve buna bağlı olarak SiC tanelerinin arasındaki bağlanma sayısının yükselmesi ve bağlanma tipinin açık

poroziteyi tıkama eğilimi göstermesi olarak düşünülmektedir. Taneler arası bağlanma sayısının yükselmesiyle beraber açık gözenek kanalları içerisindeki köprüleme miktarı artacak ve bu da doğal olarak gözenek kanallarının tıkanma eğilimini yükseltecektir. Bu durumdan dolayı; açık porozitelerin bir kısmının, kapalı porozitelere veya içerisinde akış gerçekleşmeyen mürekkep şişesi gözeneklerine dönüşebileceği tahmin edilmektedir.

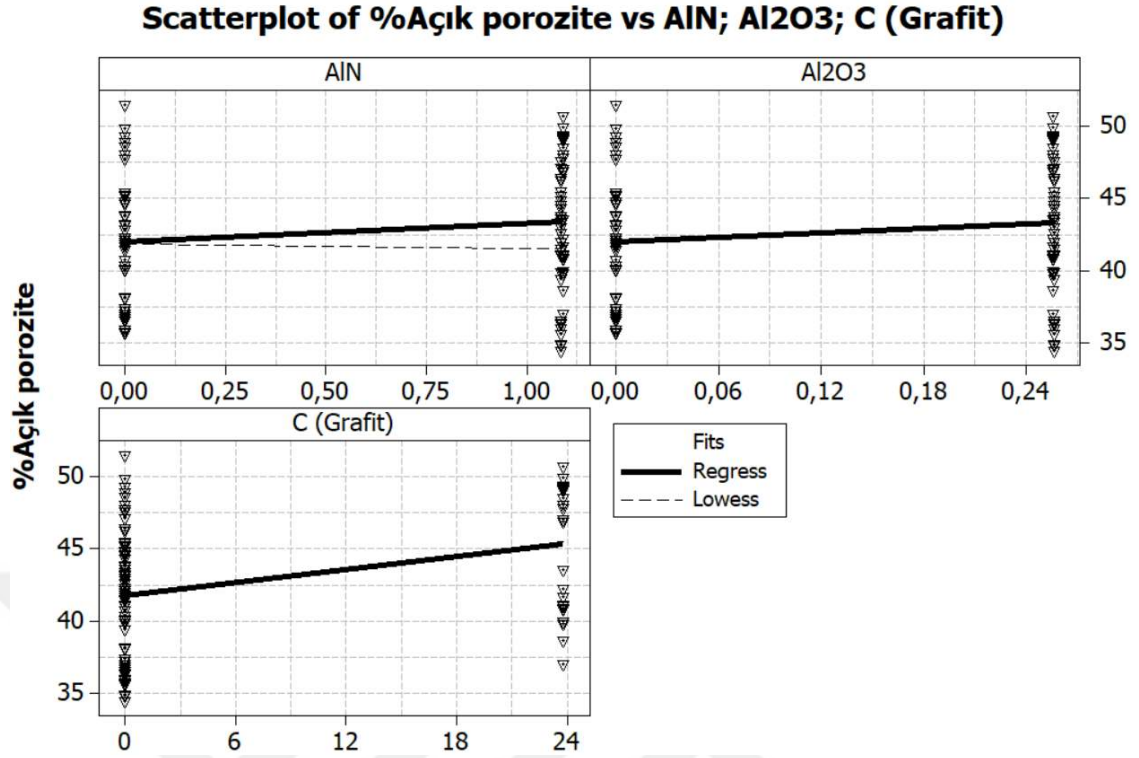
Şekil 4.21'deki serpilme diyagramlarından da görüleceği üzere; α -24 S, α -24 G başlangıç kompozisyonlarına ilave edilen AlN miktarı (%mol), Al_2O_3 miktarı (%mol) ve Grafit miktarının (%mol) artışıyla beraber doğru orantılı olarak % açık porozite oranının yükselme eğilimine girdiği gözlemlenmektedir. SiAlON yapıcı ilaveler olarak kullanılan AlN ve Al_2O_3 'ün açık poroziteyi çok az miktar yükseltmesinden dolayı neredeyse etkilemediği gözlenmektedir (SiAlON oluşumuyla ilgili hususlar XRD analizlerinde bulunmaktadır). Bununla beraber, Si_3N_4 'le reaksiyona girerek ince SiC tanelerini birbirine bağlamak için gerçekleştirilen Grafit ilavesinin artışıyla beraber % açık porozite oranının yükselme eğilimine girdiği tespit edilmiştir.



Şekil 4.19. α-24, α-24G, α-24S kompozisyonlarının; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika, 1600°C’de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % açık porozite ortalaması grafiği.



Şekil 4.20. Başlangıç malzemesi olarak kullanılan 0,9 µm’luk SiC’ün, 24 µm’luk SiC’ün ve bunların toplam değerini ifade eden Σ SiC miktarının (% mol) % açık porozite üzerine etkisini ifade eden serpilme diyagramı.



Şekil 4.21. α -24 S, α -24G başlangıç kompozisyonlarına ilave edilen AlN, Al₂O₃ ve Grafit miktarlarının (% mol) % açık porozite üzerine etkisini gösteren serpilme diyagramları.

Şekil 4.22’de; α -24, α -24G, α -24S kompozisyonlarının; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika, 1600°C’de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen bulk yoğunluk ortalaması grafiği sunulmuştur. “Bulk yoğunluğu” ölçümü sonrasında α -24, α -24 G, α -24 S kompozisyonlarında görülen yoğunluk değerleri aşağıdaki gibi elde edilmiştir:

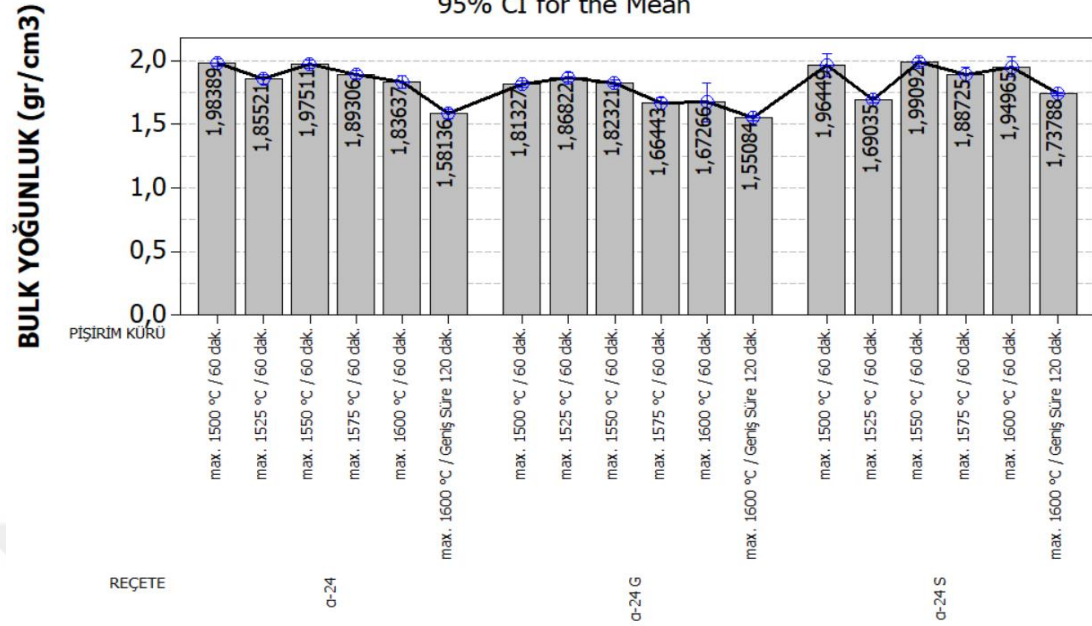
- α -24 kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,9673 – 2,0115 gr/cm³ arasında ortalama 1,9839 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,8205 – 1,8759 gr/cm³ arasında ortalama 1,8552 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,9645 – 1,9901 gr/cm³ arasında ortalama 1,9751 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,8738 – 1,9145 gr/cm³ arasında ortalama 1,8931 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,8153 – 1,8548 gr/cm³ arasında ortalama 1,8364 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde 1,5232 – 1,6239 gr/cm³ arasında ortalama 1,5814 gr/cm³ bulk yoğunluğuna sahip olduğu tespit edilmiştir.

- α -24 G kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,8113 – 1,8152 gr/cm³ arasında ortalama 1,8133 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,8333 – 1,8897 gr/cm³ arasında ortalama 1,8682 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,8132 – 1,8334 gr/cm³ arasında ortalama 1,8232 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,6223 – 1,6874 gr/cm³ arasında ortalama 1,6644 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,6349 – 1,7424 gr/cm³ arasında ortalama 1,6727 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde 1,4696 – 1,5822 gr/cm³ arasında ortalama 1,5508 gr/cm³ bulk yoğunluğuna sahip olduğu tespit edilmiştir.

- α -24 S kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,9573 – 1,9717 gr/cm³ arasında ortalama 1,9645 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,6764 – 1,7091 gr/cm³ arasında ortalama 1,6904 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,9797 – 2,0057 gr/cm³ arasında ortalama 1,9909 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,8475 – 1,9357 gr/cm³ arasında ortalama 1,8873 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,9222 – 1,9845 gr/cm³ arasında ortalama 1,9497 gr/cm³ bulk yoğunluğuna, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde 1,6996 – 1,7892 gr/cm³ arasında ortalama 1,7379 gr/cm³ bulk yoğunluğuna sahip olduğu tespit edilmiştir.

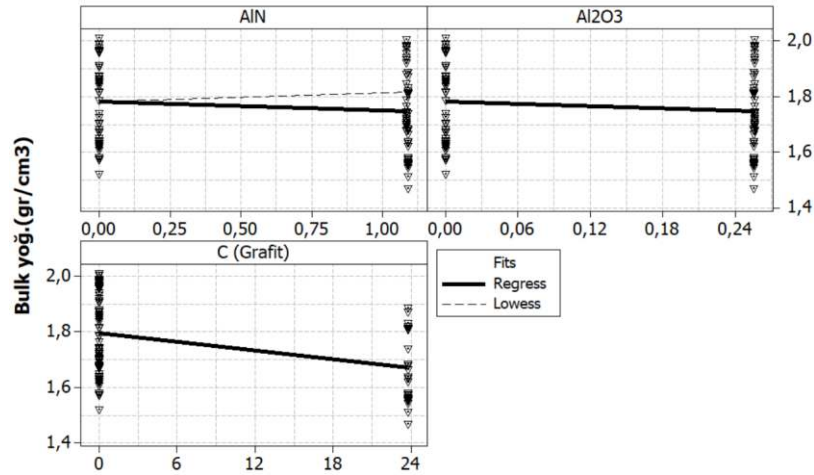
Bulk yoğunluk grafikleri genel olarak değerlendirildiğinde; α -24 kompozisyonunda 1550°C’den sonra, α -24 G kompozisyonunda 1525°C’den sonra, α -24 S kompozisyonunda 1575°C’den sonra sıcaklık artışına bağlı olarak “bulk yoğunluk” değerlerinde düşme eğilimi olduğu gözlemlenmektedir. Şekil 4.5’de sunulan % ağırlık değişimi, % açık porozite ve bulk yoğunluğu (gr/cm³) özelliklerinin birbiriyle ilişkilerini ortaya koyan matris diyagram incelendiğinde; bulk yoğunluğunun % ağırlık değişimiyle doğru orantılı, bulk yoğunluğunun % açık poroziteyle ters orantılı, % açık porozitenin ise % ağırlık değişimiyle ters orantılı ilişkisi olduğu tespit edilmiştir. Bu noktadan hareketle, bulk yoğunluğundaki değişim sebeplerinin altında temel olarak % açık porozite oranını ve % ağırlık değişimini etkileyen faktörlerin yattığı düşünülmektedir.

Interval Plot of BULK YOĞUNLUK (gr/cm³) vs REÇETE; PİŞİRİM KÜRÜ
95% CI for the Mean



Şekil 4.22. α-24, α-24G, α-24S kompozisyonlarının; 1500°C'de 60 dakika, 1525°C'de 60 dakika, 1550°C'de 60 dakika, 1575°C'de 60 dakika, 1600°C'de 60 dakika, 1600°C'de 120 dakika sinterleme işlemi sonrasında elde edilen bulk yoğunluk ortalaması grafiği.

Scatterplot of Bulk yoğun. (gr/cm³) vs AlN; Al₂O₃; C (Grafite)



Şekil 4.23. α-24 S, α-24 G başlangıç kompozisyonlarına ilave edilen AlN, Al₂O₃ ve Grafite miktarlarının (%mol) bulk yoğunluğu üzerine etkisini gösteren serpilme diyagramları.

4.2.2. Civa porozimetresi ölçümleri (d_{50} (ortalama por boyutu) – porozite boyut dağılımı

Civa porozimetresiyle yapılan ölçümlerde bulunan ortalama por boyutu (d_{50} veya başka deyişle por medyanı) değerleri aşağıdaki gibi tespit edilmiştir:

- α -24 reçetesi için; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 4,9643 μm , 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 0,75435 μm , 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 0,9455 μm , 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 0,39185 μm , 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde 5,0293 μm olarak tespit edilmiş olup en büyük d_{50} değerinin 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde, en küçük d_{50} değerinin 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde gerçekleştiği gözlemlenmektedir.

- α -24 G reçetesi için; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 2,0844 μm , 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 0,6778 μm , 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 2,75435 μm , 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 0,5533 μm , 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 0,61705 μm olarak tespit edilmiş olup en büyük d_{50} değerinin 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde, en küçük d_{50} değerinin 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde gerçekleştiği gözlemlenmektedir.

- α -24 S reçetesi için; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 0,35 μm , 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 0,6786 μm , 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 0,49325 μm , 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 0,61525 μm , 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde 1,6256 μm olarak tespit edilmiş olup en büyük d_{50} değerinin 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde, en küçük d_{50} değerinin 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde gerçekleştiği gözlemlenmektedir.

Civa porozimetresiyle tespit edilen porozite boyut dağılımları aşağıdaki gibi tespit edilmiştir:

- α -24 reçetesi için; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,2839 μm ve en büyük por çapı 90,0621 μm olmak üzere gözenek dağılımının 89,7782 μm aralığında değiştiği, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,0954 μm ve en büyük por çapı 4,94 μm olmak üzere gözenek dağılımının 4,8446 μm aralığında değiştiği, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,1836 μm ve en büyük por çapı 4,9279 μm olmak üzere gözenek dağılımının 4,7443 μm aralığında değiştiği, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por

çapı 0,0625 μm ve en büyük por çapı 1,177 μm olmak üzere gözenek dağılımının 1,1145 μm aralığında değiştiği, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,3508 μm ve en büyük por çapı 89,6269 μm olmak üzere gözenek dağılımının 89,2761 μm aralığında değiştiği gözlemlenmektedir.

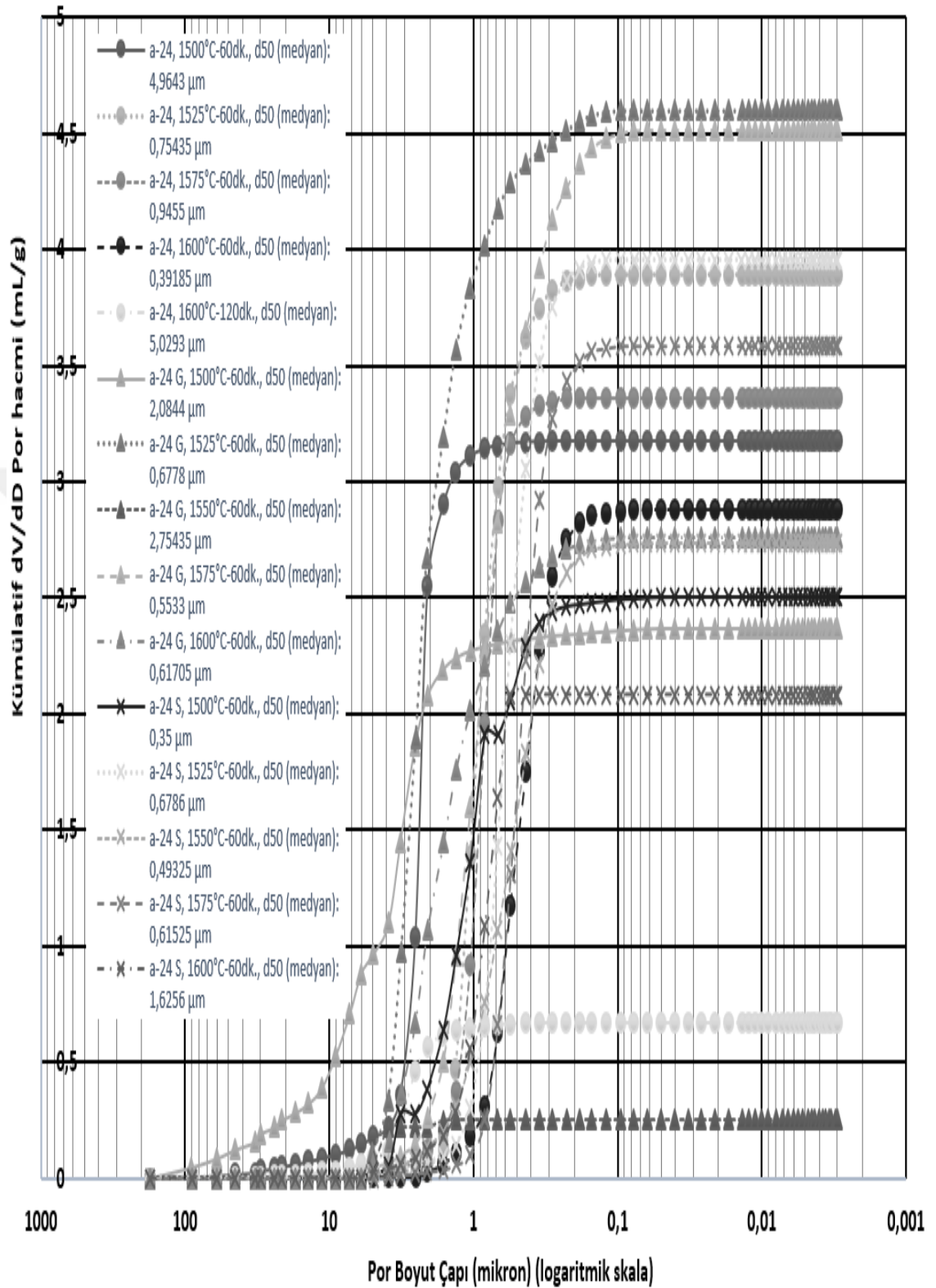
- α -24 G reçetesi için; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,0504 μm ve en büyük por çapı 90,1863 μm olmak üzere gözenek dağılımının 90,1359 μm aralığında değiştiği, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,0953 μm ve en büyük por çapı 5,0506 μm olmak üzere gözenek dağılımının 4,9553 μm aralığında değiştiği, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 1,3259 μm ve en büyük por çapı 4,8968 μm olmak üzere gözenek dağılımının 3,5709 μm aralığında değiştiği, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,0625 μm ve en büyük por çapı 4,9886 μm olmak üzere gözenek dağılımının 4,9261 μm aralığında değiştiği, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,0772 μm ve en büyük por çapı 4,9502 μm olmak üzere gözenek dağılımının 4,873 μm aralığında değiştiği gözlemlenmektedir.

- α -24 S reçetesi için; 1500°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,0403 μm ve en büyük por çapı 4,9616 μm olmak üzere gözenek dağılımının 4,9213 μm aralığında değiştiği, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 4,8124 μm ve en büyük por çapı 0,0954 μm olmak üzere gözenek dağılımının 4,717 μm aralığında değiştiği, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,0503 μm ve en büyük por çapı 4,9383 μm olmak üzere gözenek dağılımının 4,888 μm aralığında değiştiği, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,0956 μm ve en büyük por çapı 3,8691 μm olmak üzere gözenek dağılımının 3,7735 μm aralığında değiştiği, 1600°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde en küçük por çapı 0,5538 μm ve en büyük por çapı 4,8685 μm olmak üzere gözenek dağılımının 4,3147 μm aralığında değiştiği gözlemlenmektedir.

Civa porozimetresiyle elde edilen Şekil 4.24’deki grafikte; α -24, α -24 G, α -24 S kompozisyonlarına ve tüm sinterleme rejimlerine ait porozite boyut dağılım grafikleri görülmektedir. Bununla beraber; Şekil 4.7’deki grafikten de görüleceği üzere, ortalama gözenek boyutu (d_{50}) arttıkça, porozite boyut dağılımının da doğru orantılı olarak artış eğilimine girmek suretiyle genişlediği tespit edilmiştir.

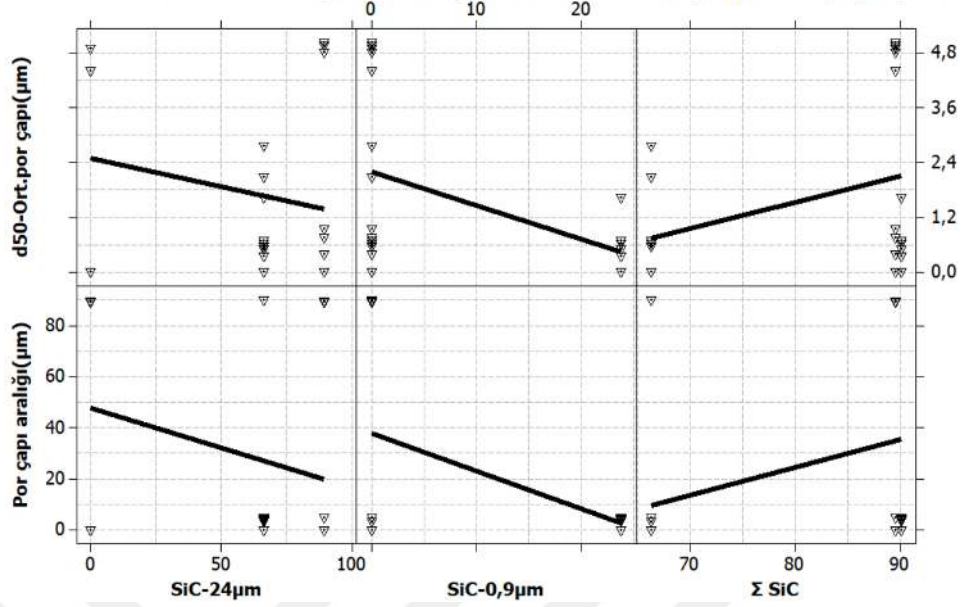
Şekil 4.25'deki matris diyagramdan görüleceği üzere; 24 µm'luk SiC miktarının (% mol) ve 0,9 µm'luk SiC miktarının (% mol) artmasıyla beraber ters orantılı olarak d_{50} ortalama por çapının düşme ve por boyut dağılımının daralma eğilimine girdiği, toplam SiC miktarının (24 µm'luk SiC + 0,9 µm'luk SiC) (% mol) artmasıyla beraber doğru orantılı olarak d_{50} ortalama por çapının yükselme ve por boyut dağılımının genişleme eğilimine girdiği tespit edilmiştir. Çift modlu tane boyut dağılımı, SiC'ün sinterleme mekanizması zorunlu değildir, ancak; homojen bir gözenek dağılımı meydana getirerek tane boyut dağılımının değiştirilmesi yoluyla, arzu edilen herhangi bir gözenek büyüklüğünü ayarlamak mümkündür (Kriegesmann, 2014). Buradan yola çıkılarak; toplam SiC miktarının (24 µm'luk SiC + 0,9 µm'luk SiC) (% mol) artmasıyla beraber doğru orantılı olarak d_{50} ortalama por çapının yükselme eğilimini oluşturan sebebin, α -24 S başlangıç kompozisyonunda meydana getirilen çift modlu SiC tane boyut dağılımı olduğu düşünülmektedir.

Şekil 4.26'dan görüleceği üzere; maksimum sıcaklık süresi (dakika) arttıkça; doğru orantılı olarak d_{50} ortalama por çapının (µm) yükselme ve por boyut dağılımının genişleme eğiliminde olduğu gözlemlenmektedir.



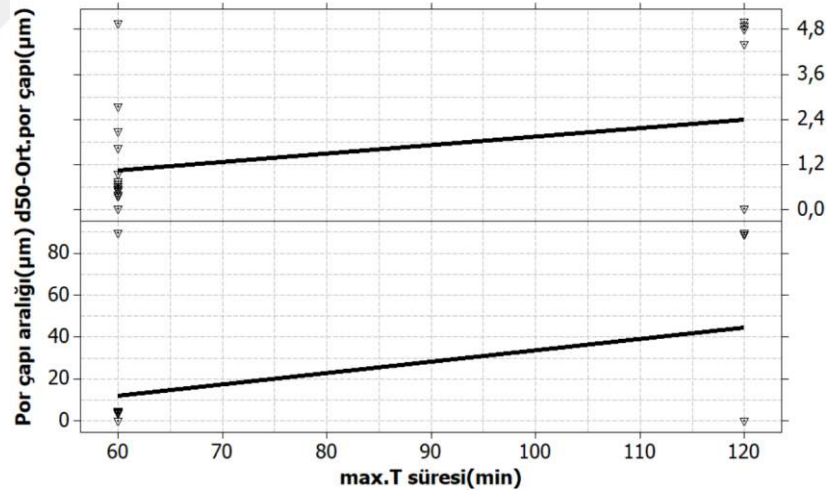
Şekil 4.24. α-24, α-24 G ve α-24 S kompozisyonlarının; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejimlerine ait; civa porozimetresiyle elde edilen porozite boyut dağılımı grafiği.

Matrix Plot of d50-Ort.por ; Por çapı ara vs SiC-24 μ m; SiC-0,9 μ m; ...



Şekil 4.25. 24 μ m'luk SiC miktarının (% mol), 0,9 μ m'luk SiC miktarının (% mol) ve toplam SiC miktarının (% mol); d₅₀ ortalama por çapı ve por boyut dağılımına etkisini gösteren matris diyagram.

Matrix Plot of d50-Ort.por çapı; Por çapı aralığı vs max.T süresi(min)



Şekil 4.26. Maksimum sıcaklık süresinin (dakika); d₅₀ ortalama por çapı ve por boyut dağılımına etkisini gösteren matris diyagram.

4.2.3. X-ışınları difraksiyonu tekniğiyle (XRD) faz analizi

α -24, α -24 G ve α -24 S kompozisyonlarının; 1500°C'de 60 dakika, 1525°C'de 60 dakika, 1550°C'de 60 dakika, 1575°C'de 60 dakika, 1600°C'de 60 dakika, 1600°C'de 120 dakika sinterleme rejimlerine ait; XRD ile elde edilen faz analizi grafiği

Şekil 4.27’de, faz oranlarının dağılımını ifade eden tablo ise Çizelge 4.2’de sunulmuştur.

Analiz grafiği ve faz dağılımı tablosundan da anlaşılaçağı üzere; tüm kompozisyonların, tüm sinterleme rejimlerinde sahip olduğı fazların tipi ve miktarları büyük faz oranından küçüğe doğru sırasıyla aşağıdaki gibidir:

- α -24 kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, β -Si₃N₄, α -Si₃N₄ fazlarına sahip olduğı; 1525°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, α -Si₃N₄, β -Si₃N₄, SiO₂ fazlarına sahip olduğı; 1550°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, SiAlON, β -Si₃N₄ fazlarına sahip olduğı; 1575°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, β -Si₃N₄, α -kristobalit fazlarına sahip olduğı; 1600°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde β -Si₃N₄, SiC, SiO₂ fazlarına sahip olduğı; 1600°C’de 120 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, β -Si₃N₄, α -Si₃N₄ fazlarına sahip olduğı gözlemlenmektedir.

- α -24 G kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, Grafit, fazlarına sahip olduğı; 1525°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC-Grafit fazlarına sahip olduğı; 1550°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, Grafit, fazlarına sahip olduğı; 1575°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, C fazlarına sahip olduğı; 1600°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, C, Grafit fazlarına sahip olduğı gözlemlenmektedir.

- α -24 S kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, α -Si₃N₄, α -kristobalit fazlarına sahip olduğı; 1525°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, α -Si₃N₄ fazlarına sahip olduğı; 1550°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, SiO₂ fazlarına sahip olduğı; 1575°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, β -Si₃N₄, fazlarına sahip olduğı; 1600°C’de 60 dakikalık sinterleme rejiminde SiC, SiO₂, α -kristobalit fazlarına sahip olduğı gözlemlenmektedir.

α -24 kompozisyonunda 1500°C’de 60 dakikalık, 1525°C’de 60 dakikalık, 1600°C’de 120 dakikalık sinterleme rejimlerinde; α -24 S kompozisyonunda 1500°C’de 60 dakikalık, 1525°C’de 60 dakikalık, 1550°C’de 600 dakikalık sinterleme rejimlerinde; başlangıç malzemesi olarak kullanılan α -Si₃N₄’ün sinterleme sonunda tamamıyla β -Si₃N₄’e dönüşmediğı tespit edilmiştir. Daha önce de bildirildiğı üzere; Clarke (1982), ilk Si₃N₄ tozunun safsızlık olarak Cl / F içermesi durumunda α -Si₃N₄’den β -Si₃N₄’e faz

dönüşümünün önemli derecede azaldığını belirtmiştir (Çalış Açıkbaş ve Mandal (2016)). Bu olgu; CaF_2 'tan gelen F etkisiyle, $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 'ün bir kısmının $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 'e dönüşmemesine sebep olduğunu ortaya koymaktadır.

$\alpha\text{-24 G}$ kompozisyonuna ait faz yapısı genel olarak değerlendirildiğinde; tüm sinterleme rejimlerinde fazların iki gruba ayrıldığı gözlemlenmektedir. 1.grupta SiC yapılı fazlar, 2.grupta ise Grafit ve C yapılı fazlar bulunmakta olup Si_3N_4 yapılı herhangi bir faz XRD analizlerinde tespit edilmemiştir. $\alpha\text{-24 G}$ kompozisyonuna diğer reçetelerden farklı olarak başlangıç malzemesi olarak Grafit kullanılmıştır. Grafit'in temel amacı; Eşitlik 4.6'da belirtilen reaksiyon yoluyla iğnemsî ince SiC taneleri meydana getirmek ve kaba SiC tanelerini oluşturan iğnemsî ince SiC taneleriyle birbirine bağlamaktır (Hayama, 2011). Eşitlik 4.6'daki reaksiyona göre, Grafit, Si_3N_4 'le kimyasal etkileşime girmekte, bunun sonucunda; Si_3N_4 'teki Si atomları ile Grafit'teki C atomları aralarında bağ oluşturarak SiC'ü meydana getirmekte, Si_3N_4 'teki N atomları ise N_2 gazı şeklinde yapıdan uzaklaşmaktadır (Hayama, 2011). XRD analizlerinde $\alpha\text{-24 G}$ kompozisyonunda Si_3N_4 yapılı herhangi bir faz tespit edilmemesinin sebebinin de bu olduğu düşünülmektedir.



Eşitlik 4.6'daki reaksiyon yoluyla meydana gelen iğnemsî ince SiC tanelerinin, kaba SiC taneleri arasındaki bağlanma yapısını değiştirerek, bunun son özelliklere olan etkisinin tespit edilmesi hedeflenmiştir.

$\alpha\text{-24 G}$ ve $\alpha\text{-24 S}$ kompozisyonlarında, $\alpha\text{-24}$ 'ten farklı olarak; Al_2O_3 ve AlN, sinterleme esnasında iğnemsî SiAlON tanelerin meydana getirilmesi amacıyla başlangıç malzemesi olarak kullanılmıştır. Al_2O_3 , Si_3N_4 'ün yüzeyindeki Silika tabakasıyla ötektik reaksiyona girmek suretiyle sıvı faz oluşturarak iğnemsî $\beta\text{-SiAlON}$ tanelerinin geliştirilmesi amacıyla kullanılmaktadır (Çalış Açıkbaş, 2009). AlN ise oksijensiz Al kaynağı olup, $\alpha\text{-SiAlON}$ oluşumunu meydana getirmek amacıyla kullanılmaktadır (Çalış Açıkbaş, 2009). Çizelge 4.2 ve Şekil 4.27'den de görüleceği üzere, XRD ile yapılan analizlere göre $\alpha\text{-24 G}$ ve $\alpha\text{-24 S}$ kompozisyonları için SiAlON gelişimi sağlanamadığı gözlemlenmektedir. $\alpha\text{-24 G}$ kompozisyonunda yukarıda da bahsedildiği üzere genel olarak SiC fazları ve Grafit fazının, $\alpha\text{-24 S}$ kompozisyonunda ise genel

olarak α -Si₃N₄ ve β -Si₃N₄ fazlarının meydana geldiği tespit edilmiştir. α -24 S kompozisyonunda 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejimlerinde α -Si₃N₄ fazının stabil olduğu; 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde ise β -Si₃N₄ fazının stabil olduğu tespit edilmiştir. Bu durum; α -24 S kompozisyonu için α -Si₃N₄’den β -Si₃N₄’e dönüşümün 1575°C’de gerçekleştiğini ortaya koymaktadır.

Çizelge 4.2. α -24, α -24 G ve α -24 S kompozisyonlarının; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejimlerine ait, XRD ile elde edilen faz dağılımları tablosu.

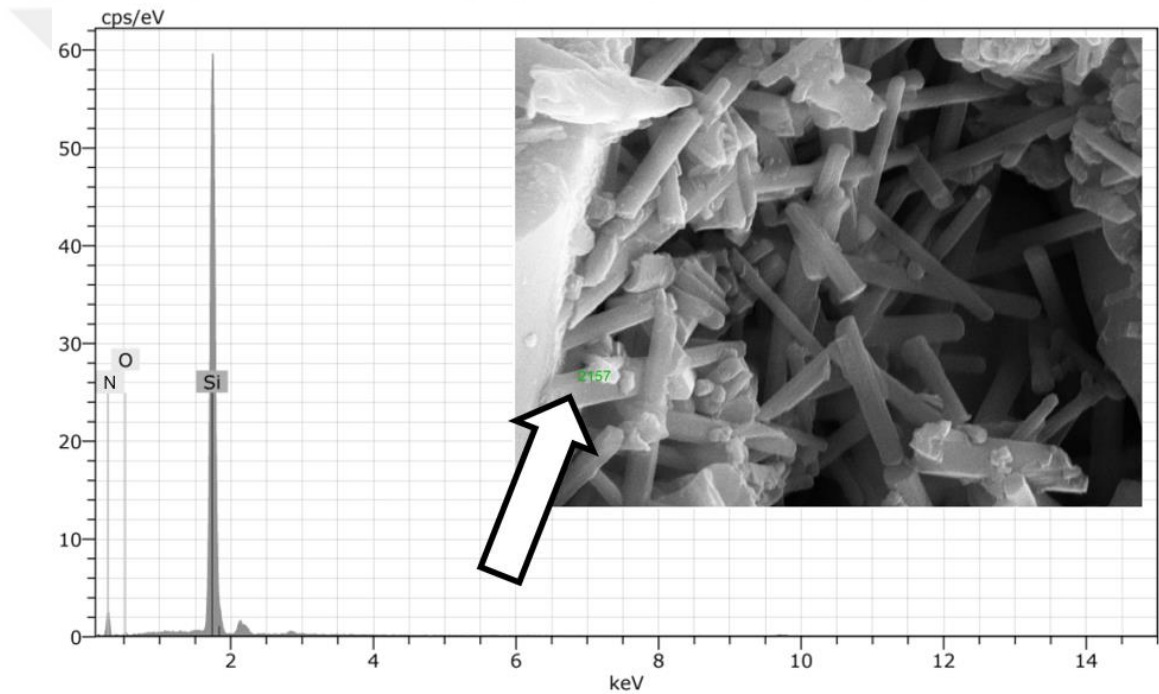
Kompozisyon	Sinterleme rejimi	SiC-fazı (%)	α -Si ₃ N ₄ fazı (%)	β -Si ₃ N ₄ fazı (%)	SiO ₂ fazı (%)	α -kristobalit fazı (%)	SiAlON fazı (%)	Grafit fazı (%)
α -24	max. 1500 °C / 60 dak.	+	+	+	-	-	-	-
	max. 1525 °C / 60 dak.	+	+	+	+	-	-	-
	max. 1550 °C / 60 dak.	+	-	+	-	-	+	-
	max. 1575 °C / 60 dak.	+	-	+	-	+	-	-
	max. 1600 °C / 60 dak.	+	-	+	+	-	-	-
	max. 1600 °C / 120 dak.	+	+	+	-	-	-	-
α -24 G	max. 1500 °C / 60 dak.	+	-	-	-	-	-	+
	max. 1525 °C / 60 dak.	+	-	-	-	-	-	+
	max. 1550 °C / 60 dak.	+	-	-	-	-	-	+
	max. 1575 °C / 60 dak.	+	-	-	-	-	-	+
	max. 1600 °C / 60 dak.	+	-	-	+	-	-	+
α -24 S	max. 1500 °C / 60 dak.	+	+	-	-	+	-	-
	max. 1525 °C / 60 dak.	+	+	-	-	-	-	-
	max. 1550 °C / 60 dak.	+	+	-	+	-	-	-
	max. 1575 °C / 60 dak.	+	-	+	-	-	-	-
	max. 1600 °C / 60 dak.	+	-	-	+	+	-	-

4.2.4. Taramalı elektron mikroskopuyla (SEM) mikroyapı karakterizasyonu ve enerji saçınımlı X-ışınları (EDX) tekniğiyle elementel analiz

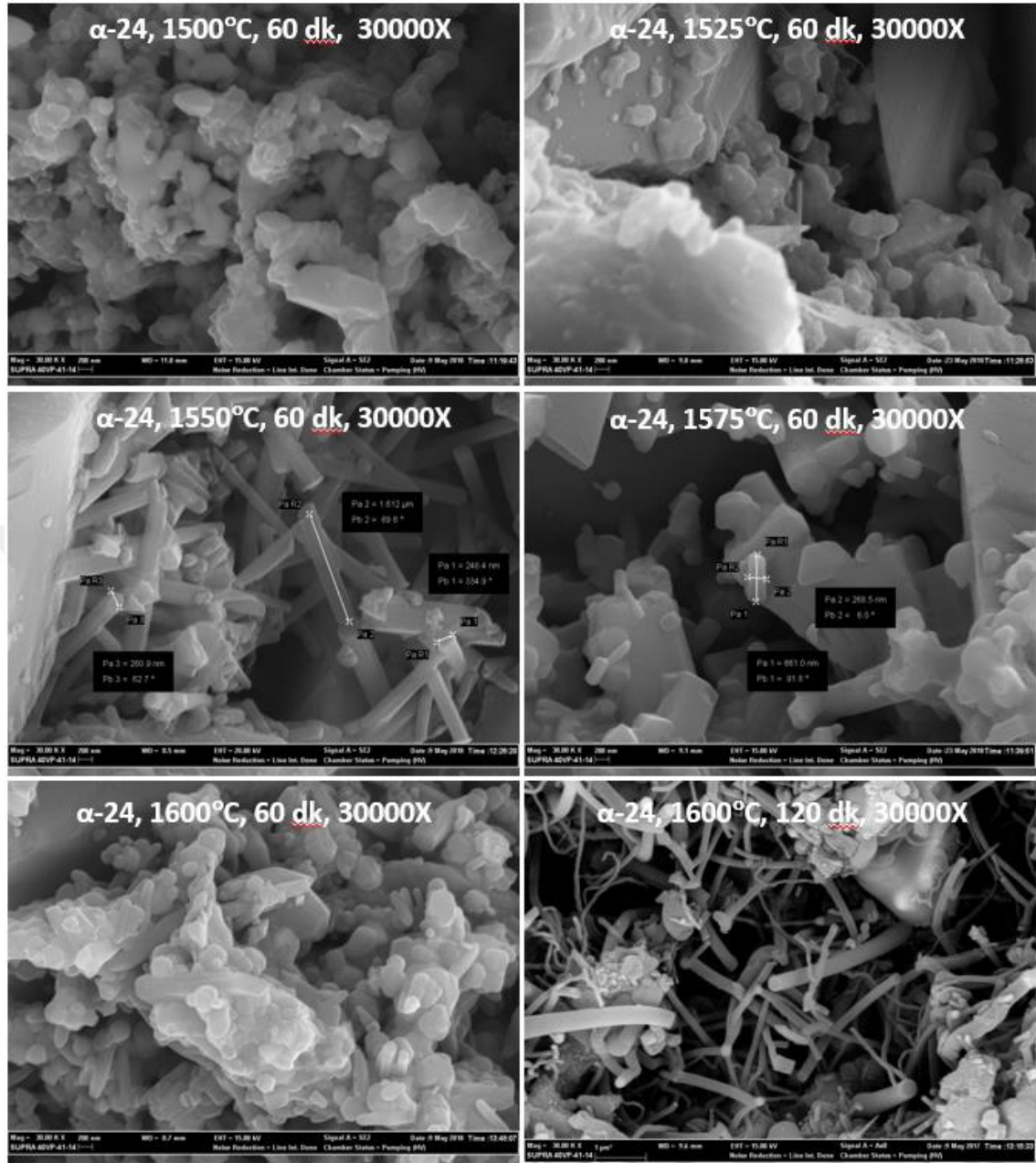
Şekil 4.29’da, α -24 kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika, 1600°C’de 120 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen 30000 kez büyütme SEM görüntüleri sunulmuştur. Çizelge 4.2.’den görüleceği üzere, XRD analiziyle; α -24 kompozisyonunun tüm sinterleme rejimlerinde “SiC” fazlarıyla birlikte genel olarak “ α -Si₃N₄” ve “ β -Si₃N₄” fazlarına sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bununla beraber; 1500°C - 1525°C arasında α -Si₃N₄’ün kısmen β -Si₃N₄’e dönüştüğü, 1525°C - 1600°C arasında ise α -Si₃N₄’ün tamamıyla β -Si₃N₄’e dönüştüğü ve sıcaklık artışıyla beraber β -Si₃N₄ faz oranının arttığı tespit edilmiştir. XRD analizleriyle elde edilen bu verilerle beraber Şekil 4.29’daki 30000 kez büyütme SEM görüntülerinde; Si₃N₄’ün belirli sıcaklıklardaki faz yapılarına ve faz oranlarına paralel olarak birtakım değişikliklerin gerçekleştiği görülmektedir. 1500°C - 1525°C arasında fiberimsi β -Si₃N₄ tanelerinin oluşmaya başladığı, 1550°C’te α -Si₃N₄’ün tamamıyla β -Si₃N₄’e dönüşmek suretiyle β -Si₃N₄ fiberlerin aspect oranının radikal olarak yükseldiği, 1575°C’ten itibaren β -Si₃N₄ fiberlerinin hacminin büyümeye başladığı, 1600°C’in ilk 60 dakikasına kadar β -Si₃N₄ fiberlerinin hacim büyümesinin devam ettiği, 1600°C’nin ilk 60 dakikasıdan sonraki son 60 dakikalık sürede buharlaşma - yoğunlaşma mekanizmasıyla iğnemsî β -Si₃N₄ tanelerinin oluştuğu gözlemlenmektedir. ImageJ yazılımıyla α -24 kompozisyonunu ait SEM görüntüleri üzerinde gerçekleştirilen, resimdeki pixel sayısı referans alınarak yapılan fiberimsi ve iğnemsî tanelerin boyut ölçümlerinde; 1550°C’te meydana gelen aspect oranı yüksek β -Si₃N₄ fiberlerinin uzunluğu yaklaşık 3 μ m ve çapı yaklaşık 0,4 μ m olarak; 1600°C’te meydana gelen iğnemsî β -Si₃N₄ tanelerinin uzunluğu yaklaşık 2 μ m ve çapı yaklaşık 0,28 μ m olarak ölçülmüştür. Gerçekleştirilen ölçümlere göre β -Si₃N₄ fiberlerine ait uzunluk ve çap değerlerinin, iğnemsî β -Si₃N₄ tanelerine göre daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. β -Si₃N₄ fiberlerinin ve iğnemsî β -Si₃N₄ tanelerinin oluşum mekanizmalarına 4.2.1, 4.2.2, 4.2.3, 4.1.1, 4.1.2, 4.1.3, 4.1.4 bölümlerinde detaylı olarak değinilmiştir.

α -24 kompozisyonunun 1550°C’de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen β -Si₃N₄ fiberlerinin EDX tekniğiyle gerçekleştirilen elementel analizine ait grafik

Şekil 4.28’de sunulmuştur. β - Si_3N_4 fiberlerinin elementel analizinde Si, N, O elementlerine ait pikler gözlemlenmiştir. Si ve N pikinin Si_3N_4 ’ten gelebileceği, O pikinin Y_2O_3 ve/veya Sm_2O_3 ’ten gelebileceği düşünülmektedir. α -24 kompozisyonunun 1600°C ’de 120 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen iğnesel β - Si_3N_4 tanelerinin EDX tekniğiyle gerçekleştirilen elementel analizine ait grafik Şekil 4.15’de sunulmuştur. İğnesel tanenin elementel analizinde Si, N, O, Pt elementlerine ait pikler gözlemlenmiştir. Si ve N pikinin Si_3N_4 ’ten gelebileceği, O pikinin Y_2O_3 ve/veya Sm_2O_3 ’ten gelebileceği, Pt pikinin SEM numune hazırlama sürecinde numuneye uygulanan Pt kaplamadan gelebilecek safsızlık olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.28. α -24 kompozisyonunun 1550°C ’de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen β - Si_3N_4 fiberlerinin EDX elementel analizi.

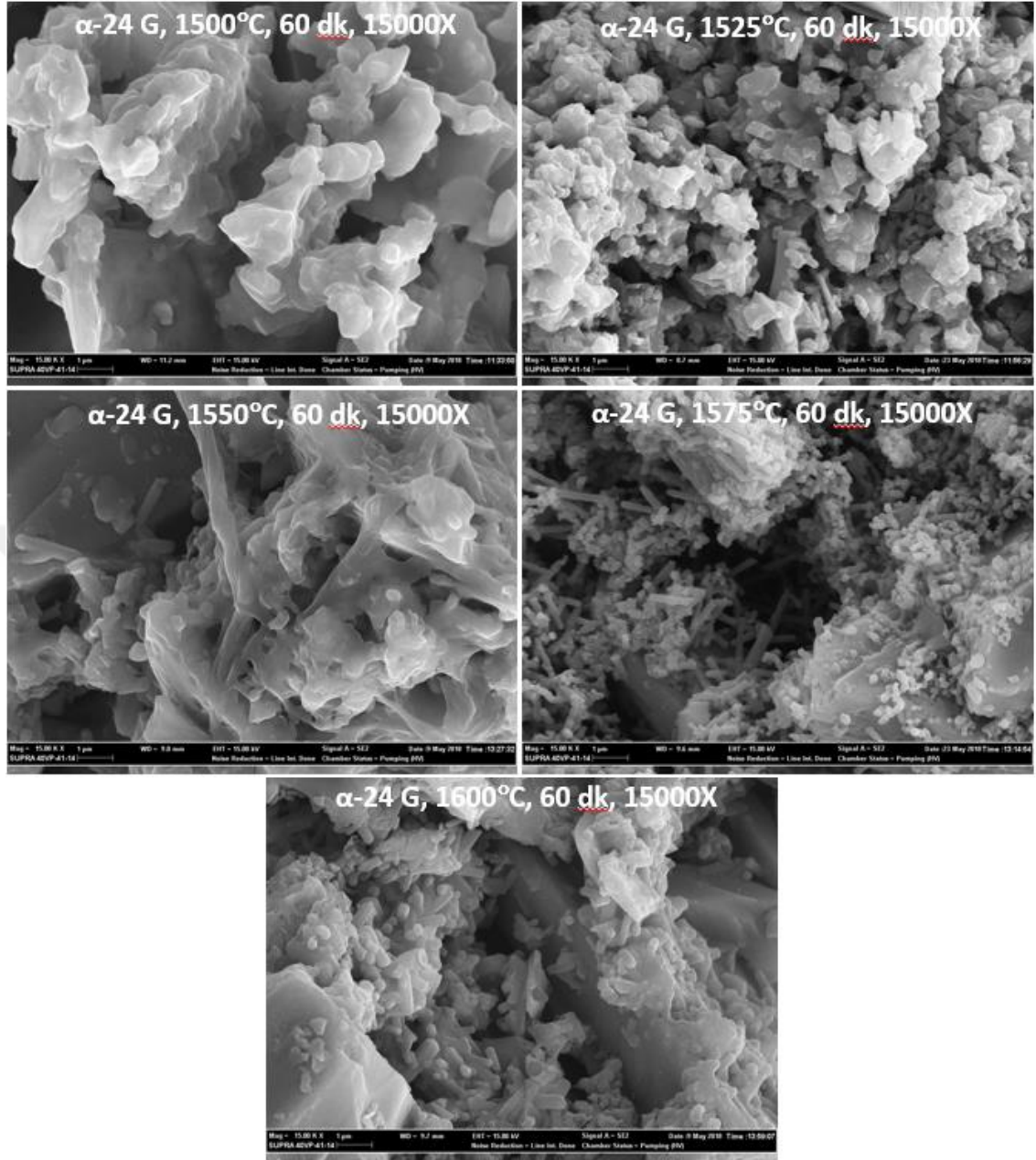


Şekil 4.29. α -24 kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika, 1600°C’de 120 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen 30000 büyütmeli SEM görüntüleri.

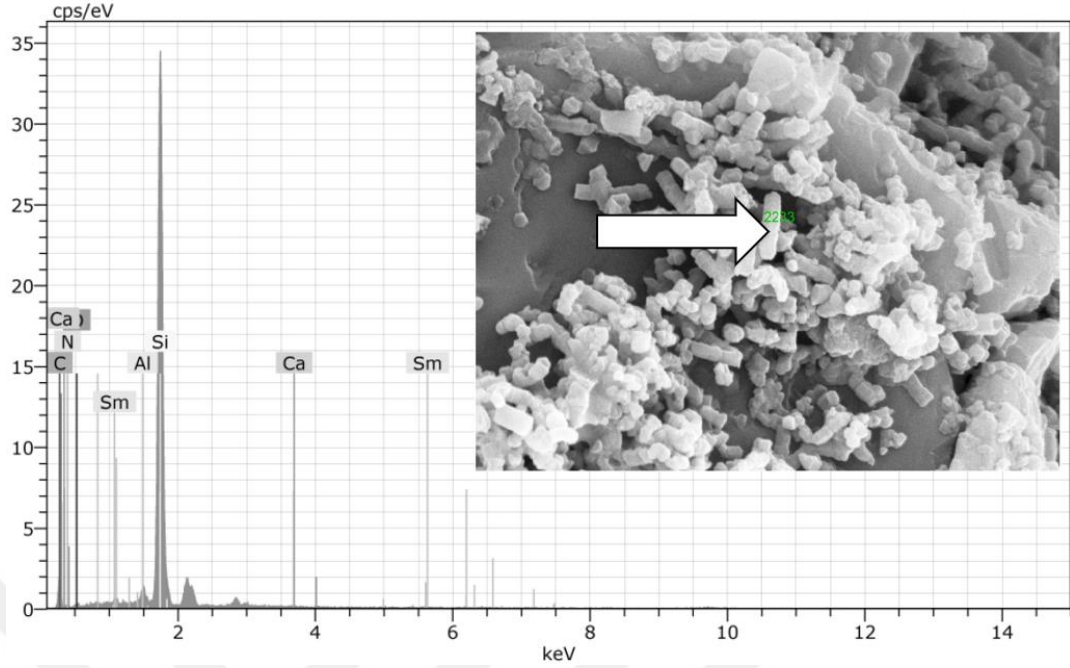
Şekil 4.30’da, α -24 G kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen 15000 kez büyütmeli SEM görüntüleri sunulmuştur. Çizelge 4.2.’den görüleceği üzere, XRD analiziyle; α -24 kompozisyonunun tüm sinterleme rejimlerinde, SiC fazıyla birlikte genel olarak Grafit

fazına sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bununla beraber; 1500°C ve 1525°C’de arasında Grafit fazının sıcaklık artışıyla beraber azalan miktarda stabil kaldığı, 1550°C’de Grafit faz oranının minimuma düştüğü ve Grafit faz oranının artmaya başladığı; 1575°C’de Grafit fazının olmadığı ve SiC fazının miktarında artış olduğu görülmektedir. XRD analizleriyle elde edilen bu verilerle beraber Şekil 4.30’daki 15000 kez büyütme SEM görüntülerinde; belirli sıcaklıklardaki faz yapılarına ve faz oranlarına paralel olarak birtakım değişikliklerin gerçekleştiği görülmektedir. 1500°C ve 1525°C’de iğnesel tane oluşumuyla ilgili herhangi bir ilerlemenin olmadığı, 1550°C’de iğnesel SiC tanelerinin oluşmaya başladığı, 1575°C’de ise iğnesel SiC tanelerinin aspect oranının radikal biçimde yükselerek oluşumunu tamamladığı, 1600°C’de iğnesel SiC tanelerinin birbiriyle kaynaşmaya başladığı görülmektedir. ImageJ yazılımıyla α -24 G kompozisyonuna ait SEM görüntüleri üzerinde gerçekleştirilen, resimdeki pixel sayısı referans alınarak yapılan fiberimsi ve iğnemsî tanelerin boyut ölçümlerinde; 1575°C’te meydana gelen aspect oranı yüksek iğnesel SiC tanelerinin uzunluğu yaklaşık 0,8 μm ve çapı yaklaşık 0,18 μm olarak ölçülmüştür. Gerçekleştirilen ölçümlere göre; iğnemsî SiC tanelerine ait uzunluk ve çap değerlerinin, α -24 kompozisyonunda meydana gelen β - Si_3N_4 fiberlerine ve iğnemsî β - Si_3N_4 tanelerine göre daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Grafit ilavesiyle birlikte meydana gelen iğnemsî SiC tanelerinin oluşum mekanizmalarına 4.2.3 bölümünde detaylı olarak değinilmiştir.

α -24 G kompozisyonunun 1550°C’de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen iğnemsî SiC fiberlerinin EDX tekniğiyle gerçekleştirilen elementel analizine ait grafik Şekil 4.31’de sunulmuştur. İğnemsî SiC tanelerinin elementel analizinde Si, N, O, Ca, C, Al, Sm elementlerine ait pikler gözlemlenmiştir. Si pikinin Si_3N_4 ’ten ve/veya SiC’den gelebileceği, N pikinin Si_3N_4 ’ten ve/veya AlN’den gelebileceği, C pikinin Grafit ve/veya SiC’den gelebileceği, O pikinin Al_2O_3 ve/veya Sm_2O_3 ’ten gelebileceği, Al pikinin Al_2O_3 ve/veya AlN’den gelebileceği, Sm pikinin Sm_2O_3 ’ten gelebileceği, Ca pikinin CaF_2 ’tan gelebileceği düşünülmektedir.



Şekil 4.30. α-24 G kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen 15000 büyütmeli SEM görüntüleri.



Şekil 4.31. α -24G kompozisyonunun 1575°C 'de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen iğnemsî SiC fiberlerinin EDX elementel analizi.

Şekil 4.32'de, α -24 S kompozisyonunun; 1500°C 'de 60 dakika, 1525°C 'de 60 dakika, 1550°C 'de 60 dakika, 1575°C 'de 60 dakika, 1600°C 'de 60 dakika, 1600°C 'de 120 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen 30000 kez büyütme SEM görüntüleri sunulmuştur. Çizelge 4.2.'den görüleceği üzere, XRD analiziyle; α -24 kompozisyonunun tüm sinterleme rejimlerinde, SiC ve Si_3N_4 fazlarına sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bununla beraber; 1500°C , 1525°C ve 1550°C 'de α - Si_3N_4 'ün stabil kaldığı, 1575°C 'de ise α - Si_3N_4 'ün tamamıyla β - Si_3N_4 'e dönüştüğü tespit edilmiştir. XRD analizleriyle elde edilen bu verilerle beraber Şekil 4.32'deki 30000 kez büyütme SEM görüntülerinde; Si_3N_4 'ün belirli sıcaklıklardaki faz yapılarına ve faz oranlarına paralel olarak birtakım değişikliklerin gerçekleştiği görülmektedir. 1500°C 'de iğnemsî α - Si_3N_4 tanelerinin oluşmaya başladığı, 1525°C 'de buharlaşma yoğunlaşma mekanizmasıyla iğnemsî α - Si_3N_4 tanelerinin olgunlaştığı, 1550°C 'de iğnemsî α - Si_3N_4 tanelerin görülmediği ve tane şekillerinin β - Si_3N_4 'e benzeyen prizmatik forma doğru değiştiği, 1575°C 'de α - Si_3N_4 'ün tamamıyla β - Si_3N_4 'e dönüşmek suretiyle β - Si_3N_4 fiberlerinin meydana geldiği gözlemlenmektedir. ImageJ yazılımıyla α -24 S kompozisyonunu ait SEM görüntüleri üzerinde gerçekleştirilen, resimdeki pixel sayısı referans alınarak yapılan fiberimsi ve iğnemsî tanelerin boyut ölçümlerinde; 1525°C 'de

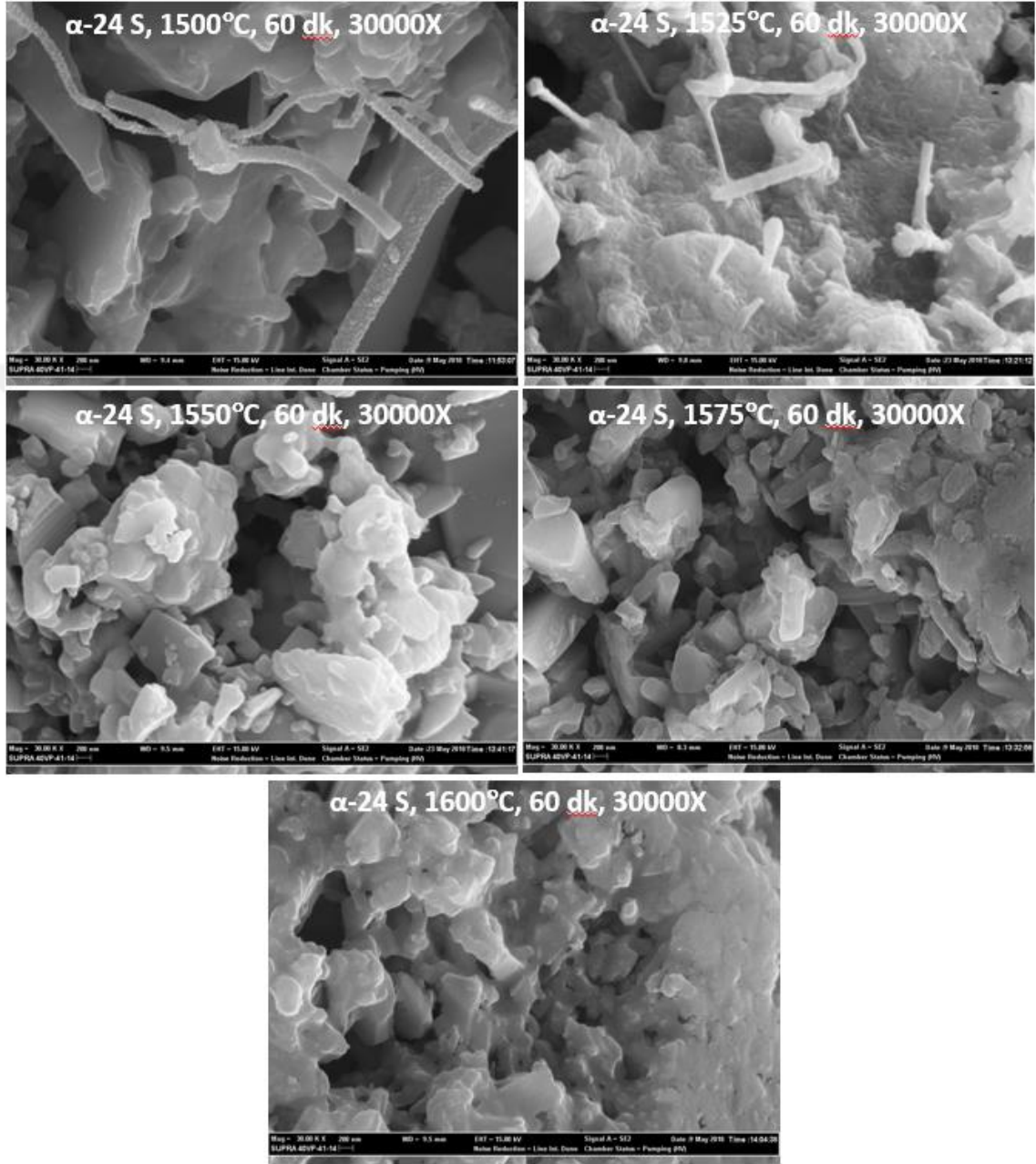
meydana gelen iğnemsî α -Si₃N₄ tanelerinin uzunluğu yaklaşık 3 μ m ve çapı yaklaşık 0,15 μ m olarak, 1575°C’de meydana gelen iğnemsî α -Si₃N₄ tanelerinin uzunluğu yaklaşık 1 μ m ve çapı yaklaşık 0,3 μ m olarak ölçülmüştür. Gerçekleştirilen ölçümlere göre β -Si₃N₄ fiberlerine ait uzunluk değerlerinin iğnemsî α -Si₃N₄ tanelerine göre daha düşük, çap değerlerinin daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. β -Si₃N₄ fiberlerinin ve iğnemsî α -Si₃N₄ tanelerinin oluşum mekanizmalarına 4.1.1., 4.1.2., 4.1.3, 4.2.1, 4.2.2, 4.2.3 bölümlerinde detaylı olarak değinilmiştir.

α -24 kompozisyonunun 1525°C’de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen iğnesel α -Si₃N₄ tanelerinin EDX tekniğiyle gerçekleştirilen elementel analizine ait grafik Şekil 4.33’de sunulmuştur. α -Si₃N₄ fiberlerinin elementel analizinde Ca, O, N, C, Al, Sm, Si elementlerine ait pikler gözlemlenmiştir. Si pikinin Si₃N₄’ten ve/veya SiC’den gelebileceği, N pikinin Si₃N₄’ten ve/veya AlN’den gelebileceği, C pikinin SiC’den gelebileceği, O pikinin Al₂O₃ ve/veya Sm₂O₃’ten gelebileceği, Al pikinin Al₂O₃ ve/veya AlN’den gelebileceği, Sm pikinin Sm₂O₃’ten gelebileceği, Ca pikinin CaF₂’tan gelebileceği düşünülmektedir.

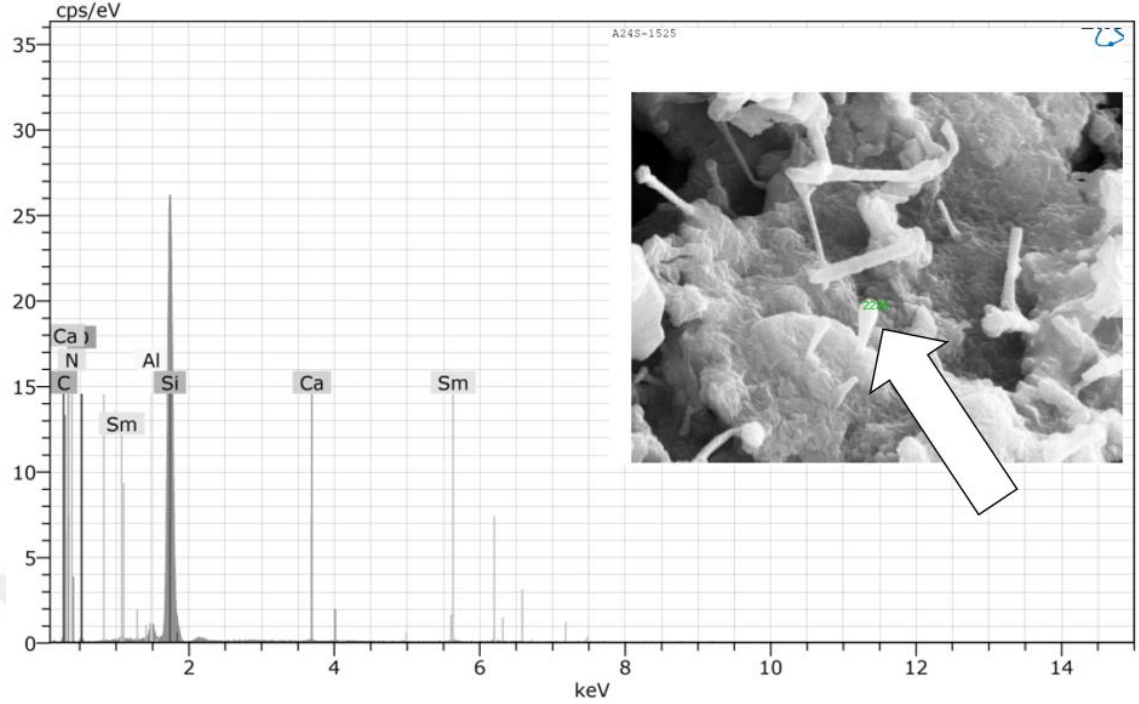
Şekil 4.34’de, fiberimsi ve iğnemsî tane boyutlarının; % açık porozite, d₅₀ ortalama porçapı ve por boyut dağılımına etkilerini gösteren matris diyagram sunulmuştur. Matris diyagramdan elde edilen bilgilere göre; iğnesel tane uzunluğu arttıkça doğru orantılı olarak % açık porozite yükselme eğilimi göstermekte, bununla beraber, d₅₀ ortalama porçapı azalma eğilimi göstermekte ve por boyut dağılımı daralmaktadır. İğnesel tane çapı arttıkça, doğru orantılı olarak; % açık porozite ve d₅₀ ortalama porçapı yükselme eğilimi göstermekte, bununla beraber, por boyut dağılımı genişlemektedir. Fiberimsi tane uzunluğu arttıkça ters orantılı olarak % açık porozite ve d₅₀ ortalama porçapı azalma eğilimi göstermekte, bununla beraber, por boyut dağılımında yaklaşık olarak herhangi bir değişim gözlenmemektedir. Fiberimsi tane çapı arttıkça ters orantılı olarak % açık porozite ve d₅₀ ortalama porçapı azalma eğilimi göstermekte, bununla beraber, por boyut dağılımında yaklaşık olarak herhangi bir değişim gözlenmemektedir.

İğnesel tanelerin gelişimi açısından sıcaklık kriterlerinin de önemli rol üstlendiği düşünülmektedir. Şekil 4.35’de; sıcaklık kriterlerinin, fiberimsi ve iğnesel tanelerin uzunluğuna ve çapına etkilerini gösteren matris diyagram sunulmuştur. Matris diyagrama göre sıcaklık (°C) arttıkça; ters orantılı olarak iğnesel tane uzunluğunun,

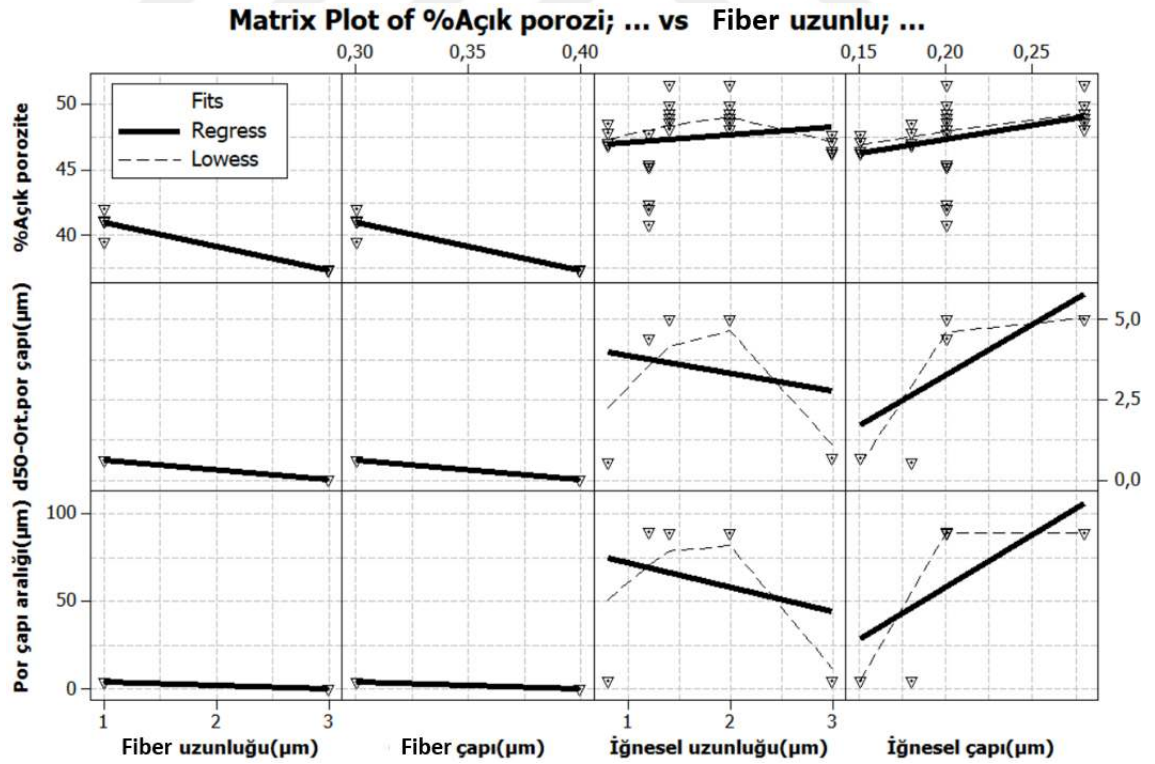
fiberimsi tane uzunluğunun ve fiberimsi tane çapının azalma eğilimi, doğru orantılı olarak iğnesel tane çapının yükselme eğilimi gösterdiği tespit edilmiştir.



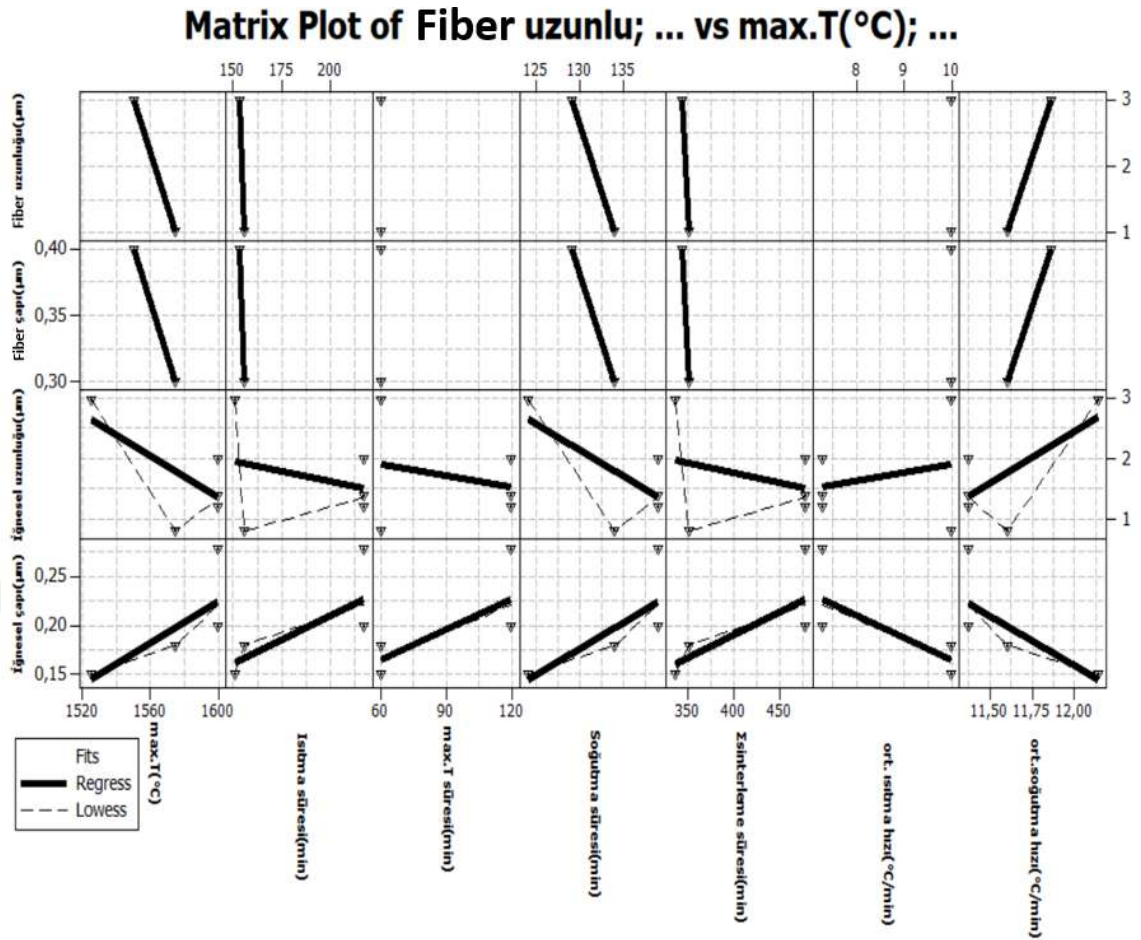
Şekil 4.32. α-24 S kompozisyonunun; 1500°C’de 60 dakika, 1525°C’de 60 dakika, 1550°C’de 60 dakika, 1575°C’de 60 dakika, 1600°C’de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen 30000 büyütmeli SEM görüntüleri.



Şekil 4.33. α -24S kompozisyonunun 1525°C’de 60 dakika sinterlenmesinden sonra elde edilen iğnemsî Si_3N_4 fiberlerinin EDX elementel analizi.



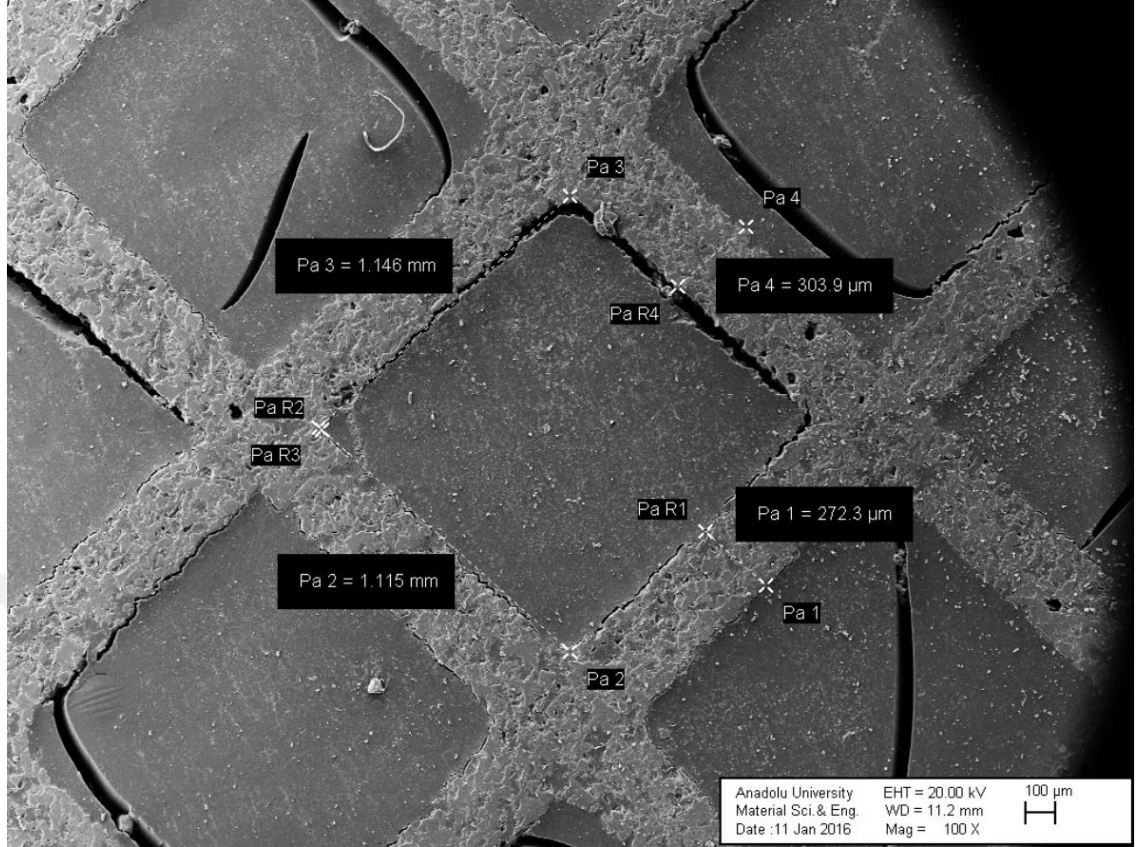
Şekil 4.34. Fiberimsi ve iğnemsî tane boyutlarının; % açık porozite, d₅₀ ortalama porçapı ve por boyut dağılımına etkilerini gösteren matris diyagram.



Şekil 4.35. Sıcaklık kriterlerinin; fiberimsi ve iğnesel tanelerin uzunluğuna ve çapına etkilerini gösteren matris diyagramı.

4.3. ΔP–Debi Analizleri

Gerek % açık porozite oranının yüksek olması (%49,37), gerek filtreleme performansını artırması beklenen iğnesel kristalleri yapısında stabil olarak tutması, gerekse por medyanı bakımından en yüksek değere sahip olması nedeniyle (d_{50} : 5,03 µm), α-24 kompozisyonu (1600°C sinterleme sıcaklığı ve 120 dakika tepe sıcaklık bekleme süresi) seçilmiş olup büyük ebatlı test plakası üretilerek ΔP–Debi testlerine devam edilmiştir. Test plakasının ebatları 49,4 mm * 104,6 mm boyutlarında ölçülmüş olup, et kalınlığı ise 4 mm olarak tespit edilmiştir. Bununla beraber elde edilen sonuçların referans karşılaştırması yapılarak değerlendirilebilmesi amacıyla ticari DPF’ten 34 mm * 64 mm, 32,6 mm * 33,2 mm, 33,2 mm * 16,8 mm, 16,8 mm * 10,4 mm ebatlarında plakalar kesilerek teste tabi tutulmuştur. Plakaların et kalınlığı; Şekil 4.36’den da görüleceği üzere, SEM’de yaklaşık 300 µm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.36. Ticari DPF'nin SEM'de 100 kez büyütülmüş görüntüsü ve filtreye ait duvar kalınlığı ve kanal boyutu ölçümleri (Gürlek, 2016).

Gözenekli malzemelerin yapısı genellikle gözenekliliğin (kapalı gözeneklilik, kör gözenekler ve boşluk gözenekleri), gözenek şeklinin, yüzey alanının ve izotropinin doğası nedeniyle çok karmaşıktır (Mullens, vd. , 2005). Filtre ortamı; akışkan veya gaz akış özellikleri, bariyer özellikleri ve işlemin etkinliği gibi uygulamalar için gözenek yapısının tüm yönlerinin kombinasyonu ile yönetilir (Mullens, vd. , 2005).

Basınç farkı; gözeneklerin ağ sistemiyle birbiriyle bağlanmasıyla ortaya çıkan kanal yapısına ve akışkanın sıkıştırılabilirliğine bağlıdır (Innocentini, vd., 2005). Sıvıların aksine, gazlar ve buharlar akış yolu boyunca genişler ve böylece gözenekli ortamın çıkışındaki akışkan hızı girişten daha fazla olur ve bu basınç düşmesi profilini etkiler (Innocentini, vd., 2005).

Çizelge 4.3, akışkanın sıkıştırılabilirliğine göre “Darcy Geçirgenlik Denklemi”ni sunmaktadır (Innocentini, vd., 2005).

Çizelge 4.3. Akışkan sıkıştırılabilirliğine göre uyarlanmış geçirgenlik denklemleri (Innocentini, vd., 2005).

	Sıkıştırılmaz akışkanlar	Sıkıştırılabilir akışkanlar
Darcy	$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{k_1} v_s$	$\frac{P_i^2 - P_o^2}{2 P L} = \frac{\mu}{k_1} v_s$

* Burada: $\Delta P = P_i - P_o$ (Pa), L = akış yönü boyunca ortalama kalınlık (m), P_i = giriş bölgesindeki akışkan basıncı (Pa), P_o = çıkış bölgesindeki akışkan basıncı (Pa), P = mutlak akışkan basıncı (Pa), μ = akışkan viskozitesi (Pa.s), v_s = akışkan hızı (m/sn), k_1 = darcy geçirgenliği (m²)

Sıkıştırılabilirlik etkisi; kayalar, tuğlalar, fayanslar, beton ve dökme refrakterler gibi düşük gözenekli malzemeler için daha belirgindir, ancak, numunenin kalınlığına ve basınç veya hıza bağlı olarak yüksek gözenekli ortam için de uygulamalarda önemli olabilir (Innocentini, vd., 2005). Bu nedenle, gaz akışı deneyleriyle geçirgenlik değerlendirmesinin, eğer sıkıştırma etkisi ihmal edilirse hata üretme olasılığı daha yüksektir (Innocentini, vd., 2005).

Basınç farklılığı testlerinde akışkan olarak hava kullanılmıştır. Hava, gaz halinde olduğundan dolayı sıkıştırılabilir özelliktedir. Bu sebeple; Darcy geçirgenlik hesaplamalarında, Çizelge 4.3'den elde edilen, sıkıştırılabilir akışkanlar için uygun olan aşağıdaki formül kullanılmıştır:

$$\frac{P_i^2 - P_o^2}{2 P L} = \frac{\mu}{k_1} v_s \quad (4.7)$$

Gazların viskozitesi belirtildiği üzere Sutherland Eşitliği'ne göre hesaplanır. (Bkz. Eşitlik 4.8) (Innocentini, vd., 2005).

$$\mu = \mu_o \left(\frac{T + 273}{273} \right)^{1.5} \left(\frac{273 + C_n}{T + 273 + C_n} \right) \quad (\text{Sutherland equation}) \quad (4.8)$$

Akışkan viskozitesini hesaplama esnasında μ_o ve C_n değerleri, Çizelge 4.4'den (farklı sıcaklık ve basınçlarda su ve ortak gazların yoğunluğu ve viskozitesini tahmin etmek için faydalı denklemler) alınır (Innocentini, vd., 2005).

Çizelge 4.4. Farklı sıcaklık ve basınçlarda su ve ortak gazların yoğunluğu ve viskozitesini tahmin etmek için faydalı denklemler (Innocentini, vd., 2005).

Gas	$M/\text{kg mol}^{-1}$	$\mu_0/10^{-5}\text{Pa}\cdot\text{s}$	C_n	Temperature range/ $^{\circ}\text{C}$
Ammonia (NH_3)	0.017	0.831	503	20–300
Carbon dioxide (CO_2)	0.044	1.38	254	20–280
Carbon monoxide (CO)	0.028	1.66	101	20–280
Chlorine (Cl_2)	0.071	1.23	350	20–500
Ethane (C_2H_6)	0.030	0.861	252	25–300
Ethylene (C_2H_4)	0.028	0.839	225	20–300
Hydrogen (H_2)	0.002	0.848	138	20–825
Methane (CH_4)	0.016	1.00	164	20–500
Nitrogen (N_2)	0.028	1.66	105	20–825
Nitrogen dioxide (NO_2)	0.046	1.78	128	20–250
Nitrogen monoxide (NO)	0.030	1.36	260	20–280
Oxygen (O_2)	0.032	1.92	125	15–830
Propane (C_3H_8)	0.044	0.75	290	20–300
Standard air	0.029	1.73	125	15–800

ΔP –Debi testinde akışkan olarak hava kullanılmıştır. Çizelge 4.4’e göre standart havaya ait μ_0 değeri $1,73 \cdot 10^{-5}$ Pa.s, C_n katsayısı ise 125 olarak kabul edilmektedir. Deney laboratuvar ortamında gerçekleştirilmiştir. Oda sıcaklığı ise 20°C olarak kabul edilmiştir. Sutherland eşitliğine göre (Bkz. Eşitlik 4.8), akışkan viskozitesi aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır:

$$\mu = 1,73 \cdot 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{s} * \left(\frac{20^{\circ}\text{C}+273}{273} \right)^{1,5} * \left(\frac{273+125}{20^{\circ}\text{C}+273+125} \right) = 1,83 \cdot 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{s}$$

Ergun (1952); hem viskoz hem de atalet rejimlerinde toplanan deneysel sonuçlarla; küreler, silindirler, tabletler, nodüller, yuvarlak kum ve ezilmiş malzemeler (cam, kok, kömür vb.) için geçirgenlik denklemi geliştirmiş olup; denklemde verilen d_p eşdeğer tane çapı, ε hacimsel boşluk oranıdır (Ergun, 1952; Innocentini, vd. ’den (2005)).

$$k_1 = \frac{\varepsilon^3 d_p^2}{150 (1 - \varepsilon)^2} \quad (4.9)$$

α -24 kompozisyonu ($1600^{\circ}\text{C} - 120$ dakika) için, Şekil 4.2’de belirtildiği üzere açık porozite oranı ortalama $\sim 49,37$ olarak ölçülmüştür. Bu nedenle; hacimsel boşluk

oranı ε , yaklaşık olarak 0,4937 olarak kabul edilmektedir. Bölüm 4.1.2’de belirtildiği üzere; α -24 kompozisyonu (1600°C – 120 dakika) için, porozite medyanını (ortalama gözenek boyutu) ifade eden d_{50} değeri, civa porozimetresiyle 5,03 μm ($\sim 5 \mu\text{m}$) olarak ölçülmüştür. Bu sebeple; d_p eşdeğer tane çapı, yaklaşık 5 μm (veya $5 \cdot 10^{-6} \text{ m}$) olarak kabul edilmektedir. Geçirgenlik denklemine göre (Bkz. Eşitlik 4.9), teorik k_1 geçirgenlik değeri aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır:

$$k_1 = \frac{(0,4937)^3 \cdot (5 \cdot 10^{-6} \text{ m})^2}{150 \cdot (1 - 0,4937)^2} = 7,82 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2$$

Test plakası ve ticari DPF plakasına ait detaylar, ΔP –debi test düzeneğinden elde edilen veriler ve yukarıda verilen formüller doğrultusunda yapılan hesaplamalar, deneysel ve teorik olarak bulunan darcy geçirgenlik değerleri Çizelge 4.5’te verilmiştir:

ΔP -Debi test ünitesiyle ve beraberinde hesaplamalar yoluyla elde edilen deneysel değerler doğrultusunda; darcy geçirgenliği (k_1 (m^2)) - basınç farkı (ΔP (Pa)) grafiği, hava debisi ($m^3/saniye$) - basınç farkı grafiği (ΔP (Pa)) oluşturularak sırasıyla Şekil 4.37’de ve Şekil 4.38’de sunulmuştur. Deneysel şartlarda, Şekil 4.37’den görüleceği üzere; α -24 test plakası için 10000 Pa’dan 50000 Pa’a kadar basınç farkı, ticari DPF için 8000 Pa’dan 32000 Pa’a kadar basınç farkı meydana gelmiştir. k_1 deneysel darcy geçirgenliği açısından değerlendirme yapıldığında; α -24 test plakasının Eşitlik 4.10’da belirtilen eğilim çizgisi denklemiyle $3,45.10^{-14} m^2$ ile $1,01.10^{-13} m^2$ arasında ortalama $6,57.10^{-14} m^2$, ticari DPF plakasının ise Eşitlik 4.11’de belirtilen eğilim çizgisi denklemiyle $5,46.10^{-13} m^2$ ile $7,68.10^{-13} m^2$ arasında ortalama $3,91.10^{-12} m^2$ k_1 deneysel darcy geçirgenliğine sahip olduğu tespit edilmiştir. Karşılaştırma yapıldığında; ticari DPF’nin sahip olduğu ortalama k_1 deneysel darcy geçirgenliğinin, α -24 test plakasına göre yaklaşık 8,3 kat daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir.

$$y = (-3.10^{-19})x + 8.10^{-14} \quad (4.10)$$

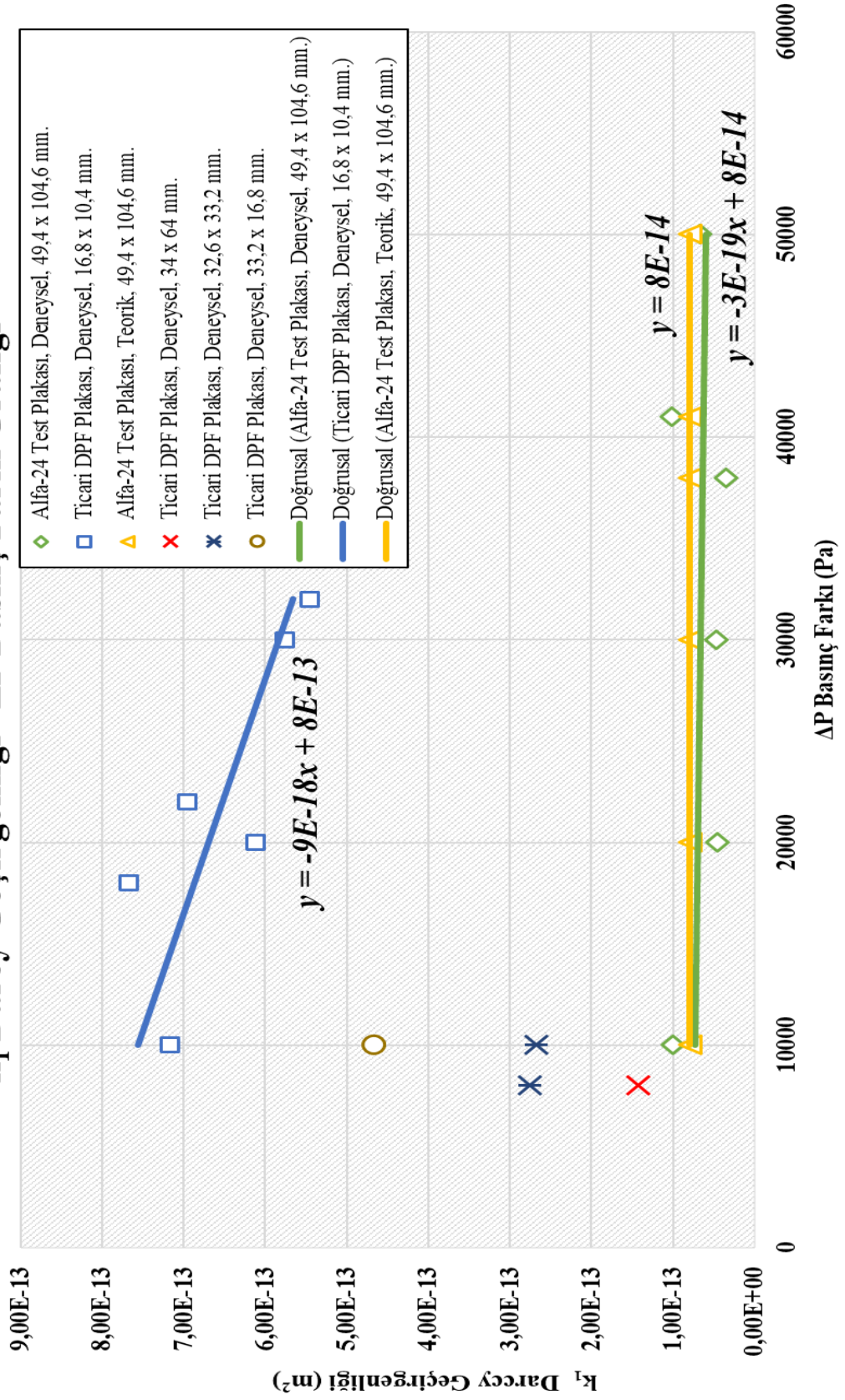
$$y = (-9.10^{-18})x + 8.10^{-13} \quad (4.11)$$

Ticari DPF’nin daha düşük ΔP basınç farkı ve daha yüksek k_1 deneysel darcy geçirgenliğine sahip olmasının nedeninin, α -24 test plakasına ait d_{50} ortalama por boyutu ve açık porozite oranının ticari DPF’e göre düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. ΔP Basınç düşüşü mekanik bir etki olup DPF’te kullanılan malzeme tipinden (SiC, vb.) bağımsızdır ve DPF duvarı içerisindeki açık porozitelerin birbiriyle bağlanmasından oluşan ağ biçimli egzoz gazı akış kanalının yapısına bağlıdır (Murtagh ve Johnson, 2014). Kriegesmann vd. (2009), kılcal akış porometrisi kullanarak SiC yapılı ticari bir DPF’nin gözenek büyüklüklerini ve gözenek oranını tespit etmiş, ticari bir DPF duvarının sahip olduğu gözeneklerin %90’ına ait por boyutunun $10 \mu m - 11 \mu m$ arasında olduğunu gözlemlemiş (Bkz. Şekil 2.41) ve ideal bir motor performansı için açık porozite oranının %50 - %60 arasında olması gerektiğini belirtmişlerdir (Kriegesmann vd., 2009: Kriegesmann’dan (2014)). Ayrıca; filtreleme verimi ve basınç düşüşü arasındaki uzlaşma için, ortalama $10 \mu m$ gözenek büyüklüğünün (d_{50}) yeterli görüldüğünü ifade etmişlerdir (Kriegesmann vd., 2009: Kriegesmann’dan (2014)). Daha önce de belirtildiği üzere, α -24 test plakasının açık porozite oranı %49,3684,

ortalama gözenek boyutu (d_{50}) değeri 5,0293 μm 'dur. α -24 test plakasına ait açık porozite oranı ve ortalama gözenek boyutu (d_{50}) değerinin, ticari bir DPF'nin sahip olduğu ideal değerlerin altında kalması sebebiyle; α -24 test plakasının, ticari DPF plakasına göre yüksek basınç farklılığına ve düşük darcy geçirgenliğine sahip olduğu düşünülmektedir.

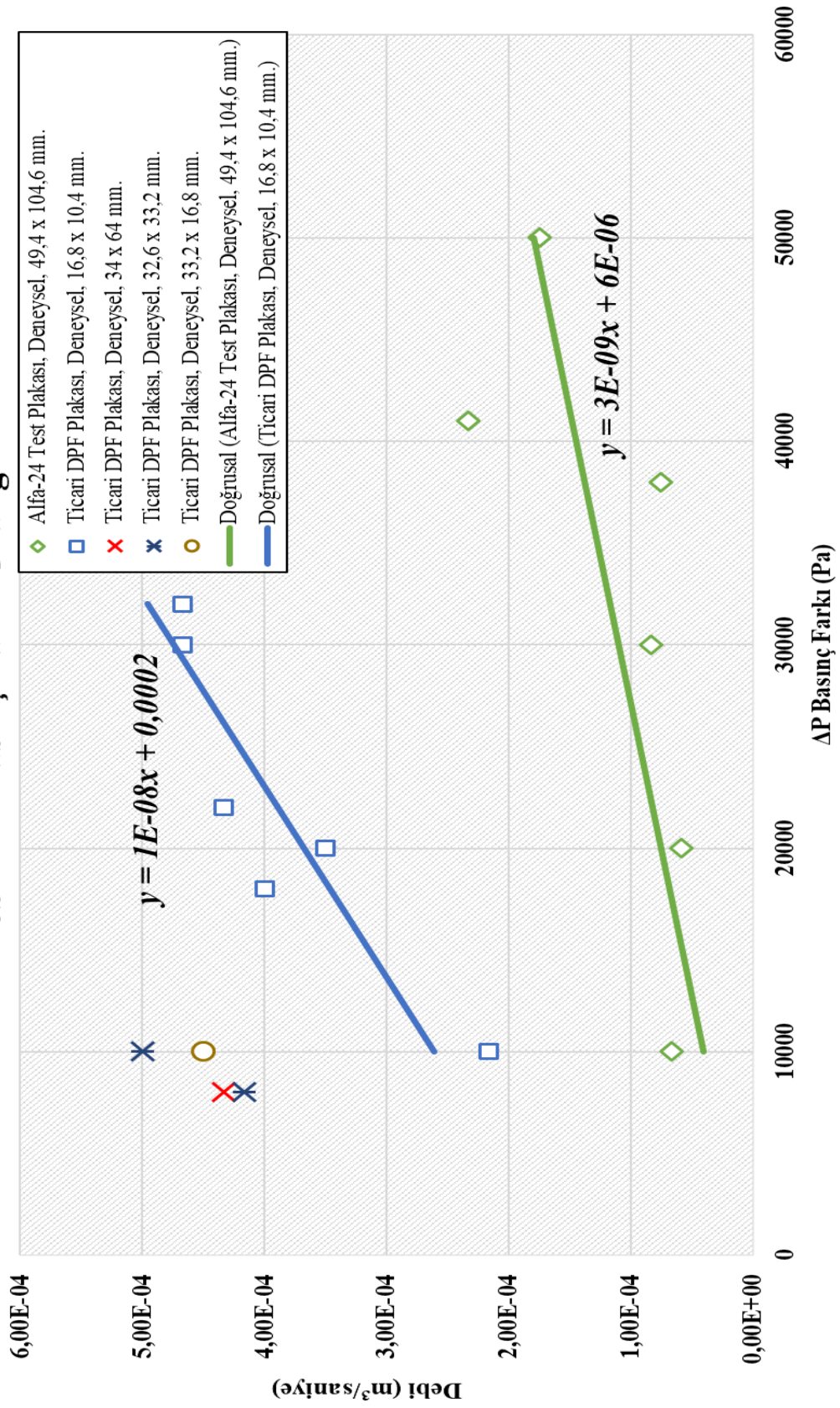
α -24 test plakasının teorik darcy geçirgenlik değeri $7,91.10^{-14} \text{ m}^2$ olarak hesaplanmış olup, ortalama deneysel darcy geçirgenliğinin teorik değere yaklaşık %83 yakınlıkta olduğu gözlemlenmiştir. Teorik darcy geçirgenlik değerinin deneysel değere yakın olması; gerek yeni oluşturulan ΔP -Debi test ünitesiyle, gerekse deney metoduyla güvenilir sınırlarda analiz gerçekleştirdiğini ifade etmekte olup, bu durum gelecekte yapılabilecek deneysel çalışmalar açısından umut vericidir.

k_1 Darcy Geçirgenliği - ΔP Basınç Farkı Grafiği



Şekil 4.37. Darcy geçirgenliği (k_1) - basınç farkı (ΔP) grafiği.

Debi - ΔP Basınç Farkı Grafiği



Şekil 4.38. Hava debisi - basınç farkı grafiği.

5. SONUÇ

Gerçekleştirilen tez çalışmasında;

Reaksiyon bağlamalı kısmi sinterleme tekniğiyle farklı türde bağlayıcı fazlar kullanılarak, SiC yapılı DPF duvarını simüle eden parçalar üretilmiştir.

Gözenek kanalları içerisinde iğnesel ve fiberimsi taneler geliştirilmiştir. Gelişim sağlayan tanelere ait kompozisyonlar, sinterleme rejimleri, faz yapıları, tespit edilen tane uzunlukları ve çapları aşağıdaki gibidir:

- a) α -12 kompozisyonunda, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde, ortalama 1,2 μ m uzunluğa ve ortalama 0,2 μ m çapa sahip Si₃N₄ iğnemsî taneleri.
- b) α -24 kompozisyonunda, 1600°C’de 120 dakika sinterleme rejiminde, ortalama 1,4 μ m uzunluğa ve ortalama 0,2 μ m çapa sahip Si₃N₄ iğnemsî taneleri.
- c) α -24 kompozisyonunda, 1550°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde, ortalama 3 μ m uzunluğa ve ortalama 0,4 μ m çapa sahip Si₃N₄ fiberimsî taneleri.
- d) α -24G kompozisyonunda, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde, ortalama 1 μ m uzunluğa ve ortalama 0,3 μ m çapa sahip SiC iğnemsî taneleri.
- e) α -24S kompozisyonunda, 1525°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde, ortalama 3 μ m uzunluğa ve ortalama 0,15 μ m çapa sahip Si₃N₄ iğnemsî taneleri.
- f) α -24S kompozisyonunda, 1575°C’de 60 dakika sinterleme rejiminde, ortalama 1 μ m uzunluğa ve ortalama 0,3 μ m çapa sahip Si₃N₄ fiberimsî taneleri.

İğnesel ve fiberimsî tanelerin uzunluk ve çap değerleri ile DPF’nin filtreleme performansı ve ΔP basınç farkı karakteristiklerini yakından ilgilendiren; % açık porozite, d_{50} ortalama gözenek boyutu ve porozite boyut dağılımını aşağıdaki gibi etkilediği tespit edilmiştir:

- a) İğnesel tane uzunluğu arttıkça doğru orantılı olarak % açık porozite yükselme eğilimi göstermekte, bununla beraber, d_{50} ortalama porçapı azalma eğilimi göstermekte ve por boyut dağılımı daralmaktadır.
- b) İğnesel tane çapı arttıkça, doğru orantılı olarak; % açık porozite ve d_{50} ortalama porçapı yükselme eğilimi göstermekte, bununla beraber, por boyut dağılımı genişlemektedir.
- c) Fiberimsî tane uzunluğu arttıkça ters orantılı olarak % açık porozite ve d_{50} ortalama porçapı azalma eğilimi göstermekte, bununla beraber, por boyut dağılımında yaklaşık olarak herhangi bir değişim gözlenmemektedir.

d) Fiberimsi tane çapı arttıkça ters orantılı olarak % açık porozite ve d_{50} ortalama porçapı azalma eğilimi göstermekte, bununla beraber, por boyut dağılımında yaklaşık olarak herhangi bir değişim gözlenmemektedir.

% Ağırlık değişimi, % açık porozite ve bulk yoğunluğu (gr/cm^3) özelliklerinin birbiriyle ilişkileri ele alındığında; bulk yoğunluğunun % ağırlık değişimiyle doğru orantılı, bulk yoğunluğunun % açık poroziteyle ters orantılı, % açık porozitenin ise % ağırlık değişimiyle ters orantılı ilişkisi olduğu tespit edilmiştir.

d_{50} ortalama por boyutunun, por boyut dağılımıyla birlikte doğru orantılı ilişkisi olduğu tespit edilmiştir.

Tüm kompozisyonlar ve tüm sinterleme rejimlerinde elde edilen özellikler genel olarak değerlendirildiğinde; α -24 kompozisyonunun, 1600°C ve 120 dakika sinterleme rejiminde elde edilen, DPF duvarının geçirgenliği ve DPF duvarının filtreleme verimi açısından en önemli karakteristikler olan açık porozite oranı (%49,3684) ve ortalama gözenek boyutu (d_{50}) değeriyle ($5,0293 \mu\text{m}$), ticari DPF'lere en yakın özelliklere (~ 50 -60, 10 -11 μm) sahip olduğu tespit edilmiştir. Bununla beraber; α -24 kompozisyonunun DPF performansını artırması beklenen iğnesel kristalleri yapısında stabil olarak da tutmaktadır. Bu yüzden; 1600°C ve 120 dakika sinterleme rejimindeki α -24 kompozisyonunun, diğer kompozisyon ve rejimlere göre bir adım öne çıktığı gözlemlenmektedir. Buradan yola çıkılarak, basınç farklılığı testlerinin yapılıp, elde edilen verilerin ticari DPF'le karşılaştırılması için α -24 kompozisyonundan test plakası üretilmiştir.

k_1 deneysel darcy geçirgenliği açısından değerlendirme yapıldığında; α -24 test plakasının " $y = (-3.10^{-19})x + 8.10^{-14}$ " eğilim çizgisi denklemiyle $3,45.10^{-14} \text{ m}^2$ ile $1,01.10^{-13} \text{ m}^2$ arasında ortalama $6,57.10^{-14} \text{ m}^2$, ticari DPF plakasının " $y = (-9.10^{-18})x + 8.10^{-13}$ " eğilim çizgisi denklemiyle $5,46.10^{-13} \text{ m}^2$ ile $7,68.10^{-13} \text{ m}^2$ arasında ortalama $3,91.10^{-12} \text{ m}^2$ k_1 deneysel darcy geçirgenliğine sahip olduğu tespit edilmiştir. Karşılaştırma yapıldığında; ticari DPF'nin sahip olduğu ortalama k_1 deneysel darcy geçirgenliğinin, α -24 test plakasına göre yaklaşık 8,3 kat daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir.

α -24 test plakasının teorik darcy geçirgenlik değeri $7,91.10^{-14} \text{ m}^2$ olarak hesaplanmış olup, ortalama deneysel darcy geçirgenliğinin teorik değere yaklaşık %83 yakınlıkta olduğu gözlemlenmiştir. Teorik darcy geçirgenlik değerinin deneysel değere

yakın olması; gerek yeni oluşturulan ΔP -Debi test ünitesiyle, gerekse deney metoduyla güvenilir sınırlarda analiz gerçekleştirdiğini ifade etmekte olup, bu durum gelecekte yapılabilecek deneysel çalışmalar açısından umut vericidir.



KAYNAKLAR

- Akovalı, G., & Uyanık, N. (2001). "Ceramic Matrix Composite". G. Akovalı (Dü.) içinde, *Handbook of Composite Fabrication* (s. 9-11). Shrewsbury: Rapra Technology Ltd.
- Binner, J. (2005). Slurry Coating and Combustion of Polymer Foams. M. Scheffler, & P. Colombo (Dü) içinde, *Cellular Ceramics: Structure, Manufacturing, Properties and Applications* (s. 35). Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Bocanegra-Bernal, M. H., Aguilar-Elguézabal, A., & Echeberria, J. (2012). High Temperature Oxidation of Silicon Nitride Based Ceramics. E. J. Hierra, & J. A. Salazar (Dü) içinde, *Silicon Nitride Synthesis, Properties and Applications* (s. 3-5). New York: Nova Science Publishers, Inc.
- Ceja-Cárdenas, L., Lemus-Ruiz, J., Díaz-de la Torre, S., & Bedolla-Becerril, E. (2012). Si₃N₄ Phase Transformation. E. J. Hierra, & J. A. Salazar (Dü) içinde, *Silicon Nitride Synthesis, Properties and Applications* (s. 109-111). New York: Nova Science Publishers, Inc.
- Chawla, K. K. (2012). "Ceramic Matrix Materials". *Composite Materials: Science and Engineering* (s. 98). içinde New York: Springer New York Heidelberg Dordrecht London.
- Chen, J., Li, N., Wei, Y., & Han, B. (2018). The Microstructure Design of the Bonding System and Novel Technical Routes for Si₃N₄-Bonded SiC-Refractories. *refractories WORLDFORUM*, 10(1), 91-100.
- Chung, D. D. (2010). "Introduction". B. Derby (Dü.) içinde, *Composite Materials: Science and Applications* (s. 1-4). London: Springer-Verlag.
- Corning's Extrusion Manufacturing Process*. (2017). 2 14, 2019 tarihinde Corning Incorporated (USA): http://www.corning.com/worldwide/en/innovation/materials-science/ceramics/how-it-works--extrusion.html?utm_source=youtube&utm_campaign=howitworks&utm_medium=social&utm_content=extrusion adresinden alındı
- Çalış Açıkbaz, N. (2009). *Tribolojik Uygulamalara Yönelik SiALON Seramiklerinin Geliştirilmesi*. Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Seramik Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Eskişehir.
- Çalış Açıkbaz, N. (2017-2018). *Otomotiv Sektöründe Kullanılmak Üzere Gözenekli SiC Üretimi ve Karakterizasyonu*. Bilecik: Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi.
- Çalış Açıkbaz, N., & Mandal, H. (2016). The Fluorine Effect On The Grain-Growth of Alpha:Beta SiALON Ceramics. *Anadolu University Journal of Science and Technology A- Applied Sciences and Engineering*, 17(5), 895-904.
- Çalış Açıkbaz, N., Açıkbaz, G., Özcan, S., & Soylu, Ş. (2018). Particulate Filters for Internal Combustion Engines. *ISAS-2018 1st International Symposium on Innovative Approaches in Scientific Studies*. Kemer, Antalya.

KAYNAKLAR (Devam Ediyor)

- Çalış Açıkbash, N., Türe, Y., Gürlek, E., Özcan, S., Soylu, Ş., Açıkbash, G., & GÜdü, T. (2018). Microstructural Characterization, Mechanical, Physical and Thermal Properties of a Diesel Particulate Filter. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 43(3), s. 1383–1394.
- Diesel particulate filters (DPF) - Production process.* (2018). 2 14, 2019 tarihinde Landson Emission Technologies A/S: <https://www.landson.dk/manufacturing-flow/> adresinden alındı
- Eastwood, P. (2008). "Motor Vehicle Particulate" - "Formation I: Composition" - "Abatement". *Particulate Emissions from Vehicles* (s. 42-48, 62-95 ve 129-132, 306-311). içinde Chichester: John Wiley & Sons, Ltd.
- Ergeneman, M., Arslan, H., & Mutlu, M. (1998). "Hava Kirliliğinin Tarihçesi" - "Hava Kirliliği Nedir?" - "Dizel Motorlarında Bakım ve Ayarın Egzoz Emisyonlarına Etkisi". O. A. Kutlar (Dü.) içinde, *Taşıt Egzozundan Kaynaklanan Kirleticiler* (s. 1-4, 4-9, 30-34). İstanbul: Birsan Yayınevi.
- European Emission Standards.* (2018, 11 22). Wikipedia The Free Encyclopedia: https://en.wikipedia.org/wiki/European_emission_standards adresinden alındı.
- Fino, D., & Saracco, G. (2005). "Gas (Particulate) Filtration". M. Scheffler, & P. Colombo (Dü) içinde, *Cellular Ceramics: Structure, Manufacturing, Properties and Applications* (s. 416-418). Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- German, R. M. (2014). Katı Hal Sinterlemesinin Temelleri - İrileşme ve Yoğunlaşma, Kütle Taşınım Mekanizmaları, Buharlaşıma - Yoğuşma, Hacim Difüzyonu, Gözenek Yapısı, Geliştirilmiş Sinterleme, Reaksiyonlu Bağlama, Karbürleyici-Karbon Giderici, İşlem Kısıtlamaları. R. M. German içinde, *Sinterleme Teorisi ve Uygulamaları* (H. Ö. Gülsoy, Çev., s. 73-75, 78-80, 82-86, 88-91, 155-161, 207-209, 400-402, 431-435, 469-470). Newyork, Chishester, Brisbane, Toronto, Singapore: John Wiley & Sons, Inc. - Nobel Akademik Yayıncılık.
- Groover, M. P. (2016). Modern İmalatın Prensipleri - Principles of Modern Manufacturing. Ankara: John Wiley & Sons, Inc. - Nobel Akademik Yayıncılık.
- Gürlek, E. (2016). *Egzoz Gazı Arıtma Sistemlerinin Karakterizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Gürlek, E., Türe, Y., Açıkbash, N., Soylu, Ş., & GÜdü, T. (2016). Dizel Partikül Filtre Karakterizasyonu. *OTEKON16 - 8. Otomotiv Teknolojileri Kongresi*. Bursa.
- Hayama, S. (2011). SiC-Based Diesel Particulate Filter Developed by New Sintering Process. *Annual Report of the Ceramics Research Laboratory Nagoya Institute of Technology*, 11, 15-20.

KAYNAKLAR (Devam Ediyor)

- Heck, R. M., Farrauto, R. J., & Gulati, S. T. (2009). "Automotive Substrates". *Catalytic Air Pollution Control: Commercial Technology* (s. 180-207). içinde New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- Hull, D., & Clyne, T. W. (1996). "Design of Composite Materials". D. R. Clarke, S. Suresh, & I. M. Ward Frs (Dü) içinde, *An Introduction to Composite Materials* (s. 5-6). Cambridge: Cambridge University Press.
- Innocentini, M. D., Sepulveda, P., & Ortega, F. d. (2005). Permeability - Granular Media. M. Scheffler, & P. Colombo (Dü) içinde, *Cellular Ceramics: Structure, Manufacturing, Properties and Applications* (s. 318-319). Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Ishizaki, K., Komarneni, S., & Nanko, M. (1998). "What are porous materials?" - "Classification of porous materials". R. G. Ford (Dü.) içinde, *Porous Materials: Process Technology and Applications* (s. 1-5, 5-10). Dordrecht: Springer Science+Business Media B.V.
- Jacobson, N. S., & Myers, D. L. (2011). Active Oxidation of SiC. *Oxidation of Metals*, 75(1-2), 1-25.
- Karamitros, D., Skarlis, S. A., & Koltsakis, G. (2014). "Exhaust Gas Aftertreatment Technologies and Model Based Optimization". A. Pesiridis (Dü.) içinde, *Automotive Exhaust Emissions and Energy Recovery* (s. 139-143). Newyork: Nova Science Publishers, Inc.
- Keskin, A. (2011). Dizel Partikül Filtrelerinde Rejenerasyon Yöntemleri. *Mühendis ve Makina*, 52(615), 54-61.
- Kırcalı, Ş., Soylu, Ş., & Çalış Açıkbaz, N. (2017). Porous SiC Based Composite Ceramics Fabricated by Partial Reaction Sintering Method for Diesel Particle Filter. *II. INES International Academic Research Congress*. Alanya, Antalya.
- Kırcalı, Ş., Soylu, Ş., Çalış Açıkbaz, N., Açıkbaz, G., & Özcan, S. (2018). Properties of Porous Silicon Nitride Bonded - Silicon Carbide Ceramics for Diesel Particle Filter. *ISAS 2018 - 1st International Symposium on Innovative Approaches in Scientific Studies*. Kemer, Antalya.
- Kriegesmann, J. (2014). Recrystallized Silicon Carbide, Nitride Bonded Silicon Carbide. V. K. Sarin, L. Llanes, & D. Mari (Dü) içinde, *Comprehensive Hard Materials - Volume 2: Ceramics* (s. 140-151, 160-162). UK, USA: Elsevier.
- Lemon, D. (2014). "Emissions Mitigation and Control Systems". A. Pesiridis (Dü.) içinde, *Automotive Exhaust Emissions and Energy Recovery* (s. 17-21). Newyork: Nova Science Publishers, Inc.
- Liu, P. S., & Chen, G. F. (2014). "Porous Ceramics". *Porous Materials: Processing and Applications* (s. 11-15). içinde Oxford: Tsinghua University Press Limited. Published by Elsevier Inc.

KAYNAKLAR (Devam Ediyor)

- Marcher, J. (2018). *Diesel particulate filters (DPF) - Production process*. (Landson Emission Technologies A/S) 2 14, 2018 tarihinde <https://www.landson.dk> adresinden alındı
- Masoudi, M. (2005). Pressure Drop of Segmented Diesel Particulate Filters. *2005 SAE World Congress* (s. 1-11). Detroit, Michigan: SAE International. Nisan 11-14, 2005 tarihinde alındı
- Matthews, F. L., & Rawlings, R. D. (1999). "Definitions and Classification". *Composite Materials: Engineering and Science* (s. 3-8). içinde Cambridge: Woodhead Publishing Limited - CRC Press LLC.
- Melscoet-Chauvel, I., Remy, C., & Tao, T. (2005). High Porosity Cordierite Filter Development For NO_x/PM Reduction. *29th International Conference on Advanced Ceramics and Composites* (s. 11-20). Cocoa Beach, Florida: The American Ceramic Society.
- Messier, D. R., Riley, F. L., & Brook, R. J. (1978). The α/β Silicon Nitride Phase Transformation. *Journal of Materials Science*, 13(6), 1199–1205.
- Mullens, S., Luyten, J., & Zeschky, J. (2005). Characterization Methods - Capillary Flow Porometry. M. Scheffler, & P. Colombo (Dü) içinde, *Cellular Ceramics: Structure, Manufacturing, Properties and Applications* (s. 248-253). Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Murtagh, M. J., & Johnson, T. V. (2014). "Diesel Particulate Filter Overview: Material, Geometry and Application". A. Pesiridis (Dü.) içinde, *Automotive Exhaust Emissions and Energy Recovery* (s. 178-189). Newyork: Nova Science Publishers, Inc.
- Notox diesel particulate filter production*. (2014). 2 14, 2019 tarihinde Environmental XPRT: <https://www.environmental-expert.com/videos/notox-diesel-particulate-filter-production-video-703729> adresinden alındı
- (2015). *Onuncu Kalkınma Planı 2014-2018 Seramik Çalışma Grubu Raporu*. Ankara: T.C. Kalkınma Bakanlığı.
- Petzow, G., & Hermann, M. (2002). "Silicon Nitride / Silicon Carbide Composites". D. M. Mingos, & M. Jansen (Dü) içinde, *High Performance Non-Oxide Ceramics II* (s. 140-142). Berlin: Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York.
- Pierson, H. O. (1996). *Handbook of Refractory Carbides and Nitrides - Properties, Characteristics, Processing and Applications*. Westwood, New Jersey, USA: NOYES PUBLICATIONS.
- Pulkrabek, W. W. (2016). "Partikül Maddeler" - "Modern Dizel Motorları" - "Partikül Tutucular". H. Yaşar, E. Büyükkaya, H. S. Soyhan, & İ. Taymaz (Dü) içinde, *İçten Yanmalı Motorlar Mühendislik Temelleri* (s. 344-347, 361, 360-361). İzmir: İzmir Güven Kitabevi.

KAYNAKLAR (Devam Ediyor)

- Puteh, R. (1984). *Studies and computing techniques in the spectral characterisation of solids*. Doktora tezi, Durham University Academic Support Office, Durham - England.
- Rice, R. (2005). Impact of Fabrication on Microstructure, Experimental Evaluation of Permeability. M. Scheffler, & P. Colombo (Dü) içinde, *Cellular Ceramics: Structure, Manufacturing, Properties and Applications*. (s. 308-309, 315-317). Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Ryan, C. E., Marshall, R. C., Hawley, J. J., Berman, I., & Considine, D. P. (1967). The Conversion of Cubic to Hexagonal Silicon Carbide as a Function of Temperature and Pressure. *Air Force Cambridge Research Laboratories - Physical Science Research Papers, AFCRL-67-0436*(336), 9-18.
- Šajgalík, P., Lencés, Z., & Hnatko, M. (2010). "Nitrides". R. Riedel, & I.-W. Chen (Dü) içinde, *Ceramics Science and Technology: Volume 2 - Properties* (s. 59-65). Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Schmalzried, C., & Schwetz, K. A. (2010). "Silicon Carbide- and Boron Carbide-Based Hard Materials". R. Riedel, & I.-W. Chen (Dü) içinde, *Ceramics Science and Technology: Volume 2 - Properties* (s. 131-134). Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Soylu, Ş. (2016-2017). *Egzoz Gazı Arıtma Sistemlerinin Karakterizasyonu*. Bilecik: Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi.
- Soylu, Ş. (2016-2017). *Ticari Dizel Partikül Filtrelerin Mekanik Termal ve Fiziksel Özelliklerinin Tespiti*. Bilecik: Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi.
- Stewart, M., Gallant, T., Kim, T., Maupin, G., & Zelenyuk, A. (2010). *Fuel Efficient Diesel Particulate Filter (DPF) Modelling and Development*. Pacific Northwest National Laboratory Operated by Battelle for the United States Department of Energy.
- Türe, Y., Gürlek, E., Çalış Açıkbaz, N., & Soylu, Ş. (2016). Characterization of Commercial Diesel Particle Filter. *IBCESS - 1st International Black Sea Congress on Environmental Sciences*. Giresun.
- Wang, H., & Fischman, G. S. (1991). In Situ Synthesis of Silicon Carbide Whiskers from Silicon Nitride Powders. *Journal of the American Ceramic Society*, 74(7), 1519-1522.
- Wight, J. (2005). "Honeycombs". M. Scheffler, & P. Colombo (Dü) içinde, *Cellular Ceramics: Structure, Manufacturing, Properties and Applications* (s. 57-83). Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Yang, S., Deng, C., Gao, Y., & He, Y. (2016). Diesel particulate filter design simulation: A review. *SAGE Journals - Advances in Mechanical Engineering*, 8(3), s. 1-14.

EKLER

EK-1. DENEYSEL ÇALIŞMALARA AİT VERİLER

REÇETE	PELET NO	PİŞİRİM KÜRÜ	TEPE SICAKLIK (°C)	TEPE SICAKLIK SÜRESİ (dakika)	İSTİMA SÜRESİ (dakika)	SOĞUTMA SÜRESİ (dakika)	PİŞİRİM SÜRESİ (dakika)	ORTALAMA İSTİMA HIZI (°C/dakika)	ORTALAMA SOĞUTMA HIZI (°C/dakika)	PİŞME ÖNCESİ AĞIRLIK (gr.)	PİŞME SONRASI AĞIRLIK (gr.)	SUDAKİ AĞIRLIK (gr.)	HAVADAKİ AĞIRLIK (gr.)	% PİŞME SONRASI AĞIRLIK DEĞİŞİMİ	% AÇIK POROZİTE	BULK YOĞUNLUK (gr/cm ³)
α-12	1	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	0,8313	0,2735	0,1867	0,3452	-	45,23659306	1,7256
α-12	2	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	0,8213	0,2759	0,1944	0,3437	-	45,4119223	1,8480
α-12	3	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	0,833	0,3431	0,2378	0,4392	-	47,71598808	1,7036
α-12	4	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	0,8123	0,2948	0,1971	0,3665	-	42,32585596	1,7403
α-12	5	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	0,8118	0,342	0,2234	0,4237	-	40,78881677	1,7074
α-12	6	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	0,8225	0,3039	0,2052	0,3753	-	41,97530864	1,7866
β-12	13	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,6506	1,2049	0,7808	1,5101	-27,00230219	41,84834773	1,652132182
β-12	14	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,658	1,2269	0,8094	1,5639	-26,00120627	44,66534129	1,626110007
β-12	15	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,6544	1,2183	0,7867	1,5156	-26,36000967	40,787488	1,671422692
β-12	16	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,6572	1,2096	0,8001	1,5416	-27,00941347	44,77410654	1,63128793
β-12	17	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,6558	1,1966	0,7883	1,5276	-27,73281797	44,7720817	1,618558095
β-12	18	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,6568	1,1486	0,7515	1,4509	-30,67358764	43,22276237	1,642264798
β-24	19	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,6541	1,1438	0,7212	1,4039	-30,85061363	38,09872565	1,675406474
β-24	20	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,6567	1,2014	0,7744	1,5144	-27,48234442	42,2972973	1,623513514
β-24	21	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,6567	1,1956	0,7725	1,5037	-27,83243798	42,13621444	1,63512035
β-24	22	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,6582	1,196	0,7807	1,5199	-27,87359788	43,81764069	1,617965368
β-24	23	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,6557	1,1928	0,7467	1,4551	-27,9579634	37,02710333	1,683794466
β-24	24	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	1,6551	1,1491	0,7655	1,4656	-30,57217087	45,20782745	1,641336952
α-24	1	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0744	1,4249	0,9655	1,8709	-31,31025839	49,25995558	1,573779545
α-24	2	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,074	1,4296	0,9685	1,8711	-31,07039537	48,91424773	1,583868823
α-24	4	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0677	1,4876	1,0144	1,9584	-28,05532718	49,87288136	1,575847458
α-24	5	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0593	1,3956	0,9509	1,8671	-32,22939834	51,46256276	1,523248199
α-24 G	1	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,091	1,5094	1,0137	1,9677	-27,81444285	48,03983229	1,582180294
α-24 G	2	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0967	1,5509	1,0424	2,0407	-26,03138265	49,06340779	1,55354102
α-24 G	3	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0874	1,5786	1,0642	2,0789	-24,37482035	49,30521336	1,555730758
α-24 G	4	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0956	1,5973	1,0783	2,1034	-23,77839282	49,37079309	1,558189445
α-24 G	5	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0919	1,6076	1,0917	2,111	-23,15120226	49,3868341	1,577160797
α-24 G	6	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0843	1,6048	1,0834	2,1089	-23,00532553	49,15650902	1,564895173
α-24 G	7	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0898	1,5891	1,0717	2,0944	-23,95923055	49,40842867	1,553828102
α-24 G	8	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0948	1,494	1,0049	1,9547	-28,6805423	48,50494841	1,572962729
α-24 G	9	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0932	1,5208	1,0252	1,9981	-27,34569081	49,0595128	1,563161682
α-24 G	10	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0991	1,6202	1,0952	2,1441	-22,81453956	49,94756411	1,54466584
α-24 S	1	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,1005	1,6601	1,1291	2,0832	-20,96643656	44,34545645	1,739964364
α-24 S	2	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0845	1,6331	1,1095	2,0704	-21,65507316	45,50941825	1,695525303
α-24 S	3	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0865	1,618	1,1021	2,0439	-22,45387012	45,22191548	1,717986834
α-24 S	4	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0974	1,6058	1,0892	2,0205	-23,43854296	44,5291528	1,724256416
α-24 S	5	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0903	1,5621	1,0558	1,9502	-25,26910013	43,39221825	1,746533989
α-24 S	6	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0954	1,4119	0,9475	1,7566	-32,61907034	42,6028921	1,745025337
α-24 S	7	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0979	1,5192	1,0278	1,9192	-27,58472758	44,87323312	1,704285394
α-24 S	8	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0929	1,5288	1,0346	1,9114	-26,95303168	43,63594891	1,743613139
α-24 S	9	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0995	1,5365	1,0385	1,9249	-26,81590855	43,81768953	1,733416065
α-24 S	10	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0947	1,447	0,9741	1,8035	-30,92089559	42,98287919	1,744634676
α-12	1	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,089	2,1215	1,4466	2,5109	1,55576831	36,58742836	1,993328949
α-12	2	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,0897	2,1282	1,4578	2,5429	1,842369718	38,21767579	1,96129389
α-24	1	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,0842	2,1356	1,4564	2,5419	2,466174072	37,42975587	1,9673883
α-24	2	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,095	2,1298	1,4614	2,5202	1,661097852	36,87193049	2,011522478
α-12	1	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,0702	2,1056	1,4266	2,4994	1,709979712	36,70768084	1,962714392
α-12	2	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,0885	2,1293	1,4421	2,5112	1,953555183	35,72163502	1,991675241
α-24	1	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,0819	2,1229	1,4362	2,5088	1,969354916	35,97799739	1,979209398
α-24	2	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,0807	2,1198	1,4318	2,5038	1,879175278	35,82089552	1,977425373
α-24 S	1	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,0946	2,1442	1,4547	2,5422	2,367993889	36,59770115	1,971678161
α-24 S	2	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,0918	2,145	1,4484	2,5443	2,543264174	36,43580619	1,957295374
α-24 G	1	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,0875	2,0289	1,3715	2,4892	-2,807185629	41,18278608	1,815245594
α-24 G	2	max. 1500 °C / 60 dak.	1500	60	148	119	327	10	12,44	2,0882	2,033	1,3693	2,4917	-2,643424959	40,86778332	1,81129722

α-24	1	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0896	1,4167	0,9637	1,8361	-32,20233538	48,07427785	1,62391105
α-24	2	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0941	1,4572	0,9915	1,898	-30,41402034	48,62658577	1,607501379
α-24 S	1	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,091	1,5248	1,0201	1,8835	-27,07795313	41,54505444	1,766041232
α-24 S	2	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0986	1,4888	0,9888	1,8209	-29,05746688	39,91106838	1,789208028
α-24 G	1	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0991	1,4625	0,9715	1,9667	-30,32728312	50,66318328	1,469553859
α-24 G	2	max. 1600 °C / 120 dak.	1600	120	218	139	477	7,25	11,37	2,0982	1,4397	0,957	1,9078	-31,38404347	49,2322549	1,51419857
α-24	1	max. 1600 °C / 60 dak.	1600	60	218	139	417	7,25	11,37	2,1032	1,6845	1,1399	2,0481	-19,9077596	40,03523453	1,854767672
α-24	2	max. 1600 °C / 60 dak.	1600	60	218	139	417	7,25	11,37	2,0013	1,6259	1,097	1,9811	-18,75780743	40,17645063	1,839045357
α-24	3	max. 1600 °C / 60 dak.	1600	60	218	139	417	7,25	11,37	2,0991	1,6797	1,1404	2,0657	-19,97999142	41,71620015	1,815303145
α-24 S	1	max. 1600 °C / 60 dak.	1600	60	218	139	417	7,25	11,37	2,1524	1,8826	1,2629	2,2322	-12,53484482	36,06726504	1,942226349
α-24 S	2	max. 1600 °C / 60 dak.	1600	60	218	139	417	7,25	11,37	2,184	1,8932	1,2666	2,2515	-13,31501832	36,37932785	1,922225607
α-24 S	3	max. 1600 °C / 60 dak.	1600	60	218	139	417	7,25	11,37	2,094	1,8039	1,2085	2,1175	-13,85386819	34,49944964	1,984488449
α-24 G	1	max. 1600 °C / 60 dak.	1600	60	218	139	417	7,25	11,37	2,0953	1,6992	1,0955	2,1312	-18,90421419	41,71092015	1,640629526
α-24 G	2	max. 1600 °C / 60 dak.	1600	60	218	139	417	7,25	11,37	2,0985	1,568	1,0015	1,9014	-25,27996188	37,04856095	1,742415824
α-24 G	3	max. 1600 °C / 60 dak.	1600	60	218	139	417	7,25	11,37	2,1739	1,6673	1,0919	2,1117	-23,30373982	43,57717199	1,634928417
α-24	1	max. 1550 °C / 60 dak.	1550	60	153	129	342	10	11,86	2,0745	2,0279	1,3889	2,4079	-2,246324416	37,29146222	1,990088322
α-24	2	max. 1550 °C / 60 dak.	1550	60	153	129	342	10	11,86	2,088	2,0625	1,4076	2,4542	-1,221264368	37,4259507	1,970666921
α-24	3	max. 1550 °C / 60 dak.	1550	60	153	129	342	10	11,86	2,0984	2,0687	1,4086	2,4616	-1,415364087	37,31244065	1,964577398
α-24 S	1	max. 1550 °C / 60 dak.	1550	60	153	129	342	10	11,86	2,1107	2,1551	1,4501	2,5345	2,103567537	34,98708963	1,987366286
α-24 S	2	max. 1550 °C / 60 dak.	1550	60	153	129	342	10	11,86	2,1139	2,1405	1,4459	2,5131	1,25833767	34,9137931	2,005715892
α-24 S	3	max. 1550 °C / 60 dak.	1550	60	153	129	342	10	11,86	2,1237	2,1521	1,4527	2,5398	1,337288694	35,66369239	1,979670683
α-24 G	1	max. 1550 °C / 60 dak.	1550	60	153	129	342	10	11,86	2,1041	1,9567	1,311	2,3843	-7,005370467	39,8974658	1,823069039
α-24 G	2	max. 1550 °C / 60 dak.	1550	60	153	129	342	10	11,86	2,1022	1,9744	1,3208	2,4097	-6,079345448	39,97612269	1,813205988
α-24 G	3	max. 1550 °C / 60 dak.	1550	60	153	129	342	10	11,86	2,1156	2,0233	1,3461	2,4497	-4,362828512	38,63718739	1,833363538
α-24	1	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,0839	1,9551	1,3631	2,4053	-6,180718844	43,19708309	1,875935521
α-24	2	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,0997	1,978	1,37	2,4334	-5,796066105	42,82490126	1,860071469
α-24	3	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,0831	1,9583	1,3521	2,4025	-5,991071	42,28865194	1,864337395
α-24	4	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,1115	1,9321	1,3365	2,3978	-8,496329623	43,88014699	1,820503157
α-24 G	1	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,0871	1,9956	1,3671	2,4315	-4,384073595	40,95264938	1,874859076
α-24 G	2	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,0899	1,986	1,3619	2,4211	-4,971529738	41,07817221	1,875
α-24 G	3	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,0987	1,9829	1,3618	2,4111	-5,517701434	40,80815782	1,889736014
α-24 G	4	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,1098	1,9442	1,3314	2,3919	-7,849085221	42,21593588	1,833286186
α-24 S	1	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,1119	1,8795	1,2931	2,4122	-11,00430892	47,6007506	1,679474578
α-24 S	2	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,0973	1,8893	1,2931	2,4201	-9,917512993	47,09849157	1,676397516
α-24 S	3	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,0959	1,8933	1,2977	2,4055	-9,666491722	46,23578263	1,709063008
α-24 S	4	max. 1525 °C / 60 dak.	1525	60	150,5	124	334,5	10	12,14	2,0991	1,8907	1,2938	2,4083	-9,928064409	46,44235083	1,696455581
α-24	5	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,1012	2,0305	1,389	2,4726	-3,364743956	40,79918789	1,873846438
α-24	6	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,1139	2,0601	1,4166	2,4959	-2,545058896	40,37802279	1,908737144
α-24	7	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,1098	2,0525	1,4134	2,4855	-2,715897241	40,38802351	1,914466934
α-24	8	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,1029	2,0044	1,3789	2,4478	-4,684007799	41,48189728	1,875198803
α-24 G	5	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,0969	1,8421	1,2621	2,3538	-12,15127092	46,87185124	1,687368325
α-24 G	6	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,1032	1,8595	1,277	2,3927	-11,58710536	47,79062472	1,666666667
α-24 G	7	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,1103	1,8635	1,2764	2,3847	-11,69501967	47,02697825	1,681403952
α-24 G	8	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,0916	1,8395	1,2555	2,3894	-12,0529738	48,49634007	1,622277097
α-24 S	5	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,0973	2,0093	1,3803	2,4475	-4,195870882	41,06071964	1,882777361
α-24 S	6	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,1053	2,0397	1,4023	2,4855	-3,115945471	41,15583456	1,883031758
α-24 S	7	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,1085	2,0431	1,4043	2,4598	-3,101731088	39,47891994	1,935670298
α-24 S	8	max. 1575 °C / 60 dak.	1575	60	155,5	134	349,5	10	11,6	2,1005	1,9922	1,3671	2,4454	-5,155915258	42,02911991	1,847537791

EK-2. CİVA POROZİMETRESİ SONUÇLARI (1600°C'DE 120 DAKİKA)

α-12				α-24				β-12				β-24			
Basıncı (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Basıncı (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Basıncı (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Basıncı (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)
1,03	176,2188	0	0	1,04	173,9327	0	0	1,04	173,8396	0	0	1,04	173,6339	0	0
2,01	90,1122	0,003468	0,00001173	2,02	89,6269	0,00171	0,000005942	2,02	89,5583	0,003587	0,00001226	2,02	89,571	0,006778	0,00002318
3,00	60,3291	0,003535	0,00002968	3,00	60,2468	0,001598	0,000009386	3,00	60,1396	0,00308	0,0000181	3,00	60,2035	0,004676	0,00002747
4,00	45,2499	0,003945	0,00002268	4,00	45,2314	0,001583	0,00001313	4,00	45,2187	0,003207	0,0000286	4,00	45,198	0,004646	0,00003855
5,50	32,9137	0,004902	0,00005493	5,50	32,8903	0,00178	0,00001995	5,50	32,9111	0,002888	0,00003238	5,49	32,9152	0,004974	0,00005577
5,99	30,1739	0,005549	0,00007644	6,00	30,1454	0	0	6,00	30,1535	0,003107	0,00004282	6,00	30,1494	0,005591	0,00007705
7,49	24,1469	0,005856	0,00009403	7,49	24,1488	0,002148	0,0000345	7,49	24,1367	0,003512	0,00005642	7,49	24,1367	0,005831	0,00009368
8,49	21,301	0,007013	0,0001342	8,49	21,3007	0,003073	0,0000588	8,49	21,2984	0,004075	0,000078	8,49	21,2962	0,005599	0,0001072
10,48	17,2535	0,007808	0,0001765	10,48	17,2507	0,002904	0,00006567	10,48	17,2503	0,00403	0,00009115	10,49	17,248	0,006983	0,0001579
12,97	13,9435	0,00919	0,0002568	12,97	13,94	0,004364	0,000122	12,98	13,9373	0,005099	0,0001426	12,98	13,9386	0,008062	0,0002254
15,96	11,3297	0,01107	0,0003818	15,97	11,3265	0,00579	0,0001998	15,96	11,33	0,005579	0,0001925	15,97	11,3243	0,01029	0,0003552
20,00	9,0417	0,01283	0,0005492	19,95	9,0652	0,007129	0,0003049	19,95	9,065	0,006095	0,0002606	20,02	9,0358	0,01459	0,0006253
24,98	7,2398	0,01557	0,0008342	24,99	7,237	0,01118	0,0005981	24,99	7,2375	0,008604	0,0004603	24,99	7,236	0,02257	0,001209
29,97	6,0347	0,01792	0,001176	29,98	6,0338	0,02096	0,001375	29,98	6,033	0,0127	0,0008332	29,98	6,0328	0,03739	0,002454
36,70	4,9277	0,00883	0,000702	35,96	5,0293	0,02014	0,001586	36,87	4,9054	0,02029	0,001617	37,61	4,8094	0,03604	0,0029
46,53	3,8872	0,00681	0,0006584	46,27	3,9287	0,02807	0,002742	46,84	3,8617	0,03341	0,003326	46,87	3,8588	0,06358	0,006897
56,17	3,2198	0,0234	0,003596	56,26	3,2146	0,01214	0,01484	56,62	3,1941	0,0485	0,006112	56,57	3,1972	0,09147	0,01129
71,25	2,5385	0,1339	0,02029	71,55	2,5277	0,2259	0,03433	71,53	2,5284	0,1263	0,01926	71,86	2,5168	0,5245	0,0801
86,13	2,1	0,3955	0,07428	87,08	2,0769	0,1084	0,02051	86,56	2,0896	0,7356	0,1388	86,92	2,0808	0,2713	0,05141
111,69	1,6193	0,2521	0,05822	111,07	1,6283	0,04704	0,01108	112,05	1,6142	0,2769	0,06531	111,75	1,6184	0,1469	0,03468
136,78	1,3223	0,08789	0,02604	136,82	1,3219	0,02086	0,006164	136,44	1,3256	0,1255	0,03721	137,28	1,3175	0,06774	0,02011
172,02	1,0514	0,04042	0,01485	171,40	1,0552	0,01267	0,004651	171,14	1,0568	0,05685	0,02081	171,62	1,0539	0,03543	0,01303
216,61	0,836	0,02103	0,009725	217,03	0,8334	0,007614	0,003518	216,94	0,8337	0,0241	0,01112	217,01	0,8334	0,01922	0,008888
266,60	0,6784	0,01245	0,007171	266,18	0,6795	0,004224	0,002433	267,39	0,6784	0,01174	0,006779	267,00	0,6774	0,01094	0,006311
327,04	0,553	0,007962	0,005635	326,45	0,554	0,002905	0,002053	327,73	0,5519	0,005657	0,004014	326,46	0,554	0,008666	0,004859
417,03	0,4337	0,005373	0,004753	417,19	0,4335	0,002326	0,002056	417,26	0,4335	0,001648	0,00146	418,35	0,4323	0,004496	0,003979
515,90	0,3506	0,003738	0,004156	515,56	0,3508	0,001257	0,001398	517,09	0,3498	0,001853	0,002063	517,32	0,3496	0,002444	0,002725
637,37	0,2838	0,00265	0,003642	637,36	0,2838	0	0	638,00	0,2835	0,00117	0,00161	638,02	0,2835	0,002155	0,002967
795,27	0,2274	0,002031	0,003465	795,06	0,2272	0	0	796,01	0,2275	0	0	796,92	0,227	0	0
966,98	0,1832	0	0	965,92	0,1834	0	0	968,48	0,183	0	0	967,55	0,1831	0	0
1196,48	0,1513	0	0	1197,05	0,1511	0	0	1197,57	0,151	0	0	1194,72	0,1514	0	0
1497,67	0,1208	0	0	1495,34	0,121	0	0	1496,99	0,1208	0	0	1496,15	0,1209	0	0
1896,21	0,0954	0	0	1897,22	0,0953	0	0	1895,22	0,0954	0	0	1896,93	0,0953	0	0
2342,56	0,0772	0	0	2345,10	0,0771	0	0	2344,23	0,0772	0	0	2347,34	0,0771	0	0
2891,63	0,0625	0	0	2893,69	0,0625	0	0	2893,55	0,0625	0	0	2892,49	0,0625	0	0
3591,44	0,0504	0	0	3591,96	0,0504	0	0	3590,72	0,0504	0	0	3591,54	0,0504	0	0
4484,59	0,0403	0	0	4486,27	0,0403	0	0	4482,82	0,0403	0	0	4485,98	0,0403	0	0
5581,19	0,0324	0	0	5583,15	0,0324	0	0	5583,63	0,0324	0	0	5581,02	0,0324	0	0
6878,42	0,0263	0	0	6877,13	0,0263	0	0	6876,27	0,0263	0	0	6877,53	0,0263	0	0
8580,43	0,0211	0	0	8576,64	0,0211	0	0	8572,95	0,0211	0	0	8573,68	0,0211	0	0
10566,15	0,0171	0	0	10565,91	0,0171	0	0	10567,81	0,0171	0	0	10570,16	0,0171	0	0
13160,82	0,0137	0	0	13162,97	0,0137	0	0	13165,64	0,0137	0	0	13158,20	0,0137	0	0
14758,85	0,0123	0	0	14756,31	0,0123	0	0	14735,60	0,0123	0	0	14762,50	0,0123	0	0
16355,73	0,0111	0	0	16359,15	0,0111	0	0	16356,83	0,0111	0	0	16345,96	0,0111	0	0
18153,25	0,01	0	0	18165,51	0,01	0	0	18158,63	0,01	0	0	18157,93	0,01	0	0
19958,71	0,0091	0	0	19952,57	0,0091	0	0	19954,03	0,0091	0	0	19962,43	0,0091	0	0
22478,56	0,008	0	0	22479,22	0,008	0	0	22475,55	0,008	0	0	22476,93	0,008	0	0
24986,30	0,0072	0	0	24987,97	0,0072	0	0	24988,41	0,0072	0	0	24989,16	0,0072	0	0
27490,85	0,0066	0	0	27488,43	0,0066	0	0	27479,75	0,0066	0	0	27463,72	0,0066	0	0
29990,91	0,006	0	0	29991,53	0,006	0	0	29989,89	0,006	0	0	29991,33	0,006	0	0
32493,17	0,0056	0	0	32492,57	0,0056	0	0	32492,08	0,0056	0	0	32492,76	0,0056	0	0
34992,56	0,0052	0	0	34991,94	0,0052	0	0	34992,79	0,0052	0	0	34992,59	0,0052	0	0
37475,05	0,0048	0	0	37492,60	0,0048	0	0	37491,22	0,0048	0	0	37492,23	0,0048	0	0
39992,28	0,0045	0	0	39990,99	0,0045	0	0	39983,51	0,0045	0	0	39992,37	0,0045	0	0
42490,38	0,0043	0	0	42482,11	0,0043	0	0	42468,76	0,0043	0	0	42484,75	0,0043	0	0
44970,83	0,004	0	0	44958,92	0,004	0	0	44953,02	0,004	0	0	44946,61	0,004	0	0
47465,83	0,0038	0	0	47456,38	0,0038	0	0	47464,48	0,0038	0	0	47465,35	0,0038	0	0
49951,13	0,0036	0	0	49953,94	0,0036	0	0	49956,96	0,0036	0	0	49945,82	0,0036	0	0
52465,60	0,0034	0	0	52426,71	0,0034	0	0	52448,89	0,0034	0	0	52454,82	0,0034	0	0
54953,39	0,0033	0	0	54949,11	0,0033	0	0	54953,48	0,0033	0	0	54950,99	0,0033	0	0
57455,66	0,0031	0	0	57446,58	0,0031	0	0	57452,35	0,0031	0	0	57453,20	0,0031	0	0
59954,34	0,003	0	0	59949,71	0,003	0	0	59954,82	0,003	0	0	59958,67	0,003	0	0
46104,89	0,0039	0,02394	3,014	46092,84	0,0039	0,01698	2,137	46096,72	0,0039	0,02594	3,265	46107,38	0,0039	0,02733	3,441
35507,71	0,0051	0	0	35506,77	0,0051	0	0	35504,35	0,0051	0	0	35504,95	0,0051	0	0
27323,87	0,0066	0	0	27318,34	0,0066	0	0	27312,84	0,0066	0	0	27316,75	0,0066	0	0
21013,15	0,0086	0	0	21024,98	0,0086	0	0	21028,00	0,0086	0	0	21016,41	0,0086	0	0
16035,05	0,0113	0	0	16024,50	0,0113	0	0	16039,55	0,0113	0	0	16027,07	0,0113	0	0
12435,36	0,0145	0	0	12435,78	0,0145	0	0	12420,43	0,0146	0	0	12434,60	0,0145	0	0
9627,78	0,0188	0	0	9627,24	0,0188	0	0	9618,84	0,0188	0	0	9609,37	0,0188	0	0
7319,12	0,0247	0	0	7317,16	0,0247	0	0	7325,90	0,0247	0	0	7312,80	0,0247	0	0
5715,40	0,0316	0	0	5715,28	0,0316	0	0	5721,50	0,0316	0	0	5701,98	0,0317	0	0
4315,85	0,0419	0	0	4317,56	0,0419	0	0	4303,37	0,042	0	0	4303,43	0,042	0	0

EK-3. CİVA POROZİMETRESİ SONUÇLARI (1500°C'DE 60 DAKİKA, 1525°C'DE 60 DAKİKA, 1550°C'DE 60 DAKİKA, 1575°C'DE 60 DAKİKA, 1600°C'DE 60 DAKİKA)

a-24, 1500°C-60dk., d50 (medyan): 4,9643 µm							a-24, 1525°C-60dk., d50 (medyan): 0,75435 µm						
Basınç (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)	Basınç (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)
1.03	175.942	0	0		0.00	0.00	1.03	176.0459	0	0	0	0.00	0.00
2.01	90.0621	0.0056	0.00001897	0.0056	0.18	0.18	2.01	90.0476	0	0	0	0.00	0.00
3.00	60.304	0.005152	0.00003016	0.010752	0.16	0.34	3	60.2639	0	0	0	0.00	0.00
4.00	45.2307	0.00612	0.00005072	0.016872	0.19	0.53	4	45.2055	0	0	0	0.00	0.00
5.50	32.913	0.006982	0.00007826	0.023854	0.22	0.75	5.5	32.8959	0	0	0	0.00	0.00
6.00	30.1593	0.00876	0.0001207	0.032614	0.28	1.03	6	30.1505	0	0	0	0.00	0.00
7.49	24.1383	0.008592	0.000138	0.041206	0.27	1.30	7.49	24.1361	0	0	0	0.00	0.00
8.49	21.2985	0.008561	0.0001639	0.049767	0.27	1.57	8.49	21.3025	0	0	0	0.00	0.00
10.48	17.2548	0.01163	0.000263	0.061397	0.37	1.93	10.48	17.2524	0	0	0	0.00	0.00
12.97	13.9412	0.01184	0.000331	0.073237	0.37	2.31	12.97	13.9427	0	0	0	0.00	0.00
15.97	11.3279	0.01401	0.0004834	0.087247	0.44	2.75	15.97	11.3276	0	0	0	0.00	0.00
20.00	9.0424	0.01664	0.0007126	0.103887	0.52	3.27	20.01	9.0409	0	0	0	0.00	0.00
24.98	7.2394	0.01927	0.001032	0.123157	0.61	3.88	24.99	7.2385	0	0	0	0.00	0.00
29.98	6.0334	0.0231	0.001516	0.146257	0.73	4.61	29.97	6.0339	0	0	0	0.00	0.00
36.43	4.9643	0.03216	0.002548	0.178417	1.01	5.62	36.61	4.94	0.0105	0.0008336	0.0105	0.27	0.27
46.34	3.9026	0.0416	0.004095	0.220017	1.31	6.93	46.12	3.9214	0.01395	0.001374	0.02445	0.36	0.63
56.06	3.2264	0.1342	0.0164	0.354217	4.23	11.16	56.52	3.1999	0.003785	0.0004632	0.028235	0.10	0.73
71.17	2.5414	0.6875	0.104	1.041717	21.66	32.82	72.1	2.5086	0.007317	0.001119	0.035552	0.19	0.91
86.61	2.0883	1.513	0.2848	2.554717	47.66	80.48	87.07	2.0772	0.02449	0.004653	0.060042	0.63	1.54
111.76	1.6183	0.3463	0.08158	2.901017	10.91	91.39	111.86	1.6169	0.06744	0.01594	0.127482	1.73	3.28
135.99	1.33	0.1411	0.0417	3.042117	4.44	95.83	136.07	1.3292	0.3433	0.1015	0.470782	8.82	12.09
171.86	1.0524	0.06763	0.02477	3.109747	2.13	97.96	172.36	1.0493	0.9222	0.3384	1.392982	23.69	35.79
216.44	0.8356	0.03137	0.0145	3.141117	0.99	98.95	217.31	0.8323	0.9516	0.4412	2.344582	24.45	60.23
266.43	0.6788	0.01446	0.008323	3.155577	0.46	99.41	267.37	0.6764	0.6351	0.3669	2.979682	16.32	76.55
326.17	0.5545	0.009936	0.007021	3.165513	0.31	99.72	326.35	0.5542	0.3975	0.2815	3.377182	10.21	86.76
416.06	0.4347	0.004596	0.004056	3.170109	0.14	99.86	416.05	0.4347	0.2384	0.2104	3.615582	6.12	92.89
515.90	0.3506	0.002527	0.002806	3.172636	0.08	99.94	516.21	0.3504	0.1319	0.1465	3.747482	3.39	96.27
637.11	0.2839	0.001762	0.002421	3.174398	0.06	100.00	637.53	0.2837	0.07733	0.1063	3.824812	1.99	98.26
796.43	0.2271	0	0	3.174398	0.00	100.00	796.47	0.2265	0.03823	0.06536	3.863042	0.98	99.24
987.04	0.1832	0	0	3.174398	0.00	100.00	988.13	0.183	0.01236	0.02632	3.875402	0.32	99.56
1199.20	0.1508	0	0	3.174398	0.00	100.00	1194.76	0.1514	0.0154	0.04011	3.890802	0.40	99.96
1495.53	0.1209	0	0	3.174398	0.00	100.00	1497.2	0.1208	0	0	3.890802	0.00	99.96
1897.51	0.0953	0	0	3.174398	0.00	100.00	1896.44	0.0954	0.00168	0.00678	3.892482	0.04	100.00
2342.22	0.0772	0	0	3.174398	0.00	100.00	2344.88	0.0771	0	0	3.892482	0.00	100.00
2891.70	0.0625	0	0	3.174398	0.00	100.00	2894.48	0.0625	0	0	3.892482	0.00	100.00
3590.94	0.0504	0	0	3.174398	0.00	100.00	3590.78	0.0504	0	0	3.892482	0.00	100.00
4484.15	0.0403	0	0	3.174398	0.00	100.00	4483.56	0.0403	0	0	3.892482	0.00	100.00
5582.37	0.0324	0	0	3.174398	0.00	100.00	5582.05	0.0324	0	0	3.892482	0.00	100.00
6877.25	0.0263	0	0	3.174398	0.00	100.00	6879.08	0.0263	0	0	3.892482	0.00	100.00
8572.47	0.0211	0	0	3.174398	0.00	100.00	8570.75	0.0211	0	0	3.892482	0.00	100.00
10568.84	0.0171	0	0	3.174398	0.00	100.00	10565.18	0.0171	0	0	3.892482	0.00	100.00
13157.21	0.0137	0	0	3.174398	0.00	100.00	13154.29	0.0137	0	0	3.892482	0.00	100.00
14759.58	0.0123	0	0	3.174398	0.00	100.00	14761.28	0.0123	0	0	3.892482	0.00	100.00
16357.24	0.0111	0	0	3.174398	0.00	100.00	16345.29	0.0111	0	0	3.892482	0.00	100.00
18159.60	0.01	0	0	3.174398	0.00	100.00	18159.88	0.01	0	0	3.892482	0.00	100.00
19956.55	0.0091	0	0	3.174398	0.00	100.00	19964.66	0.0091	0	0	3.892482	0.00	100.00
22479.47	0.008	0	0	3.174398	0.00	100.00	22480.58	0.008	0	0	3.892482	0.00	100.00
24986.23	0.0072	0	0	3.174398	0.00	100.00	24986.61	0.0072	0	0	3.892482	0.00	100.00
27489.21	0.0066	0	0	3.174398	0.00	100.00	27488.86	0.0066	0	0	3.892482	0.00	100.00
29990.16	0.006	0	0	3.174398	0.00	100.00	29990.3	0.006	0	0	3.892482	0.00	100.00
32491.02	0.0056	0	0	3.174398	0.00	100.00	32491.32	0.0056	0	0	3.892482	0.00	100.00
34992.25	0.0052	0	0	3.174398	0.00	100.00	34992.35	0.0052	0	0	3.892482	0.00	100.00
37491.63	0.0048	0	0	3.174398	0.00	100.00	37493.13	0.0048	0	0	3.892482	0.00	100.00
39991.36	0.0045	0	0	3.174398	0.00	100.00	39980.05	0.0045	0	0	3.892482	0.00	100.00
42472.73	0.0043	0	0	3.174398	0.00	100.00	42490.63	0.0043	0	0	3.892482	0.00	100.00
44964.61	0.004	0	0	3.174398	0.00	100.00	44978.27	0.004	0	0	3.892482	0.00	100.00
47461.06	0.0038	0	0	3.174398	0.00	100.00	47470.59	0.0038	0	0	3.892482	0.00	100.00
49949.65	0.0036	0	0	3.174398	0.00	100.00	49971.93	0.0036	0	0	3.892482	0.00	100.00
52448.61	0.0034	0	0	3.174398	0.00	100.00	52448.32	0.0034	0	0	3.892482	0.00	100.00
54957.89	0.0033	0	0	3.174398	0.00	100.00	54945.14	0.0033	0	0	3.892482	0.00	100.00
57451.99	0.0031	0	0	3.174398	0.00	100.00	57452.02	0.0031	0	0	3.892482	0.00	100.00
59954.44	0.003	0	0	3.174398	0.00	100.00	59955.29	0.003	0	0	3.892482	0.00	100.00
46104.84	0.0039	0.05982	7.53	3.114578			46099.46	0.0039	0.07348	9.25	3.819002		
35505.82	0.0051	0	0	3.114578			35504.99	0.0051	0	0	3.819002		
27308.97	0.0066	0	0	3.114578			27321.4	0.0066	0	0	3.819002		
21022.21	0.0086	0	0	3.114578			21018.68	0.0086	0	0	3.819002		
16015.06	0.0113	0	0	3.114578			16042.4	0.0113	0	0	3.819002		
12429.11	0.0146	0	0	3.114578			12426.01	0.0146	0	0	3.819002		
9636.48	0.0188	0	0	3.114578			9630.05	0.0188	0	0	3.819002		
7307.36	0.0248	0	0	3.114578			7320.72	0.0247	0	0	3.819002		
5706.16	0.0317	0	0	3.114578			5711.96	0.0317	0	0	3.819002		
4312.24	0.0419	0	0	3.114578			4313.27	0.0419	0	0	3.819002		
3311.27	0.0546	0	0	3.114578			3310.93	0.0546	0	0	3.819002		
2612.64	0.0692	0	0	3.114578			2611.8	0.0692	0	0	3.819002		
2007.71	0.0901	0	0	3.114578			2009.21	0.09	0				

a-24, 1575°C-60dk., d50 (medyan): 0,9455 µm							a-24, 1600°C-60dk., d50 (medyan): 0,39185 µm						
Basmış (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)	Basmış (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)
1.03	175.6986	0	0	0	0.00	0.00	1.03	176.1618	0	0	0	0.00	0.00
2.01	90.0528	0	0	0	0.00	0.00	2.01	90.1473	0	0	0	0.00	0.00
3	60.253	0	0	0	0.00	0.00	3.00	60.3059	0	0	0	0.00	0.00
4	45.2291	0	0	0	0.00	0.00	4.00	45.2212	0	0	0	0.00	0.00
5.5	32.9029	0	0	0	0.00	0.00	5.49	32.9143	0	0	0	0.00	0.00
6	30.1576	0	0	0	0.00	0.00	6.00	30.1626	0	0	0	0.00	0.00
7.49	24.1392	0	0	0	0.00	0.00	7.49	24.1402	0	0	0	0.00	0.00
8.49	21.2974	0	0	0	0.00	0.00	8.49	21.3023	0	0	0	0.00	0.00
10.48	17.2521	0	0	0	0.00	0.00	10.48	17.2544	0	0	0	0.00	0.00
12.97	13.9411	0	0	0	0.00	0.00	12.97	13.9437	0	0	0	0.00	0.00
15.97	11.3255	0	0	0	0.00	0.00	15.96	11.3295	0	0	0	0.00	0.00
20.01	9.0406	0	0	0	0.00	0.00	20.00	9.0451	0	0	0	0.00	0.00
24.98	7.2396	0	0	0	0.00	0.00	24.98	7.2401	0	0	0	0.00	0.00
29.98	6.0336	0	0	0	0.00	0.00	29.98	6.0337	0	0	0	0.00	0.00
36.7	4.9279	0.01791	0.001424	0.01791	0.53	0.53	36.58	4.9444	0.007583	0.000602	0.007583	0.26	0.26
47.08	3.8415	0.01114	0.001109	0.02905	0.33	0.86	46.40	3.8977	0	0	0.007583	0.00	0.26
56.79	3.1847	0.01303	0.001616	0.04208	0.39	1.25	56.47	3.2031	0	0	0.007583	0.00	0.26
71.83	2.5178	0.03109	0.004757	0.07317	0.92	2.18	71.98	2.5127	0	0	0.007583	0.00	0.26
86.77	2.0844	0.05004	0.009472	0.12321	1.49	3.66	86.49	2.0911	0.01945	0.00368	0.027033	0.67	0.94
111.49	1.6222	0.07883	0.01857	0.20204	2.34	6.01	110.66	1.6344	0.03256	0.007629	0.059593	1.13	2.07
136.42	1.3258	0.1704	0.05039	0.37244	5.07	11.08	136.55	1.3245	0.05071	0.01494	0.110303	1.76	3.83
171.02	1.0575	0.5444	0.1992	0.91684	16.19	27.27	171.95	1.0518	0.07326	0.02689	0.183563	2.54	6.37
216.99	0.8335	1.044	0.482	1.96084	31.05	58.32	215.98	0.8374	0.1242	0.05736	0.307763	4.31	10.67
267.23	0.6768	0.871	0.5027	2.83184	25.91	84.23	265.92	0.6801	0.3245	0.1864	0.632263	11.25	21.93
327.05	0.553	0.3285	0.2328	3.16034	9.77	94.00	325.10	0.5563	0.5447	0.3839	1.176963	18.89	40.82
416.55	0.4342	0.1235	0.1092	3.28384	3.67	97.67	417.28	0.4334	0.5745	0.5068	1.751463	19.93	60.75
515.59	0.3508	0.0426	0.04731	3.32644	1.27	98.94	516.24	0.3503	0.5179	0.5761	2.269363	17.96	78.71
636.54	0.2841	0.02118	0.02908	3.34762	0.63	99.57	635.67	0.2845	0.3218	0.4419	2.591163	11.16	89.87
796.75	0.2264	0.008631	0.01645	3.357251	0.29	99.86	797.08	0.2269	0.1599	0.2728	2.751063	5.55	95.41
965.04	0.1836	0.004837	0.01028	3.362088	0.14	100.00	965.61	0.1835	0.0713	0.1515	2.822363	2.47	97.89
1197.6	0.151	0	0	3.362088	0.00	100.00	1198.35	0.1509	0.03156	0.08224	2.853923	1.09	98.98
1501.81	0.1204	0	0	3.362088	0.00	100.00	1498.28	0.1209	0.01385	0.04444	2.867773	0.48	99.46
1894.59	0.0955	0	0	3.362088	0.00	100.00	1898.86	0.0952	0.008183	0.03304	2.875956	0.28	99.75
2341.8	0.0772	0	0	3.362088	0.00	100.00	2341.78	0.0772	0.004325	0.02186	2.880281	0.15	99.90
2894.98	0.0625	0	0	3.362088	0.00	100.00	2894.41	0.0625	0.00299	0.01865	2.883271	0.10	100.00
3592.67	0.0503	0	0	3.362088	0.00	100.00	3591.52	0.0504	0	0	2.883271	0.00	100.00
4484.26	0.0403	0	0	3.362088	0.00	100.00	4487.13	0.0403	0	0	2.883271	0.00	100.00
5582.38	0.0324	0	0	3.362088	0.00	100.00	5581.93	0.0324	0	0	2.883271	0.00	100.00
6878.5	0.0263	0	0	3.362088	0.00	100.00	6878.36	0.0263	0	0	2.883271	0.00	100.00
8561.13	0.0211	0	0	3.362088	0.00	100.00	8574.21	0.0211	0	0	2.883271	0.00	100.00
10565.89	0.0171	0	0	3.362088	0.00	100.00	10571.49	0.0171	0	0	2.883271	0.00	100.00
13157.19	0.0137	0	0	3.362088	0.00	100.00	13164.30	0.0137	0	0	2.883271	0.00	100.00
14762.11	0.0123	0	0	3.362088	0.00	100.00	14764.85	0.0122	0	0	2.883271	0.00	100.00
16365.11	0.0111	0	0	3.362088	0.00	100.00	16367.33	0.0111	0	0	2.883271	0.00	100.00
18158.78	0.01	0	0	3.362088	0.00	100.00	18156.86	0.01	0	0	2.883271	0.00	100.00
19961.03	0.0091	0	0	3.362088	0.00	100.00	19960.39	0.0091	0	0	2.883271	0.00	100.00
22479.2	0.008	0	0	3.362088	0.00	100.00	22480.53	0.008	0	0	2.883271	0.00	100.00
24989.45	0.0072	0	0	3.362088	0.00	100.00	24987.13	0.0072	0	0	2.883271	0.00	100.00
27452.86	0.0066	0	0	3.362088	0.00	100.00	27488.47	0.0066	0	0	2.883271	0.00	100.00
29992.51	0.006	0	0	3.362088	0.00	100.00	29988.73	0.006	0	0	2.883271	0.00	100.00
32493.29	0.0056	0	0	3.362088	0.00	100.00	32489.41	0.0056	0	0	2.883271	0.00	100.00
34991.63	0.0052	0	0	3.362088	0.00	100.00	34989.50	0.0052	0	0	2.883271	0.00	100.00
37493.31	0.0048	0	0	3.362088	0.00	100.00	37459.45	0.0048	0	0	2.883271	0.00	100.00
39976.87	0.0045	0	0	3.362088	0.00	100.00	39993.06	0.0045	0	0	2.883271	0.00	100.00
42481.88	0.0043	0	0	3.362088	0.00	100.00	42490.48	0.0043	0	0	2.883271	0.00	100.00
44942.42	0.004	0	0	3.362088	0.00	100.00	44968.46	0.004	0	0	2.883271	0.00	100.00
47424.9	0.0038	0	0	3.362088	0.00	100.00	47436.35	0.0038	0	0	2.883271	0.00	100.00
49944.81	0.0036	0	0	3.362088	0.00	100.00	49943.66	0.0036	0	0	2.883271	0.00	100.00
52452.27	0.0034	0	0	3.362088	0.00	100.00	52445.11	0.0034	0	0	2.883271	0.00	100.00
54941.26	0.0033	0	0	3.362088	0.00	100.00	54946.02	0.0033	0	0	2.883271	0.00	100.00
57460.63	0.0031	0	0	3.362088	0.00	100.00	57455.60	0.0031	0	0	2.883271	0.00	100.00
59941.12	0.003	0	0	3.362088	0.00	100.00	59956.18	0.003	0	0	2.883271	0.00	100.00
46102.32	0.0039	0.07571	9.53	3.286378			46102.79	0.0039	0.05224	6.576	2.831031		
35507.34	0.0051	0	0	3.286378			35508.66	0.0051	0	0	2.831031		
27320.77	0.0066	0	0	3.286378			27321.67	0.0066	0	0	2.831031		
21020.23	0.0086	0	0	3.286378			21020.28	0.0086	0	0	2.831031		
16032.48	0.0113	0	0	3.286378			16029.42	0.0113	0	0	2.831031		
12427.81	0.0146	0	0	3.286378			12423.92	0.0146	0	0	2.831031		
9630.28	0.0188	0	0	3.286378			9632.33	0.0188	0	0	2.831031		
7305.6	0.0248	0	0	3.286378			7324.80	0.0247	0	0	2.831031		
5706.66	0.0317	0	0	3.286378			5723.67	0.0316	0	0	2.831031		
4312.82	0.0419	0	0	3.286378			4320.65	0.0419	0	0	2.831031		
3309.19	0.0547	0	0	3.286378			3314.15	0.0546	0	0	2.831031		
2610.25	0.0693	0	0	3.286378			2612.46	0.0692	0	0	2.831031		
2008.71	0.09	0	0	3.286378			2008.23	0.0901	0	0	2.831031		
1506.96	0.12	0	0	3.286378			1506.19	0.1201	0	0	2.831031		
1205.69	0.15	0	0	3.286378			1202.42	0.1504	0	0	2.831031		
904.43	0.2	0	0	3.286378			904.18	0.2	0	0	2.831031		
703.32	0.2572	0	0	3.286378			704.00	0.2569	0	0	2.831031		
503.65	0.3591	0	0	3.286378			504.33	0.3586	0	0	2.831031		
402.58	0.4493	0	0	3.286378			403.73	0.448	0	0	2.831031		
302.92	0.5971	0	0	3.286378			303.47	0.596	0	0	2.831031		
242.59	0.7456	0	0	3.286378			243.14	0.7439	0	0	2.831031		
192.91	0.9375	0	0	3.286378			192.74	0.9384	0	0	2.831031		
148.2	1.2204	0	0	3.286378			148.31	1.2195	0	0	2.831031		
113.36	1.5954	0	0	3.286378			113.45	1.5942	0.08215	0.02551	2.748881		
88.68	2.0395	0.08609	0.02068	3.200288			87.77	2.0607	0.6234	0.149	2.125481		
68.27	2.6491	1.579	0.2942	1.621288			68.94	2.6235	1.093	0.2036	1.032481		
53.29	3.3941	0.9428	0.1362	0.678488			53.77	3.3637					

a-24, 1600°C-120dk., d50 (medyan): 5,0293 µm							a-24 G, 1500°C-60dk., d50 (medyan): 2,0844 µm						
Başınç (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)	Başınç (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)
1,04	173,9327	0	0	0	0,00	0,00	1,03	176,1871	0	0	0	0,00	0,00
2,02	89,6269	0,00171	0,000005842	0,00171	0,26	0,26	2,01	90,1863	0,0478	0,0001616	0,0478	2,02	2,02
3,00	60,2408	0,001598	0,000009386	0,003308	0,24	0,50	3,00	60,3123	0,03786	0,0002215	0,08566	1,60	3,62
4,00	45,2314	0,001583	0,00001313	0,004891	0,24	0,73	4,00	45,2388	0,0371	0,0003074	0,12276	1,57	5,19
5,50	32,8903	0,00178	0,00001995	0,006671	0,27	1,00	5,49	32,9224	0,0326	0,0003654	0,15536	1,38	6,56
6,00	30,1454	0	0	0,006671	0,00	1,00	6,00	30,1606	0,0352	0,0004849	0,19056	1,49	8,05
7,49	24,1488	0,002148	0,00003045	0,008819	0,32	1,32	7,49	24,1382	0,02852	0,0004581	0,21908	1,20	9,25
8,49	21,3007	0,002073	0,0000368	0,011892	0,46	1,78	8,49	21,3031	0,03051	0,0005858	0,24969	1,29	10,55
10,48	17,2507	0,002594	0,00005657	0,014796	0,44	2,22	10,48	17,2527	0,03129	0,0007076	0,28098	1,32	11,87
12,97	13,94	0,004364	0,000122	0,01916	0,65	2,87	12,97	13,9428	0,04054	0,00113	0,32152	1,71	13,58
15,97	11,3265	0,00579	0,0001988	0,02495	0,87	3,74	15,97	11,3286	0,06535	0,002254	0,38687	2,76	16,34
19,95	9,0652	0,007129	0,0003049	0,032079	1,07	4,81	20,00	9,0431	0,1415	0,006059	0,52837	5,98	22,32
24,99	7,237	0,01118	0,0005981	0,043259	1,68	6,49	24,98	7,2398	0,1778	0,009521	0,70617	7,51	29,83
29,98	6,0338	0,02096	0,001375	0,064219	3,14	9,63	29,97	6,0343	0,1747	0,01146	0,88067	7,38	37,21
35,96	5,0293	0,02014	0,001586	0,084359	3,02	12,65	36,50	4,9554	0,08588	0,006809	0,96675	3,63	40,83
46,27	3,9087	0,02807	0,002742	0,112429	4,21	16,86	46,37	3,9005	0,1312	0,01293	1,09795	5,54	46,38
56,26	3,2146	0,1214	0,01484	0,233829	18,20	35,06	56,08	3,2253	0,3499	0,04278	1,44785	14,78	61,16
71,55	2,5277	0,2259	0,03433	0,459729	33,87	68,92	70,90	2,5509	0,4158	0,06281	1,86365	17,56	78,72
87,08	2,0769	0,1084	0,02051	0,568129	16,25	85,17	86,77	2,0844	0,2165	0,0407	2,08015	9,14	87,86
111,07	1,6283	0,04704	0,01108	0,615169	7,05	92,23	111,04	1,6288	0,1102	0,02991	2,19035	4,65	92,52
136,82	1,3219	0,02096	0,008164	0,636029	3,13	95,35	137,31	1,3172	0,05288	0,01947	2,24263	2,21	94,73
171,40	1,0552	0,01267	0,004651	0,648699	1,90	97,25	172,53	1,0483	0,029	0,01069	2,27163	1,22	95,95
217,03	0,8334	0,007614	0,003518	0,655313	1,14	98,39	216,51	0,8353	0,0184	0,008522	2,29003	0,78	96,73
266,18	0,6795	0,004224	0,002433	0,660537	0,63	99,03	266,53	0,6786	0,01248	0,007185	2,30251	0,53	97,25
326,45	0,554	0,002905	0,002053	0,663442	0,44	99,46	327,44	0,5523	0,01094	0,007746	2,31345	0,46	97,72
417,19	0,4335	0,002326	0,002056	0,665768	0,35	99,81	416,28	0,4345	0,008156	0,007213	2,321606	0,34	98,06
515,56	0,3508	0,001257	0,001398	0,667025	0,19	100,00	516,78	0,35	0,00699	0,007769	2,328596	0,30	98,36
637,36	0,2838	0	0	0,667025	0,00	100,00	636,87	0,284	0,007683	0,01056	2,336279	0,32	98,68
796,06	0,2272	0	0	0,667025	0,00	100,00	797,18	0,2269	0,003816	0,006516	2,340095	0,16	98,84
985,92	0,1834	0	0	0,667025	0,00	100,00	985,97	0,1834	0,003369	0,007159	2,343464	0,14	98,98
1197,05	0,1511	0	0	0,667025	0,00	100,00	1198,76	0,1509	0,005521	0,01439	2,348985	0,23	99,22
1495,34	0,121	0	0	0,667025	0,00	100,00	1493,91	0,1211	0,005038	0,01616	2,354023	0,21	99,43
1897,22	0,0953	0	0	0,667025	0,00	100,00	1894,34	0,0955	0,003925	0,01582	2,357948	0,17	99,60
2345,10	0,0771	0	0	0,667025	0,00	100,00	2344,50	0,0771	0,004947	0,02498	2,362895	0,21	99,81
2893,69	0,0625	0	0	0,667025	0,00	100,00	2893,33	0,0625	0,002125	0,01327	2,36502	0,09	99,90
3591,96	0,0504	0	0	0,667025	0,00	100,00	3591,26	0,0504	0,002484	0,01919	2,367504	0,10	100,00
4486,27	0,0403	0	0	0,667025	0,00	100,00	4484,63	0,0403	0	0	2,367504	0,00	100,00
5583,15	0,0324	0	0	0,667025	0,00	100,00	5582,42	0,0324	0	0	2,367504	0,00	100,00
6877,13	0,0263	0	0	0,667025	0,00	100,00	6878,75	0,0263	0	0	2,367504	0,00	100,00
8576,64	0,0211	0	0	0,667025	0,00	100,00	8574,11	0,0211	0	0	2,367504	0,00	100,00
10565,91	0,0171	0	0	0,667025	0,00	100,00	10568,10	0,0171	0	0	2,367504	0,00	100,00
13162,97	0,0137	0	0	0,667025	0,00	100,00	13165,36	0,0137	0	0	2,367504	0,00	100,00
14756,31	0,0123	0	0	0,667025	0,00	100,00	14760,14	0,0123	0	0	2,367504	0,00	100,00
16359,15	0,0111	0	0	0,667025	0,00	100,00	16353,62	0,0111	0	0	2,367504	0,00	100,00
18165,51	0,01	0	0	0,667025	0,00	100,00	18156,26	0,01	0	0	2,367504	0,00	100,00
19852,57	0,0091	0	0	0,667025	0,00	100,00	19856,16	0,0091	0	0	2,367504	0,00	100,00
22475,22	0,008	0	0	0,667025	0,00	100,00	22474,84	0,008	0	0	2,367504	0,00	100,00
24987,97	0,0072	0	0	0,667025	0,00	100,00	24987,98	0,0072	0	0	2,367504	0,00	100,00
27488,43	0,0066	0	0	0,667025	0,00	100,00	27483,84	0,0066	0	0	2,367504	0,00	100,00
29991,53	0,006	0	0	0,667025	0,00	100,00	29988,83	0,006	0	0	2,367504	0,00	100,00
32492,57	0,0056	0	0	0,667025	0,00	100,00	32490,97	0,0056	0	0	2,367504	0,00	100,00
34991,94	0,0052	0	0	0,667025	0,00	100,00	34990,24	0,0052	0	0	2,367504	0,00	100,00
37492,60	0,0048	0	0	0,667025	0,00	100,00	37493,32	0,0048	0	0	2,367504	0,00	100,00
39960,99	0,0045	0	0	0,667025	0,00	100,00	39979,72	0,0045	0	0	2,367504	0,00	100,00
42482,11	0,0043	0	0	0,667025	0,00	100,00	42491,22	0,0043	0	0	2,367504	0,00	100,00
44958,92	0,004	0	0	0,667025	0,00	100,00	44977,53	0,004	0	0	2,367504	0,00	100,00
47459,38	0,0038	0	0	0,667025	0,00	100,00	47474,90	0,0038	0	0	2,367504	0,00	100,00
49953,94	0,0036	0	0	0,667025	0,00	100,00	49941,85	0,0036	0	0	2,367504	0,00	100,00
52426,71	0,0034	0	0	0,667025	0,00	100,00	52452,76	0,0034	0	0	2,367504	0,00	100,00
54949,11	0,0033	0	0	0,667025	0,00	100,00	54967,22	0,0033	0	0	2,367504	0,00	100,00
57446,58	0,0031	0	0	0,667025	0,00	100,00	57455,34	0,0031	0	0	2,367504	0,00	100,00
59949,71	0,003	0	0	0,667025	0,00	100,00	59958,82	0,003	0	0	2,367504	0,00	100,00
46092,84	0,0039	0,01698	2,137	0,650045			46104,91	0,0039	0,02305	2,901	2,344454		
35506,77	0,0051	0	0	0,650045			35506,75	0,0051	0	0	2,344454		
27318,34	0,0066	0	0	0,650045			27319,13	0,0066	0	0	2,344454		
21024,98	0,0086	0	0	0,650045			21021,87	0,0086	0	0	2,344454		
16024,50	0,0113	0	0	0,650045			16027,97	0,0113	0	0	2,344454		
12435,78	0,0145	0	0	0,650045			12438,75	0,0145	0	0	2,344454		
9627,24	0,0188	0	0	0,650045			9633,37	0,0188	0	0	2,344454		
7317,16	0,0247	0	0	0,650045			7317,32	0,0247	0	0	2,344454		
5715,28	0,0316	0	0	0,650045			5718,80	0,0316	0	0	2,344454		
4317,56	0,0419	0	0	0,650045			4311,47	0,0419	0	0	2,344454		
3309,09	0,0547	0	0	0,650045			3310,84	0,0546	0	0	2,344454		
2610,47	0,0693	0	0	0,650045			2610,74	0,0693	0	0	2,344454		
2006,10	0,0902	0	0	0,650045			2008,57	0,09	0	0	2,344454		
1506,97	0,12	0	0	0,650045			1506,86	0,12	0	0	2,344454		
1203,86	0,1502	0	0	0,650045			1202,27	0,1504	0	0	2,344454		
901,51	0,2006	0	0	0,650045			904,36	0,2	0	0	2,344454		
703,27	0,2572	0	0	0,650045			703,33	0,2572	0	0	2,344454		
503,35	0,3593	0	0	0,650045			503,10	0,3595	0	0	2,344454		
403,72	0,448	0	0	0,650045			402,94	0,4489	0	0	2,344454		
302,82	0,5973	0	0	0,650045			302,96	0,597	0	0	2,344454		
242,83	0,7445	0	0	0,650045			242,48	0,7459	0	0	2,344454		
192,82	0,938	0	0	0,650045			192,65	0,9388	0	0	2,344454		

a-24 G, 1525°C-60dk., d50 (medyan): 0,6778 µm							a-24 G, 1550°C-60dk., d50 (medyan): 2,75435 µm						
Basınç (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)	Basınç (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)
1.03	175,9953	0	0	0	0,00	0,00	1.03	175,8748	0	0	0	0,00	0,00
2.01	90,0999	0	0	0	0,00	0,00	2.01	90,0865	0	0	0	0,00	0,00
3.00	60,2636	0	0	0	0,00	0,00	3.00	60,3239	0	0	0	0,00	0,00
4.00	45,2446	0	0	0	0,00	0,00	4.00	45,2205	0	0	0	0,00	0,00
5.50	32,9096	0	0	0	0,00	0,00	5.50	32,8998	0	0	0	0,00	0,00
6.00	30,1552	0	0	0	0,00	0,00	6.00	30,1547	0	0	0	0,00	0,00
7.49	24,1461	0	0	0	0,00	0,00	7.49	24,1365	0	0	0	0,00	0,00
8.49	21,3005	0	0	0	0,00	0,00	8.49	21,3035	0	0	0	0,00	0,00
10.48	17,2537	0	0	0	0,00	0,00	10.48	17,2545	0	0	0	0,00	0,00
12.97	13,9422	0	0	0	0,00	0,00	12.97	13,942	0	0	0	0,00	0,00
15.97	11,3294	0	0	0	0,00	0,00	15.97	11,327	0	0	0	0,00	0,00
20.00	9,0414	0	0	0	0,00	0,00	20.00	9,0435	0	0	0	0,00	0,00
24.98	7,2397	0	0	0	0,00	0,00	24.98	7,2393	0	0	0	0,00	0,00
29.98	6,0332	0	0	0	0,00	0,00	29.98	6,0336	0	0	0	0,00	0,00
35.81	5,0506	0,107	0,008411	0,107	2,33	2,33	36.94	4,8968	0,07218	0,005757	0,07218	28,72	28,72
46.43	3,8955	0,229	0,02236	0,336	4,98	7,30	46.46	3,8925	0,1472	0,01461	0,21938	58,57	87,29
57.04	3,1707	0,6407	0,07903	0,9767	13,93	21,23	56.53	3,1997	0	0	0,21938	0,00	87,29
72.07	2,5096	0,9193	0,1412	1,896	19,99	41,22	71.56	2,5275	0	0	0,21938	0,00	87,29
86.07	2,1014	0,7773	0,1468	2,6733	16,90	58,12	86.25	2,097	0	0	0,21938	0,00	87,29
111.93	1,6159	0,5168	0,1215	3,1901	11,24	69,35	111.91	1,6162	0,02752	0,006475	0,2469	10,95	98,24
136.78	1,3223	0,376	0,1121	3,5681	8,22	77,57	136.40	1,3258	0,004425	0,001311	0,251325	1,76	100,00
171.74	1,0531	0,2652	0,0974	3,8333	5,77	83,34	171.82	1,0527	0	0	0,251325	0,00	100,00
215.92	0,8376	0,1868	0,08617	4,0201	4,06	87,40	215.84	0,8379	0	0	0,251325	0,00	100,00
266.84	0,6778	0,1547	0,08899	4,1748	3,36	90,76	266.25	0,6793	0	0	0,251325	0,00	100,00
327.05	0,553	0,114	0,08076	4,2888	2,48	93,24	326.92	0,5532	0	0	0,251325	0,00	100,00
417.51	0,4332	0,07965	0,0705	4,3845	1,73	94,97	417.23	0,4335	0	0	0,251325	0,00	100,00
515.53	0,3508	0,05619	0,06248	4,42464	1,22	96,19	516.75	0,35	0	0	0,251325	0,00	100,00
635.35	0,2847	0,04601	0,06311	4,47065	1,00	97,19	635.89	0,2844	0	0	0,251325	0,00	100,00
797.05	0,2269	0,04366	0,07445	4,51431	0,95	98,14	798.30	0,2266	0	0	0,251325	0,00	100,00
988.05	0,1831	0,03886	0,08266	4,55317	0,84	98,99	987.02	0,1832	0	0	0,251325	0,00	100,00
1194.15	0,1515	0,02547	0,06633	4,57864	0,55	99,54	1194.61	0,1514	0	0	0,251325	0,00	100,00
1496.92	0,1208	0,01419	0,04547	4,59283	0,31	99,85	1496,16	0,1209	0	0	0,251325	0,00	100,00
1898.13	0,0953	0,007008	0,0283	4,599838	0,15	100,00	1898,05	0,0952	0	0	0,251325	0,00	100,00
2345.48	0,0771	0	0	4,599838	0,00	100,00	2345,67	0,0771	0	0	0,251325	0,00	100,00
2891.85	0,0625	0	0	4,599838	0,00	100,00	2893,52	0,0625	0	0	0,251325	0,00	100,00
3592.11	0,0504	0	0	4,599838	0,00	100,00	3592,56	0,0503	0	0	0,251325	0,00	100,00
4485.33	0,0403	0	0	4,599838	0,00	100,00	4485,29	0,0403	0	0	0,251325	0,00	100,00
5581.23	0,0324	0	0	4,599838	0,00	100,00	5580,32	0,0324	0	0	0,251325	0,00	100,00
6876.40	0,0263	0	0	4,599838	0,00	100,00	6875,50	0,0263	0	0	0,251325	0,00	100,00
8571.90	0,0211	0	0	4,599838	0,00	100,00	8574,38	0,0211	0	0	0,251325	0,00	100,00
10564.73	0,0171	0	0	4,599838	0,00	100,00	10569,08	0,0171	0	0	0,251325	0,00	100,00
13160.23	0,0137	0	0	4,599838	0,00	100,00	13158,31	0,0137	0	0	0,251325	0,00	100,00
14750.76	0,0123	0	0	4,599838	0,00	100,00	14762,39	0,0123	0	0	0,251325	0,00	100,00
16360.73	0,0111	0	0	4,599838	0,00	100,00	16358,88	0,0111	0	0	0,251325	0,00	100,00
18154.70	0,01	0	0	4,599838	0,00	100,00	18156,18	0,01	0	0	0,251325	0,00	100,00
19945.82	0,0091	0	0	4,599838	0,00	100,00	19954,28	0,0091	0	0	0,251325	0,00	100,00
22477.85	0,008	0	0	4,599838	0,00	100,00	22478,42	0,008	0	0	0,251325	0,00	100,00
24976.17	0,0072	0	0	4,599838	0,00	100,00	24985,22	0,0072	0	0	0,251325	0,00	100,00
27487.90	0,0066	0	0	4,599838	0,00	100,00	27488,83	0,0066	0	0	0,251325	0,00	100,00
29990.24	0,006	0	0	4,599838	0,00	100,00	29991,98	0,006	0	0	0,251325	0,00	100,00
32491.73	0,0056	0	0	4,599838	0,00	100,00	32493,47	0,0056	0	0	0,251325	0,00	100,00
34985.16	0,0052	0	0	4,599838	0,00	100,00	34991,87	0,0052	0	0	0,251325	0,00	100,00
37492.47	0,0048	0	0	4,599838	0,00	100,00	37491,53	0,0048	0	0	0,251325	0,00	100,00
39995.32	0,0045	0	0	4,599838	0,00	100,00	39991,38	0,0045	0	0	0,251325	0,00	100,00
42489.39	0,0043	0	0	4,599838	0,00	100,00	42463,13	0,0043	0	0	0,251325	0,00	100,00
44944.46	0,004	0	0	4,599838	0,00	100,00	44954,89	0,004	0	0	0,251325	0,00	100,00
47424.90	0,0038	0	0	4,599838	0,00	100,00	47474,11	0,0038	0	0	0,251325	0,00	100,00
49953.67	0,0036	0	0	4,599838	0,00	100,00	49944,77	0,0036	0	0	0,251325	0,00	100,00
52435.95	0,0034	0	0	4,599838	0,00	100,00	52455,66	0,0034	0	0	0,251325	0,00	100,00
54948.39	0,0033	0	0	4,599838	0,00	100,00	54954,26	0,0033	0	0	0,251325	0,00	100,00
57457.84	0,0031	0	0	4,599838	0,00	100,00	57455,16	0,0031	0	0	0,251325	0,00	100,00
59961.89	0,003	0	0	4,599838	0,00	100,00	59954,89	0,003	0	0	0,251325	0,00	100,00
46105.08	0,0039	0,08245	10,38	4,517388			46099,62	0,0039	0,1299	15,6	0,127425		
35508.59	0,0051	0	0	4,517388			35506,80	0,0051	0	0	0,127425		
27310.50	0,0066	0	0	4,517388			27312,00	0,0066	0	0	0,127425		
21007.68	0,0086	0	0	4,517388			21019,37	0,0086	0	0	0,127425		
16031.88	0,0113	0	0	4,517388			16024,18	0,0113	0	0	0,127425		
12427.33	0,0146	0	0	4,517388			12420,25	0,0146	0	0	0,127425		
9631,00	0,0189	0	0	4,517388			9630,93	0,0189	0	0	0,127425		
7317,10	0,0247	0	0	4,517388			7317,32	0,0247	0	0	0,127425		
5716,99	0,0316	0	0	4,517388			5703,09	0,0317	0	0	0,127425		
4314,81	0,0419	0	0	4,517388			4316,78	0,0419	0	0	0,127425		
3304,11	0,0547	0	0	4,517388			3314,12	0,0546	0	0	0,127425		
2611,87	0,0692	0	0	4,517388			2612,91	0,0692	0	0	0,127425		
2009,18	0,09	0	0	4,517388			2009,73	0,09	0	0	0,127425		
1507,04	0,12	0	0	4,517388			1506,29	0,1201	0	0	0,127425		
1203,74	0,1503	0	0	4,517388			1205,14	0,1501	0	0	0,127425		
902,01	0,2005	0	0	4,517388			902,92	0,2003	0	0	0,127425		
703,18	0,2572	0	0	4,517388			703,95	0,2569	0	0	0,127425		
503,79	0,359	0	0	4,517388			503,50	0,3592	0	0	0,127425		
403,48	0,4483	0	0	4,517388			404,04	0,4476	0	0	0,127425		
302,96	0,557	0	0	4,517388			303,17	0,5565	0	0	0,127425		
242,76	0,745	0	0	4,517388			243,28	0,7434	0	0	0,127425		
193,29	0,9357	0	0	4,517388			192,68	0,9387	0	0	0,127425		
148,22	1,2202	0	0	4,517388			148,41	1,2186	0	0	0,127425		
113,26	1,5969	0	0	4,517388			113,01	1,6004	0	0	0,127425		
88,85	2,0355	0	0	4,517388			88,46	2,0447	0	0	0,127425		
68,28	2,6488	0,05146	0,009597	4,465928			68,87	2,626	0	0	0,127425		
53,43	3,3848	0,1828	0,02645	4,283128			53,66	3,3703	0	0	0,127425		
33,54	5,3918	0,4823	0,04859	3,800828			34,03	5,3143	0	0	0,127425	</	

a-24 G, 1575°C-60dk., d50 (medyan): 0,5533 µm							a-24 G, 1600°C-60dk., d50 (medyan): 0,61705 µm						
Basınç (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)	Basınç (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)
1.03	175,984	0	0	0	0,00	0,00	1.03	175,9803	0	0	0	0,00	0,00
2.01	90,105	0	0	0	0,00	0,00	2.01	90,0915	0	0	0	0,00	0,00
3.00	60,2759	0	0	0	0,00	0,00	3.00	60,2571	0	0	0	0,00	0,00
4.00	45,2299	0	0	0	0,00	0,00	4.00	45,2131	0	0	0	0,00	0,00
5.49	32,9152	0	0	0	0,00	0,00	5.50	32,8987	0	0	0	0,00	0,00
6.00	30,1525	0	0	0	0,00	0,00	6.00	30,1685	0	0	0	0,00	0,00
7.49	24,1317	0	0	0	0,00	0,00	7.49	24,1448	0	0	0	0,00	0,00
8.49	21,2371	0	0	0	0,00	0,00	8.49	21,2384	0	0	0	0,00	0,00
10.48	17,2366	0	0	0	0,00	0,00	10.48	17,2519	0	0	0	0,00	0,00
12.97	13,9414	0	0	0	0,00	0,00	12.97	13,9425	0	0	0	0,00	0,00
15.96	11,3327	0	0	0	0,00	0,00	15.97	11,3275	0	0	0	0,00	0,00
20.01	9,0396	0	0	0	0,00	0,00	20.00	9,0431	0	0	0	0,00	0,00
24.98	7,2395	0	0	0	0,00	0,00	24.98	7,2397	0	0	0	0,00	0,00
29.98	6,0338	0	0	0	0,00	0,00	29.98	6,0336	0	0	0	0,00	0,00
36.26	4,9866	0,04003	0,003164	0,04003	0,89	0,89	36.54	4,9502	0,06086	0,004828	0,06086	2,20	2,20
46.68	3,8748	0,02187	0,002154	0,0619	0,48	1,37	47.05	3,8442	0,09841	0,009771	0,15927	3,56	5,76
56.75	3,1868	0,03434	0,004237	0,09624	0,76	2,13	57.16	3,1644	0,2079	0,02585	0,36717	7,52	13,29
71.58	2,5268	0,04861	0,007423	0,14485	1,08	3,21	71.34	2,5351	0,3016	0,04616	0,66877	10,91	24,20
86.78	2,0841	0,1194	0,02256	0,26425	2,64	5,85	86.78	2,0841	0,4043	0,07626	1,07307	14,63	38,83
111.92	1,616	0,2407	0,05681	0,50495	5,33	11,18	111.90	1,6163	0,3737	0,08818	1,44677	13,52	52,35
136.74	1,3227	0,454	0,1346	0,95895	10,05	21,23	136.82	1,3219	0,3143	0,08324	1,76107	11,37	63,73
172.11	1,0508	0,6436	0,2366	1,60295	14,25	35,47	171.56	1,0542	0,252	0,0925	2,01307	9,12	72,84
215.73	0,8384	0,6612	0,3053	2,26375	14,64	50,11	216.64	0,8349	0,1911	0,08825	2,20417	6,52	79,76
265.73	0,6806	0,5617	0,3224	2,82545	12,43	62,55	266.08	0,6797	0,1525	0,08775	2,35667	5,52	85,28
326.87	0,5533	0,4646	0,3282	3,29005	10,28	72,83	326.22	0,5544	0,1199	0,08467	2,47657	4,34	89,62
416.89	0,4338	0,3566	0,3153	3,64665	7,89	80,72	416.41	0,4343	0,09079	0,08015	2,56736	3,29	92,90
515.65	0,3507	0,2782	0,3092	3,92485	6,16	86,88	516.66	0,3501	0,06398	0,07112	2,63134	2,32	95,22
637.27	0,2838	0,206	0,283	4,13085	4,56	91,44	637.37	0,2838	0,04618	0,06352	2,67752	1,67	96,89
796.15	0,2272	0,137	0,2339	4,26785	3,03	94,47	796.93	0,227	0,03475	0,05934	2,71227	1,26	98,15
986.96	0,1833	0,1058	0,2248	4,37365	2,34	96,82	987.22	0,1832	0,02166	0,04605	2,73393	0,78	98,93
1195.32	0,1513	0,05707	0,1746	4,44072	1,48	98,30	1196.14	0,1512	0,0141	0,03674	2,74803	0,51	99,44
1496.73	0,1207	0,04043	0,1296	4,48115	0,89	99,20	1496.22	0,1209	0,006171	0,02619	2,756201	0,30	99,74
1893.63	0,0955	0,022	0,08878	4,50315	0,49	99,68	1893.79	0,0952	0,004842	0,01955	2,761043	0,18	99,91
2344.90	0,0771	0,01077	0,0544	4,51392	0,24	99,92	2342.26	0,0772	0,002874	0,01251	2,763517	0,09	100,00
2894.33	0,0625	0,003544	0,02213	4,517464	0,08	100,00	2893.34	0,0625	0	0	2,763517	0,00	100,00
3591.46	0,0504	0	0	4,517464	0,00	100,00	3592.81	0,0503	0	0	2,763517	0,00	100,00
4484.56	0,0403	0	0	4,517464	0,00	100,00	4485.38	0,0403	0	0	2,763517	0,00	100,00
5582.22	0,0324	0	0	4,517464	0,00	100,00	5580.87	0,0324	0	0	2,763517	0,00	100,00
6878.01	0,0263	0	0	4,517464	0,00	100,00	6879.57	0,0263	0	0	2,763517	0,00	100,00
8571.59	0,0211	0	0	4,517464	0,00	100,00	8570.63	0,0211	0	0	2,763517	0,00	100,00
10565.75	0,0171	0	0	4,517464	0,00	100,00	10570.01	0,0171	0	0	2,763517	0,00	100,00
13163.62	0,0137	0	0	4,517464	0,00	100,00	13157.29	0,0137	0	0	2,763517	0,00	100,00
14754.62	0,0123	0	0	4,517464	0,00	100,00	14763.63	0,0123	0	0	2,763517	0,00	100,00
16361.21	0,0111	0	0	4,517464	0,00	100,00	16358.58	0,0111	0	0	2,763517	0,00	100,00
18157.67	0,01	0	0	4,517464	0,00	100,00	18150.00	0,01	0	0	2,763517	0,00	100,00
19861.39	0,0091	0	0	4,517464	0,00	100,00	19857.94	0,0091	0	0	2,763517	0,00	100,00
22479.50	0,008	0	0	4,517464	0,00	100,00	22478.34	0,008	0	0	2,763517	0,00	100,00
24986.40	0,0072	0	0	4,517464	0,00	100,00	24970.20	0,0072	0	0	2,763517	0,00	100,00
27491.21	0,0066	0	0	4,517464	0,00	100,00	27487.55	0,0066	0	0	2,763517	0,00	100,00
29990.34	0,006	0	0	4,517464	0,00	100,00	29990.93	0,006	0	0	2,763517	0,00	100,00
32491.53	0,0056	0	0	4,517464	0,00	100,00	32491.04	0,0056	0	0	2,763517	0,00	100,00
34991.95	0,0052	0	0	4,517464	0,00	100,00	34991.55	0,0052	0	0	2,763517	0,00	100,00
37488.00	0,0048	0	0	4,517464	0,00	100,00	37487.60	0,0048	0	0	2,763517	0,00	100,00
39990.33	0,0045	0	0	4,517464	0,00	100,00	39962.76	0,0045	0	0	2,763517	0,00	100,00
42468.27	0,0043	0	0	4,517464	0,00	100,00	42493.93	0,0043	0	0	2,763517	0,00	100,00
44979.25	0,004	0	0	4,517464	0,00	100,00	44979.91	0,004	0	0	2,763517	0,00	100,00
47467.18	0,0038	0	0	4,517464	0,00	100,00	47475.44	0,0038	0	0	2,763517	0,00	100,00
49628.36	0,0036	0	0	4,517464	0,00	100,00	49663.49	0,0036	0	0	2,763517	0,00	100,00
52450.06	0,0034	0	0	4,517464	0,00	100,00	52458.96	0,0034	0	0	2,763517	0,00	100,00
54946.95	0,0033	0	0	4,517464	0,00	100,00	54968.89	0,0033	0	0	2,763517	0,00	100,00
57453.38	0,0031	0	0	4,517464	0,00	100,00	57453.55	0,0031	0	0	2,763517	0,00	100,00
59955.55	0,003	0	0	4,517464	0,00	100,00	59953.89	0,003	0	0	2,763517	0,00	100,00
46117.25	0,0039	0,07782	9,798	4,439644			46099.32	0,0039	0,04284	5,393	2,720677		
35506.04	0,0051	0	0	4,439644			35506.68	0,0051	0	0	2,720677		
27323.08	0,0066	0	0	4,439644			27316.74	0,0066	0	0	2,720677		
21008.12	0,0086	0	0	4,439644			21024.03	0,0086	0	0	2,720677		
16026.99	0,0113	0	0	4,439644			16032.57	0,0113	0	0	2,720677		
12428.74	0,0146	0	0	4,439644			12424.32	0,0146	0	0	2,720677		
9634.54	0,0188	0	0	4,439644			9624.87	0,0188	0	0	2,720677		
7329.75	0,0247	0	0	4,439644			7325.14	0,0247	0	0	2,720677		
5727.64	0,0316	0	0	4,439644			5705.99	0,0317	0	0	2,720677		
4308.21	0,042	0	0	4,439644			4318.37	0,0419	0	0	2,720677		
3307.38	0,0547	0	0	4,439644			3313.88	0,0546	0	0	2,720677		
2610.71	0,0693	0	0	4,439644			2611.92	0,0692	0	0	2,720677		
2009.31	0,09	0	0	4,439644			2008.80	0,09	0	0	2,720677		
1505.54	0,1201	0	0	4,439644			1506.01	0,1201	0	0	2,720677		
1204.49	0,1502	0	0	4,439644			1203.45	0,1503	0	0	2,720677		
904.09	0,2	0	0	4,439644			904.33	0,2	0	0	2,720677		
704.92	0,2566	0	0	4,439644			702.75	0,2574	0	0	2,720677		
502.87	0,3597	0	0	4,439644			503.58	0,3592	0	0	2,720677		
403.26	0,4485	0	0	4,439644			402.41	0,4485	0	0	2,720677		
302.79	0,5973	0	0	4,439644			304.09	0,5948	0	0	2,720677		
243.03	0,7442	0,02342	0,02108	4,407224			242.66	0,7453	0	0	2,720677		
192.67	0,9387	0,1636	0,08479	4,243824			192.89	0,9377	0	0	2,720677		
148.36	1,2191	0,3279	0,1327	3,915724			147.61	1,2253	0	0	2,720677		
113.41	1,5948	0,548	0,1702	3,367724			113.29	1,5964	0,08277	0,02563	2,637907		
88.20	2,0506	0,8391	0,201	2,528624			88.38	2,0465	0,1609	0,03856	2,477007		
68.07	2,657	0,93	0,1726	1,598624			68.88	2,6256	0,2394	0,04474			

a-24 S, 1500°C-60dk., d50 (medyan): 0,35 µm							a-24 S, 1525°C-60dk., d50 (medyan): 0,6786 µm						
Başnc (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)	Başnc (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)
1.03	175,8767	0	0	0	0,00	0,00	1.03	175,9246	0	0	0	0,00	0,00
2.01	90,0767	0	0	0	0,00	0,00	2.01	90,1247	0	0	0	0,00	0,00
3.00	60,2745	0	0	0	0,00	0,00	3.00	60,2456	0	0	0	0,00	0,00
4.00	45,2264	0	0	0	0,00	0,00	4.00	45,2044	0	0	0	0,00	0,00
5.50	32,8972	0	0	0	0,00	0,00	5.50	32,914	0	0	0	0,00	0,00
6.00	30,1574	0	0	0	0,00	0,00	6.00	30,1547	0	0	0	0,00	0,00
7.49	24,1391	0	0	0	0,00	0,00	7.49	24,1413	0	0	0	0,00	0,00
8.49	21,2397	0	0	0	0,00	0,00	8.49	21,3015	0	0	0	0,00	0,00
10.48	17,2566	0	0	0	0,00	0,00	10.49	17,2495	0	0	0	0,00	0,00
12.97	13,9447	0	0	0	0,00	0,00	12.97	13,94	0	0	0	0,00	0,00
15.97	11,3269	0	0	0	0,00	0,00	15.97	11,3275	0	0	0	0,00	0,00
20.01	9,0402	0	0	0	0,00	0,00	20.00	9,0436	0	0	0	0,00	0,00
24.99	7,2386	0	0	0	0,00	0,00	24.98	7,2401	0	0	0	0,00	0,00
29.98	6,0332	0	0	0	0,00	0,00	29.98	6,0329	0	0	0	0,00	0,00
36.45	4,9616	0,0253	0,002005	0,0253	1,01	1,01	37.58	4,8124	0,01839	0,001479	0,01839	0,47	0,47
46.74	3,8697	0,02951	0,002918	0,05481	1,18	2,19	46.29	3,907	0,01148	0,001147	0,02987	0,29	0,76
56.35	3,2097	0,2217	0,02729	0,27651	8,86	11,05	56.48	3,2022	0,01015	0,001244	0,04002	0,26	1,01
71.40	2,533	0	0	0,27651	0,00	11,05	71.48	2,5302	0,009024	0,001374	0,049044	0,23	1,24
86.25	2,0969	0,1061	0,01996	0,38261	4,24	15,30	86.51	2,0908	0,01644	0,0031	0,065484	0,42	1,66
111.38	1,6238	0,251	0,05892	0,63861	10,03	25,33	111.45	1,6228	0,02663	0,006262	0,092114	0,67	2,33
136.51	1,3249	0,3217	0,09508	0,9531	12,86	38,19	137.22	1,318	0,05093	0,0151	0,143044	1,29	3,62
171.75	1,0531	0,4033	0,1479	1,3581	16,12	54,31	171.75	1,053	0,1595	0,05867	0,302544	4,03	7,65
217.19	0,8327	0,5489	0,254	1,90751	21,94	76,25	216.93	0,8338	0,4113	0,1902	0,713844	10,40	18,05
266.74	0,678	0	0	1,90751	0,00	76,25	266.52	0,6786	0,7179	0,4138	1,431744	18,16	36,21
325.95	0,5549	0,1504	0,1063	2,05791	6,01	82,27	326.70	0,5536	0,8739	0,6181	2,305644	22,10	58,31
416.16	0,4346	0,2301	0,2029	2,28801	9,20	91,47	418.24	0,4324	0,7498	0,6639	3,055444	18,96	77,28
516.77	0,35	0,1045	0,1161	2,39251	4,18	95,64	515.83	0,3506	0,4548	0,5063	3,510244	11,50	88,78
637.55	0,2837	0,04619	0,06355	2,4387	1,85	97,49	635.80	0,2845	0,2412	0,3311	3,751444	6,10	94,88
795.96	0,2272	0,0241	0,03825	2,46111	0,90	98,39	799.85	0,2261	0,1113	0,1901	3,862744	2,81	97,69
987.53	0,1831	0,008297	0,01763	2,469407	0,33	98,72	985.74	0,1835	0,05321	0,1132	3,915954	1,35	99,04
1195.45	0,1513	0,007222	0,01881	2,476629	0,29	99,01	1195.49	0,1513	0,02551	0,06639	3,941464	0,65	99,69
1497.49	0,1208	0,007175	0,023	2,483804	0,29	99,29	1497,75	0,1208	0,009847	0,03157	3,951311	0,25	99,93
1895.32	0,0954	0,007444	0,03005	2,491248	0,30	99,59	1895,80	0,0954	0,002589	0,01045	3,9539	0,07	100,00
2346.88	0,0771	0,001815	0,009175	2,493063	0,07	99,66	2347,80	0,077	0	0	3,9539	0,00	100,00
2895.89	0,0625	0,004408	0,02754	2,497471	0,18	99,84	2890,27	0,0626	0	0	3,9539	0,00	100,00
3592.95	0,0503	0,002883	0,02228	2,500354	0,12	99,95	3592,56	0,0503	0	0	3,9539	0,00	100,00
4483.01	0,0403	0,001135	0,01091	2,501489	0,05	100,00	4484,69	0,0403	0	0	3,9539	0,00	100,00
5584.07	0,0324	0	0	2,501489	0,00	100,00	5584,18	0,0324	0	0	3,9539	0,00	100,00
6878.14	0,0263	0	0	2,501489	0,00	100,00	6878,50	0,0263	0	0	3,9539	0,00	100,00
8571.65	0,0211	0	0	2,501489	0,00	100,00	8571,58	0,0211	0	0	3,9539	0,00	100,00
10567.35	0,0171	0	0	2,501489	0,00	100,00	10567,88	0,0171	0	0	3,9539	0,00	100,00
13164.06	0,0137	0	0	2,501489	0,00	100,00	13152,77	0,0138	0	0	3,9539	0,00	100,00
14765.34	0,0122	0	0	2,501489	0,00	100,00	14762,07	0,0123	0	0	3,9539	0,00	100,00
16356.22	0,0111	0	0	2,501489	0,00	100,00	16342,94	0,0111	0	0	3,9539	0,00	100,00
18161.47	0,01	0	0	2,501489	0,00	100,00	18162,59	0,01	0	0	3,9539	0,00	100,00
19942.58	0,0091	0	0	2,501489	0,00	100,00	19935,74	0,0091	0	0	3,9539	0,00	100,00
22481.95	0,008	0	0	2,501489	0,00	100,00	22478,04	0,008	0	0	3,9539	0,00	100,00
24986.53	0,0072	0	0	2,501489	0,00	100,00	24988,50	0,0072	0	0	3,9539	0,00	100,00
27488.08	0,0066	0	0	2,501489	0,00	100,00	27489,07	0,0066	0	0	3,9539	0,00	100,00
29988.89	0,006	0	0	2,501489	0,00	100,00	29991,20	0,006	0	0	3,9539	0,00	100,00
32489.52	0,0056	0	0	2,501489	0,00	100,00	32492,09	0,0056	0	0	3,9539	0,00	100,00
34993.23	0,0052	0	0	2,501489	0,00	100,00	34988,77	0,0052	0	0	3,9539	0,00	100,00
37490.60	0,0048	0	0	2,501489	0,00	100,00	37495,04	0,0048	0	0	3,9539	0,00	100,00
39959.92	0,0045	0	0	2,501489	0,00	100,00	39984,80	0,0045	0	0	3,9539	0,00	100,00
42457.10	0,0043	0	0	2,501489	0,00	100,00	42477,20	0,0043	0	0	3,9539	0,00	100,00
44984.48	0,004	0	0	2,501489	0,00	100,00	44984,51	0,004	0	0	3,9539	0,00	100,00
47465.06	0,0038	0	0	2,501489	0,00	100,00	47473,71	0,0038	0	0	3,9539	0,00	100,00
49954.96	0,0036	0	0	2,501489	0,00	100,00	49966,93	0,0036	0	0	3,9539	0,00	100,00
52428.16	0,0034	0	0	2,501489	0,00	100,00	52458,55	0,0034	0	0	3,9539	0,00	100,00
54951.39	0,0033	0	0	2,501489	0,00	100,00	54969,88	0,0033	0	0	3,9539	0,00	100,00
57455.78	0,0031	0	0	2,501489	0,00	100,00	57458,85	0,0031	0	0	3,9539	0,00	100,00
59954.26	0,003	0	0	2,501489	0,00	100,00	59953,33	0,003	0	0	3,9539	0,00	100,00
46100.18	0,0039	0,01158	1,458	2,489909			46107,25	0,0039	0,09464	11,91	3,85926		
35498.64	0,0051	0	0	2,489909			35507,13	0,0051	0	0	3,85926		
27313.30	0,0066	0	0	2,489909			27308,38	0,0066	0	0	3,85926		
21014.76	0,0086	0	0	2,489909			21021,89	0,0086	0	0	3,85926		
16014.72	0,0113	0	0	2,489909			16032,62	0,0113	0	0	3,85926		
12442.46	0,0145	0	0	2,489909			12431,80	0,0145	0	0	3,85926		
9627.08	0,0188	0	0	2,489909			9626,41	0,0188	0	0	3,85926		
7320.49	0,0247	0	0	2,489909			7305,02	0,0248	0	0	3,85926		
5706.13	0,0317	0	0	2,489909			5722,49	0,0316	0	0	3,85926		
4298.09	0,0421	0	0	2,489909			4317,72	0,0419	0	0	3,85926		
3313.62	0,0546	0	0	2,489909			3312,11	0,0546	0	0	3,85926		
2609.56	0,0693	0	0	2,489909			2608,60	0,0693	0	0	3,85926		
2008.17	0,0901	0	0	2,489909			2006,14	0,0902	0	0	3,85926		
1504.23	0,1202	0	0	2,489909			1507,43	0,12	0	0	3,85926		
1203.14	0,1503	0	0	2,489909			1205,78	0,15	0	0	3,85926		
903.27	0,2002	0	0	2,489909			903,94	0,2001	0	0	3,85926		
704.14	0,2569	0	0	2,489909			702,42	0,2575	0	0	3,85926		
504.21	0,3587	0	0	2,489909			502,97	0,3596	0	0	3,85926		
402.37	0,4495	0	0	2,489909			403,16	0,4486	0	0	3,85926		
302.89	0,5971	0	0	2,489909			303,09	0,5967	0	0	3,85926		
243.29	0,7434	0	0	2,489909			243,11	0,744	0	0	3,85926		
192.49	0,9396	0	0	2,489909			193,42	0,9351	0	0	3,85926		
148.24	1,2201	0	0	2,489909			148,57	1,2174	0	0	3,85926		
112.97	1,6011	0	0	2,489909			112,77	1,6039	0,07394	0,02291	3,78632		
88.49	2,044	0	0	2,489909			87,87	2,0583	1,673	0,3988	2,11232		
68.31	2,6475	0	0	2,489909			68,27	2,649	1,296	0,2404	0,81632		
53.42	3,3854	0,4115	0,05954	2,078409			53,54	3,3779	0,1502	0,02175	0		

a-24 S, 1550°C-60dk., d50 (medyan): 0.49325 µm							a-24 S, 1575°C-60dk., d50 (medyan): 0.61525 µm						
Başnc (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)	Başnc (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)
1.03	176.0167	0	0	0	0.00	0.00	1.03	175.9208	0	0	0	0.00	0.00
2.01	90.0993	0	0	0	0.00	0.00	2.01	90.0687	0	0	0	0.00	0.00
3.00	60.3009	0	0	0	0.00	0.00	3.00	60.2911	0	0	0	0.00	0.00
4.00	45.197	0	0	0	0.00	0.00	4.00	45.2298	0	0	0	0.00	0.00
5.50	32.9057	0	0	0	0.00	0.00	5.50	32.909	0	0	0	0.00	0.00
6.00	30.1545	0	0	0	0.00	0.00	6.00	30.1488	0	0	0	0.00	0.00
7.49	24.1347	0	0	0	0.00	0.00	7.49	24.1433	0	0	0	0.00	0.00
8.49	21.2391	0	0	0	0.00	0.00	8.49	21.2985	0	0	0	0.00	0.00
10.48	17.2332	0	0	0	0.00	0.00	10.48	17.2536	0	0	0	0.00	0.00
12.97	13.9412	0	0	0	0.00	0.00	12.97	13.9405	0	0	0	0.00	0.00
15.96	11.329	0	0	0	0.00	0.00	15.97	11.3296	0	0	0	0.00	0.00
20.00	9.0447	0	0	0	0.00	0.00	20.00	9.0419	0	0	0	0.00	0.00
24.98	7.2395	0	0	0	0.00	0.00	24.98	7.2394	0	0	0	0.00	0.00
29.98	6.0332	0	0	0	0.00	0.00	29.98	6.0334	0	0	0	0.00	0.00
36.62	4.9383	0.01647	0.001309	0.01647	0.60	0.60	36.93	4.897	0	0	0	0.00	0.00
46.35	3.9019	0.01536	0.001516	0.03183	0.56	1.16	46.75	3.8691	0.006167	0.0006139	0.006167	0.17	0.17
57.13	3.1661	0.02301	0.002838	0.05484	0.84	2.00	56.03	3.2279	0.006187	0.001005	0.014354	0.23	0.40
71.44	2.5318	0.0325	0.004975	0.08734	1.19	3.19	71.16	2.5416	0.004715	0.0007132	0.019069	0.13	0.53
85.90	2.1056	0.04538	0.008523	0.13272	1.66	4.84	86.37	2.0941	0.007103	0.001335	0.026172	0.20	0.73
111.15	1.6272	0.06709	0.0157	0.19981	2.45	7.29	111.79	1.6179	0.01073	0.002524	0.036902	0.30	1.03
137.05	1.3197	0.1124	0.0324	0.31221	4.10	11.40	137.13	1.3189	0.02072	0.006148	0.057922	0.58	1.61
171.10	1.0571	0.1924	0.0706	0.50461	7.02	18.42	172.06	1.0512	0.04014	0.01477	0.097162	1.12	2.73
216.11	0.8369	0.2542	0.1171	0.75891	9.28	27.70	216.92	0.8338	0.1526	0.07062	0.250362	4.26	6.98
265.93	0.6801	0.3076	0.1767	1.06641	11.23	38.92	266.68	0.6782	0.4123	0.2377	0.662662	11.50	18.48
327.85	0.5517	0.3409	0.2412	1.40731	12.44	51.37	327.47	0.5523	0.646	0.4576	1.308662	18.02	36.50
415.98	0.4348	0.4198	0.3714	1.82711	15.32	66.69	416.56	0.4342	0.9253	0.8186	2.233962	25.81	62.31
516.09	0.3505	0.3906	0.4337	2.21771	14.26	80.95	516.98	0.3498	0.6894	0.7667	2.923362	19.23	81.54
635.75	0.2845	0.255	0.3501	2.47271	9.31	90.25	635.82	0.2845	0.3505	0.4816	3.273862	9.78	91.32
799.30	0.2263	0.1387	0.237	2.61141	5.06	95.32	797.71	0.2267	0.1593	0.2718	3.433162	4.44	95.76
987.13	0.1832	0.06671	0.142	2.67812	2.43	97.75	986.38	0.1834	0.08178	0.1739	3.514942	2.28	98.04
1194.39	0.1514	0.03123	0.0813	2.70935	1.14	98.89	1194.58	0.1514	0.04662	0.1213	3.561562	1.30	99.34
1495.27	0.121	0.01414	0.04529	2.72349	0.52	99.41	1495.35	0.121	0.0127	0.04068	3.574262	0.35	99.70
1896.30	0.0954	0.007881	0.03098	2.731171	0.28	99.69	1892.61	0.0956	0.01083	0.04365	3.585092	0.30	100.00
2342.75	0.0772	0.0054	0.02789	2.736711	0.20	99.89	2345.01	0.0771	0	0	3.585092	0.00	100.00
2892.19	0.0625	0.001247	0.007779	2.737958	0.05	99.93	2894.20	0.0625	0	0	3.585092	0.00	100.00
3592.61	0.0503	0.001787	0.01381	2.739745	0.07	100.00	3591.70	0.0504	0	0	3.585092	0.00	100.00
4484.03	0.0403	0	0	2.739745	0.00	100.00	4484.32	0.0403	0	0	3.585092	0.00	100.00
5582.22	0.0324	0	0	2.739745	0.00	100.00	5582.01	0.0324	0	0	3.585092	0.00	100.00
6875.64	0.0263	0	0	2.739745	0.00	100.00	6879.97	0.0263	0	0	3.585092	0.00	100.00
8572.19	0.0211	0	0	2.739745	0.00	100.00	8571.28	0.0211	0	0	3.585092	0.00	100.00
10568.22	0.0171	0	0	2.739745	0.00	100.00	10569.13	0.0171	0	0	3.585092	0.00	100.00
13157.44	0.0137	0	0	2.739745	0.00	100.00	13162.65	0.0137	0	0	3.585092	0.00	100.00
14759.47	0.0123	0	0	2.739745	0.00	100.00	14760.47	0.0123	0	0	3.585092	0.00	100.00
16350.46	0.0111	0	0	2.739745	0.00	100.00	16348.61	0.0111	0	0	3.585092	0.00	100.00
18154.36	0.01	0	0	2.739745	0.00	100.00	18163.65	0.01	0	0	3.585092	0.00	100.00
19556.06	0.0091	0	0	2.739745	0.00	100.00	19557.73	0.0091	0	0	3.585092	0.00	100.00
22475.22	0.008	0	0	2.739745	0.00	100.00	22480.11	0.008	0	0	3.585092	0.00	100.00
24987.08	0.0072	0	0	2.739745	0.00	100.00	24986.90	0.0072	0	0	3.585092	0.00	100.00
27489.70	0.0066	0	0	2.739745	0.00	100.00	27492.92	0.0066	0	0	3.585092	0.00	100.00
29990.26	0.006	0	0	2.739745	0.00	100.00	29990.52	0.006	0	0	3.585092	0.00	100.00
32491.85	0.0056	0	0	2.739745	0.00	100.00	32491.81	0.0056	0	0	3.585092	0.00	100.00
34990.87	0.0052	0	0	2.739745	0.00	100.00	34991.16	0.0052	0	0	3.585092	0.00	100.00
37488.50	0.0048	0	0	2.739745	0.00	100.00	37482.57	0.0048	0	0	3.585092	0.00	100.00
39990.09	0.0045	0	0	2.739745	0.00	100.00	39991.26	0.0045	0	0	3.585092	0.00	100.00
42451.90	0.0043	0	0	2.739745	0.00	100.00	42476.54	0.0043	0	0	3.585092	0.00	100.00
44979.06	0.004	0	0	2.739745	0.00	100.00	44983.49	0.004	0	0	3.585092	0.00	100.00
47457.51	0.0038	0	0	2.739745	0.00	100.00	47459.88	0.0038	0	0	3.585092	0.00	100.00
49599.75	0.0036	0	0	2.739745	0.00	100.00	49561.89	0.0036	0	0	3.585092	0.00	100.00
52428.05	0.0034	0	0	2.739745	0.00	100.00	52451.96	0.0034	0	0	3.585092	0.00	100.00
54947.30	0.0033	0	0	2.739745	0.00	100.00	54955.47	0.0033	0	0	3.585092	0.00	100.00
57464.07	0.0031	0	0	2.739745	0.00	100.00	57454.89	0.0031	0	0	3.585092	0.00	100.00
59951.81	0.003	0	0	2.739745	0.00	100.00	59954.30	0.003	0	0	3.585092	0.00	100.00
46102.01	0.0039	0.04876	6.138	2.690985			46101.22	0.0039	0.06686	8.417	3.518232		
35503.89	0.0051	0	0	2.690985			35501.38	0.0051	0	0	3.518232		
27314.97	0.0066	0	0	2.690985			27323.25	0.0066	0	0	3.518232		
21017.54	0.0086	0	0	2.690985			21021.76	0.0086	0	0	3.518232		
16036.41	0.0113	0	0	2.690985			16035.92	0.0113	0	0	3.518232		
12436.71	0.0145	0	0	2.690985			12433.03	0.0145	0	0	3.518232		
9636.18	0.0188	0	0	2.690985			9624.84	0.0188	0	0	3.518232		
7326.35	0.0247	0	0	2.690985			7322.32	0.0247	0	0	3.518232		
5721.49	0.0316	0	0	2.690985			5715.62	0.0316	0	0	3.518232		
4305.57	0.042	0	0	2.690985			4309.65	0.042	0	0	3.518232		
3314.91	0.0546	0	0	2.690985			3304.52	0.0547	0	0	3.518232		
2609.85	0.0693	0	0	2.690985			2611.86	0.0692	0	0	3.518232		
2007.68	0.0901	0	0	2.690985			2008.48	0.0901	0	0	3.518232		
1505.81	0.1201	0	0	2.690985			1506.97	0.12	0	0	3.518232		
1204.17	0.1502	0	0	2.690985			1204.48	0.1502	0	0	3.518232		
902.64	0.2004	0	0	2.690985			903.92	0.2001	0	0	3.518232		
701.98	0.2576	0	0	2.690985			702.30	0.2575	0	0	3.518232		
503.51	0.3592	0	0	2.690985			501.33	0.3608	0	0	3.518232		
403.93	0.4478	0	0	2.690985			402.92	0.4489	0	0	3.518232		
304.01	0.5949	0	0	2.690985			303.55	0.5958	0	0	3.518232		
244.22	0.7406	0	0	2.690985			243.71	0.7421	0	0	3.518232		
192.74	0.9384	0	0	2.690985			193.52	0.9346	0	0	3.518232		
148.44	1.2184	0	0	2.690985			147.96	1.2224	0.4069	0.1648	3.111332		
113.24	1.5972	0.562	0.1744	2.128985			112.91	1.6019	0.8402	0.26	2.271132		
88.30	2.0483	0.6614	0.1584	1.467585			88.78	2.0373	0.8695	0.2085	1.401632		
68.37	2.6455	0.408	0.07592	1.059585			68.90	2.625	0.4806	0.0901	0.921032		

a-24 S, 1600°C-60dk., d50 (medyan): 1,6256 µm						
Basınç (psia)	Por çapı (mikron)	dV/dlogD Por hacmi (mL/g)	dV/dD Por hacmi (mL/g/mikron)	Kümülatif dV/dD Por hacmi (mL/g)	Por hacmi (%)	Kümülatif dV/dD por hacmi (%)
1,03	175,8435	0	0	0	0,00	0,00
2,01	90,0959	0	0	0	0,00	0,00
3,00	60,2923	0	0	0	0,00	0,00
4,00	45,238	0	0	0	0,00	0,00
5,50	32,9005	0	0	0	0,00	0,00
6,00	30,1518	0	0	0	0,00	0,00
7,49	24,136	0	0	0	0,00	0,00
8,49	21,2995	0	0	0	0,00	0,00
10,48	17,2554	0	0	0	0,00	0,00
12,97	13,942	0	0	0	0,00	0,00
15,97	11,3283	0	0	0	0,00	0,00
20,00	9,0412	0	0	0	0,00	0,00
24,98	7,2395	0	0	0	0,00	0,00
29,97	6,0341	0	0	0	0,00	0,00
37,15	4,8685	0,03192	0,002553	0,03192	1,53	1,53
46,53	3,8871	0,007187	0,000716	0,039107	0,35	1,88
56,74	3,1875	0,02024	0,002493	0,059347	0,97	2,85
71,75	2,5208	0,026	0,003974	0,085347	1,25	4,10
86,03	2,1023	0,03488	0,006571	0,120227	1,68	5,78
111,26	1,6256	0,05971	0,01399	0,179937	2,87	8,65
136,15	1,3284	0,1038	0,03062	0,283737	4,99	13,64
171,13	1,0569	0,271	0,09911	0,554737	13,02	26,66
217,04	0,8333	0,5341	0,2466	1,088837	25,67	52,33
266,65	0,6783	0,5511	0,3178	1,639937	26,49	78,82
326,58	0,5538	0,4407	0,3117	2,080637	21,18	100,00
417,46	0,4332	0	0	2,080637	0,00	100,00
516,55	0,3501	0	0	2,080637	0,00	100,00
637,57	0,2837	0	0	2,080637	0,00	100,00
796,53	0,2271	0	0	2,080637	0,00	100,00
989,47	0,1828	0	0	2,080637	0,00	100,00
1195,49	0,1513	0	0	2,080637	0,00	100,00
1498,74	0,1207	0	0	2,080637	0,00	100,00
1893,18	0,0955	0	0	2,080637	0,00	100,00
2345,21	0,0771	0	0	2,080637	0,00	100,00
2892,31	0,0625	0	0	2,080637	0,00	100,00
3591,49	0,0504	0	0	2,080637	0,00	100,00
4485,23	0,0403	0	0	2,080637	0,00	100,00
5582,15	0,0324	0	0	2,080637	0,00	100,00
6877,94	0,0263	0	0	2,080637	0,00	100,00
8572,15	0,0211	0	0	2,080637	0,00	100,00
10563,42	0,0171	0	0	2,080637	0,00	100,00
13154,00	0,0137	0	0	2,080637	0,00	100,00
14756,93	0,0123	0	0	2,080637	0,00	100,00
16341,05	0,0111	0	0	2,080637	0,00	100,00
18160,90	0,01	0	0	2,080637	0,00	100,00
19948,96	0,0091	0	0	2,080637	0,00	100,00
22479,97	0,008	0	0	2,080637	0,00	100,00
24985,19	0,0072	0	0	2,080637	0,00	100,00
27487,45	0,0066	0	0	2,080637	0,00	100,00
29979,73	0,006	0	0	2,080637	0,00	100,00
32492,03	0,0056	0	0	2,080637	0,00	100,00
34992,90	0,0052	0	0	2,080637	0,00	100,00
37490,74	0,0048	0	0	2,080637	0,00	100,00
39971,11	0,0045	0	0	2,080637	0,00	100,00
42493,37	0,0043	0	0	2,080637	0,00	100,00
44944,75	0,004	0	0	2,080637	0,00	100,00
47448,13	0,0038	0	0	2,080637	0,00	100,00
49923,88	0,0036	0	0	2,080637	0,00	100,00
52466,93	0,0034	0	0	2,080637	0,00	100,00
54957,43	0,0033	0	0	2,080637	0,00	100,00
57454,14	0,0031	0	0	2,080637	0,00	100,00
59961,28	0,003	0	0	2,080637	0,00	100,00
46113,38	0,0039	1,062	133,7	1,018637		
35505,00	0,0051	0,1224	11,86	0,896237		
27321,95	0,0066	3,018	225	-2,121763		
21009,61	0,0086	0	0	-2,121763		
16027,81	0,0113	0	0	-2,121763		
12428,74	0,0146	0	0	-2,121763		
9626,05	0,0188	0	0	-2,121763		
7319,45	0,0247	0	0	-2,121763		
5714,51	0,0316	0	0	-2,121763		
4314,23	0,0419	0	0	-2,121763		
3304,43	0,0547	0	0	-2,121763		
2603,13	0,0695	0	0	-2,121763		
2008,73	0,09	0	0	-2,121763		
1507,19	0,12	0	0	-2,121763		
1204,04	0,1502	0	0	-2,121763		
903,45	0,2002	0	0	-2,121763		
704,60	0,2567	0	0	-2,121763		
503,65	0,3591	0	0	-2,121763		
403,27	0,4485	0	0	-2,121763		
302,57	0,5978	0	0	-2,121763		
243,96	0,7414	0	0	-2,121763		
193,05	0,9369	0,03248	0,01689	-2,154243		
148,70	1,2163	0,4344	0,1762	-2,588643		
113,36	1,5955	0,7402	0,2301	-3,328843		
88,72	2,0385	0,4703	0,113	-3,799143		
68,26	2,6498	0,2221	0,04138	-4,021243		
53,87	3,3571	0,1053	0,01529	-4,126543		
33,84	5,3451	0,0461	0,004684	-4,172643		
18,69	9,6765	0,02038	0,001213	-4,193023		

ÖZ GEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Şahabettin KIRCALI
Doğum yeri ve Tarihi : Bolu , 13.11.1978



Eğitim Durumu

Lisans Öğrenimi : Anadolu Üniversitesi, Seramik Mühendisliği ABD.
Yüksek Lisans Öğrenimi : Sakarya Üniversitesi, Kalite Yönetimi ABD.

İş Deneyimi

Projeler : ISO 9001, OHSAS 18001, ISO 14001 Kalite Yönetim Sistemleri'nin kurulumu ve belgelendirilmesi, ulusal ve uluslararası kuruluşların sistem ve ürün belgelendirme süreçlerinin yönetimi, CE işareti süreç yönetimi.
Çalıştığı Kurumlar : Toprak Seramik-Sağlık Gereçleri Fabrikası, Seranit Granit Seramik-Porselen Karo Fabrikası, Mefro Wheels GmbH-Türkiye Jant Fabrikası

İletişim

Adres : Bahçelievler Mah. İstiklal-1 Sok. Özaktaş-6 Apt. No:14
Daire:12 11000 Merkez/BİLECİK
E-Posta Adresi : skircali@hotmail.com , sahabettinkircali@gmail.com

Akademik Çalışmaları

1999 – 2000 Piezoelektrik Transdüser Kullanarak Su Tutmaz Ayna Tasarımı (Lisans Tezi)
2012 – 2013 Seramik Karolardaki Boyut ve Yüzey Düzgünlüğü Kalite Parametrelerinin İstatistik Proses Kontrol Teknikleriyle Değerlendirilmesi (Yüksek Lisans Bitirme Projesi)

Yabancı Dil Bilgisi

İngilizce : İleri Seviye

Tarih: 26/07/2019