

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**HNS-IV PATLAYICISINA BAĞLAYICI EKLEME PROSESİNİN
GELİŞTİRİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Begüm UCUN

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

AĞUSTOS 2015

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**HNS-IV PATLAYICISINA BAĞLAYICI EKLEME PROSESİNİN
GELİŞTİRİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Begüm UCUN
(521121001)**

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Cüneyt ARSLAN

AĞUSTOS 2015

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 521121001 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Begüm UCUN**, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “**HNS-IV PATLAYICISINA BAĞLAYICI EKLEME PROSESİNİN GELİŞTİRİLMESİ**” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Cüneyt ARSLAN**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Doç. Dr. Murat BAYDOĞAN**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Gökhan ORHAN
İstanbul Üniversitesi

Teslim Tarihi : **4 Mayıs 2015**
Savunma Tarihi : **28 Ağustos 2015**

ÖNSÖZ

Tez çalışmamda her anlamda bana destek olan başta Roketsan A.Ş. firmasına, Roketsan A.Ş. 102 ve 107 Laboratuvarı çalışanlarına ve MİGYEM Müdürlüğü'ne teşekkür ederim.

Beni yönlendiren ve bana yardımcı olan değerli hocam Prof. Dr. Cüneyt ARSLAN'a teşekkür eder, saygılarımı sunarım.

Ayrıca beni bugünlere yetiştiren, her türlü zorluğa rağmen sevgisini ve desteğini asla esirgemeyen canım anneme şükranlarımı sunarım.

Ağustos 2015

Begüm UCUN
(Kimya Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	v
İÇİNDEKİLER	vii
KISALTMALAR	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xi
ŞEKİL LİSTESİ.....	xiii
ÖZET.....	xvii
SUMMARY	xix
1. GİRİŞ	1
1.1 Tezin Amacı	1
1.2 Literatür Araştırması	1
1.2.1 HNS (Hekzanitrostilben).....	1
1.2.2 HNS-IV patlayıcısına bağlayıcı ekleme prosesi	3
1.2.3 HNS-IV patlayıcısına uygulanan kimyasal analizler	12
1.3 Hipotez	18
2. DENEYSEL ÇALIŞMA	21
2.1 Ön Çalışma.....	21
2.1.1 HNS-IV patlayıcısına % 5 bağlayıcı ekleme	21
2.1.2 Presleme	22
2.1.3 Ateşleme.....	24
2.1.4 Yapılan çıkarımlar.....	25
2.2 Temel Çalışma	26
2.2.1 HNS-IV patlayıcısına %1 ve %3 bağlayıcı ekleme çalışmaları.....	26
2.2.2 Presleme ve ateşleme	27
3. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	29
3.1 Bağlayıcı Eklenmiş HNS-IV Patlayıcısının Ateşleme Testi Sonuçları.....	29
3.2 HNS-IV ve Bağlayıcı Eklenmiş HNS-IV Patlayıcısının SEM Analizi	
Sonuçları.....	32
3.2.1 HNS-IV	32
3.2.2 HNS-IV/Kel-F.....	32
3.2.3 HNS-IV/Viton-A.....	37
3.3 Bağlayıcı Eklenmiş HNS-IV Patlayıcısının Parçacık Boyut Analizi	
Sonuçları.....	40
3.4 HNS-IV ve Bağlayıcı Eklenmiş HNS-IV Patlayıcısının FTIR Analizi	
Sonuçları.....	44
3.4.1 HNS-IV	44
3.4.2 HNS-IV/Kel-F.....	44
3.4.3 HNS-IV/Viton-A.....	48
3.5 HNS-IV ve Bağlayıcı Eklenmiş HNS-IV Pelet Patlayıcılarının Görsel	
Kontrol Sonuçları	50
3.6 Sonuçların Değerlendirilmesi.....	51
KAYNAKLAR	55

EKLER.....	57
ÖZGEÇMİŞ.....	63

KISALTMALAR

HNS	: Hekzanitrostilben
TNT	: Trinitrotoluen
ESD	: Electrostatic Discharge/Elektrostatik Boşalma
EFI	: Exploding Foil Initiator, Patlayan Folyolu Başlatma Elemanı
DMF	: N,N-dimetilformamid
NMP	: N-metilpirolidin-2-1
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
FTIR	: Fourier Transform Infrared (Kızılötesi) Spektroskopisi
TMD	: Theoretical Maximum Density (teorik maksimum yoğunluk)

ÇİZELGE LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 1.1: Farklı HNS özellikleri.	5
Çizelge 1.2: Viton-A termal analiz sonuçları.	8
Çizelge 1.3: DSC eğrilerinden elde edilen veriler.	17
Çizelge 1.4: Deney parametreleri.	19
Çizelge 2.1: Deneysel çalışma programı.	25
Çizelge 3.1: Ateşleme sonuçları.	29
Çizelge 3.2: Şahit plaka derinlik sonuçları.	31
Çizelge 3.3: Ortalama tanecik boyutları.	43

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1: HNS'in kimyasal yapısı.	2
Şekil 1.2: HNS hacim-sıcaklık grafiği.	2
Şekil 1.3: Kel-F 800 DSC analizi.	4
Şekil 1.4: Proses ve malzeme özellikleri arasındaki ilişki.	5
Şekil 1.5: Viton-A FTIR analizi.	6
Şekil 1.6: Viton-A DSC analizi.	7
Şekil 1.7: Viton-A TGA analizi.	7
Şekil 1.8: Proses düzeneği: (1) Holston reaktörü, (2) Hava motoru, (3) Aspiratör, (4) Vakum, (5) Heater hortum/bağlantısı.	9
Şekil 1.9: Holston reaktörü: Patlayıcının su içerisinde dağılmış görüntüsü (LX-17-2-ATK).	10
Şekil 1.10: Buz banyosundan çıkan LX-17-2 granülleri (LX-17-2-ATK).	11
Şekil 1.11: Karışımın vakum ortamında buchner funnel ile filtreden geçirilmesi (LX-17-2-ATK).	11
Şekil 1.12: Metanol:dioksan karışımı ile yıkanan HNS-IV'e ait SEM görüntüsü. ...	12
Şekil 1.13: Isıtılarak dioksanın uzaklaştırıldığı HNS-IV numunesi.	12
Şekil 1.14: HNS-IV'e ait (a) mikroyut ve (b) nanoyut SEM görüntüleri.	13
Şekil 1.15: HNS-IV FTIR spektrumu (KBr disk).	13
Şekil 1.16: HNS-dioksan FTIR spektrumu (KBr disk).	14
Şekil 1.17: Dioksan (film).	14
Şekil 1.18: HNS-IV numunelerine ait FTIR spektrumları.	15
Şekil 1.19: Farklı HNS numunelerine ait X-ray analizleri.	15
Şekil 1.20: HNS-dioksana ait termogravimetrik analiz (TGA).	16
Şekil 1.21: HNS-IV numunesine ait (numune-1) termal bozunma eğrisi (DSC).	16
Şekil 1.22: HNS-IV numunesine ait (numune-2) termal bozunma eğrisi (DSC).	17
Şekil 1.23: HNS/Viton-A numunelerine ait TGA analizi.	18
Şekil 1.24: HNS/Viton-A numunelerine ait DSC analizi.	18
Şekil 2.1: Rotavap ekipmanı.	21
Şekil 2.2: Bağlayıcı eklenmiş HNS-IV.	22
Şekil 2.3: Presleme kalıbı parçaları.	22
Şekil 2.4: (a) Presleme kalıbı ve (b) demoulding kalıbı görüntüleri.	23
Şekil 2.5: Presleme ekipmanı.	23
Şekil 2.6: 5x5 mm boyutlarında peletler.	24
Şekil 2.7: Farklı enerji seviyelerinde ateşlenen peletler.	24
Şekil 2.8: HNS-IV/Viton-A karışımının çözücü uzaklaştırma öncesi görünüşleri. .	26
Şekil 2.9: HNS-IV/Kel-F karışımının çözücü uzaklaştırma öncesi görünüşleri.	26
Şekil 2.10: HNS-IV/Viton-A karışımının kurutma sonrası görünüşleri.	26
Şekil 2.11: HNS-IV/Kel-F karışımının kurutma sonrası görünüşleri.	27
Şekil 2.12: Patlayıcı peletin yerleştirildiği patlayan folyolu başlatma elemanı.	27
Şekil 2.13: Peletin yerleştirilmesi.	27
Şekil 2.14: Ateşleme düzeneği.	28

Şekil 3.1: Ateşleme sonrası patlaması gerçekleşmeyen peletler.	30
Şekil 3.2: Patlaması gerçekleşen peletlere ait şahit plakalar.	30
Şekil 3.3: Şahit plaka derinlik ölçümü.	31
Şekil 3.4: HNS-IV patlayıcısının (a) 15.00KX ve (b) 20.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	32
Şekil 3.5: Deney 1 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	33
Şekil 3.6: Deney 2 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 8.00KX ve (b) 12.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	33
Şekil 3.7: Deney 4 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	33
Şekil 3.8: Deney 5 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	34
Şekil 3.9: Deney 7 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	34
Şekil 3.10: Deney 8 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV (a) 10.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	34
Şekil 3.11: Deney 10 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 15.00KX ve (b) 20.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	35
Şekil 3.12: Deney 11 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 15.00KX ve (b) 20.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	35
Şekil 3.13: Deney 13 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 10.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	36
Şekil 3.14: Deney 14 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	36
Şekil 3.15: Deney 16 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	36
Şekil 3.16: Deney 17 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 10.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	37
Şekil 3.17: Deney 3 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 8.00KX ve (b) 10.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	37
Şekil 3.18: Deney 6 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 8.00KX ve (b) 10.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	38
Şekil 3.19: Deney 9 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	38

Şekil 3.20: Deney 12 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	39
Şekil 3.21: Deney 15 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 10.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	39
Şekil 3.22: Deney 18 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 10.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.	39
Şekil 3.23: Deney 1/2/3 parçacık boyut analizi.	40
Şekil 3.24: Deney 4/5/6 parçacık boyut analizi.	41
Şekil 3.25: Deney 7/8/9 parçacık boyut analizi.	41
Şekil 3.26: Deney 10/11/12 parçacık boyut analizi.	42
Şekil 3.27: Deney 13/14/15 parçacık boyut analizi.	42
Şekil 3.28: Deney 16/17/18 parçacık boyut analizi.	43
Şekil 3.29: HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	44
Şekil 3.30: Deney 5 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	45
Şekil 3.31: Deney 8 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	45
Şekil 3.32: Deney 10 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	46
Şekil 3.33: Deney 11 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	46
Şekil 3.34: Deney 13 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	47
Şekil 3.35: Deney 14 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	47
Şekil 3.36: Deney 17 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	48
Şekil 3.37: Deney 3 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	48
Şekil 3.38: Deney 9 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	49
Şekil 3.39: Deney 12 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	49
Şekil 3.40: Deney 18 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.	50
Şekil 3.41: Pelet olarak tedarik edilen HNS-IV patlayıcısı.	50

Şekil 3.42: Bağlayıcı eklenmiş HNS-IV pelet patlayıcıları	51
Şekil 3.43: Bağlayıcı oranının ateşleme üzerindeki etkisi.	52
Şekil 3.44: Su/çözücü oranının ateşleme üzerindeki etkisi.....	52
Şekil 3.45: Bağlayıcı/çözücü tipinin ateşleme üzerindeki etkisi.	53
Şekil 3.46: Ateşleme-su/çözücü oranı ilişkisi.	53
Şekil A.1: Deney 1 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.	58
Şekil A.2 Deney 2 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.....	58
Şekil A.3: Deney 4 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.	59
Şekil A.4: Deney 6 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu ...	59
Şekil A.5: Deney 7 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.	60
Şekil A.6: Deney 15 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu. ..	60
Şekil A.7: Deney 16 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.	61

HNS-IV PATLAYICISINA BAĞLAYICI EKLEME PROSESİNİN GELİŞTİRİLMESİ

ÖZET

HNS (Hekzanitrostilben), askeri ve endüstriyel alanlarda kullanılan 1.1. sınıfı bir patlayıcı tipidir. Isıya dayanıklı patlayıcılara ihtiyaç duyulması sonucunda Naval Ordnance Laboratuvarları tarafından geliştirilmiştir ve çalışma sıcaklık aralığı $-320^{\circ}\text{C} - +325^{\circ}\text{C}$ şeklindedir. HNS elektrostatik boşalma, sürtünme ve yüksek sıcaklık gibi çevresel etkenlere karşı oldukça duyarsız bir malzemedir. Bu özellikler HNS'i tercih edilen bir patlayıcı haline getirmektedir. HNS patlayıcısına ait HNS-I, HNS-II, HNS-III ve HNS-IV şeklinde 4 farklı tip bulunmaktadır ve bu tipler arasındaki temel fark parçacık büyüklüğüdür.

Bu tez çalışmasının amacı, roket ve füze sistemleri ateşleme zincirlerinde başlatıcı olarak kullanılan patlayan folyolu başlatma elemanı içerisinde bulunan HNS-IV patlayıcısına bağlayıcı ekleyerek malzemenin fiziksel bütünlüğünü ve peletleme prosesinin kolaylaştırılmasını sağlamaktır. Patlayıcıya bağlayıcı ekleme prosesini etkileyen birçok faktör vardır. Bu tez kapsamında yapılan deneysel çalışmalarda, bu faktörler göz önüne alınarak optimum deney parametreleri tespit edilmeye çalışılmıştır. Deneysel çalışmalar 3 farklı parametre üzerine kurulmuştur. Bu parametreler bağlayıcı oranı, çözücü/bağlayıcı tipi ve su/çözücü oranıdır.

Deneysel çalışmalarda bağlayıcı olarak Kel-F 800 ile Viton-A polimerleri kullanılmıştır ve bağlayıcı miktarının etkisini gözlemlemek amacıyla karışıma % 1 ile % 3 oranlarında katılmışlardır. Kel-F 800 bağlayıcısı, metil izobütil keton/izobütil asetat çözücü karışımı ve n-bütil asetat çözücüsü içerisinde; Viton-A bağlayıcısı ise metil etil keton çözücüsü içerisinde çözünerek kullanılmıştır.

Optimum deney parametrelerinin belirlenmesi amacıyla 18 adet deney gerçekleştirilmiştir. Her bir deneyden elde edilen toz karışımın bir kısmı ateşleme testlerinde kullanılmak üzere pelet üretiminde kullanılmıştır. Peletlemeden geriye kalan toz karışım SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu)'de incelenerek malzemenin morfolojisi analiz edilmiştir. Ayrıca toz malzemeye FTIR ve parçacık boyut analizleri uygulanarak malzemenin içeriğindeki kimyasal bağlar ve malzemenin tanecik boyutu hakkında bilgi edinilmiştir.

DEVELOPMENT OF PROCESS OF ADDING BINDER TO HNS-IV EXPLOSIVE

SUMMARY

HNS (Hexanitrostilbene) is a well-characterized energetic material that is used in a variety of aerospace, military, and industrial systems. HNS was first produced at the Naval Ordnance Laboratory to meet a requirement for a heat resistant explosive. HNS demonstrates acceptable performance in a temperature range of -320°C to +325° C. HNS is the material of choice for a number of reasons. It is an insensitive explosive will not inadvertently initiate when exposed to various environments such as electrostatic discharge, drops, friction or elevated temperature. There are different types of HNS from type I to type IV according to their particle size.

The purpose of this study is to ensure physical integrity of HNS-IV and facilitate pelleting process by adding binder into the HNS-IV that is used as explosive in exploding foil initiator used as initiator in ignition systems of rocket and missile technology. There are many factors that affect the process of adding binder to explosive. In experimental studies in the context of this thesis, these factors were studied to determine the optimal experimental parameters. Experimental studies were based on 3 different parameters. These parameters were binder ratio, solvent/binder type and water/solvent ratio.

In the process of adding binder to explosive, binder is dissolved in organic solvent and explosive is slurried in this solution. This mixture is added into the water and stirred rapidly. Then it is heated in order to remove solvent. The resulting powder mixture is filtered, washed, dried and pressed in order to make pellets.

In experimental studies, Kel-F 800 and Viton-A polymers were used as a binder. In order to observe the effect of binder amount, these polymers were used in 1% and 3%. Kel-F 800 was chosen because of its superior performance among the binders. Kel-F, a proprietary product of the 3M Company, is a copolymer of chlorotrifluoroethylene and vinylidene fluoride. Kel F is very thermally and chemically stable, has good mechanical properties at ambient temperatures and melts at about 100°C. Viton-A, a vinylidene fluoride and hexafluoropropylene copolymer, is a fluorinated polymer and fluorinated polymers have been found to be best suited for defense applications because of their chemical inertness, higher density, greater thermal stability and longer shelf life. In studies, Kel-F 800 was dissolved in methyl isobutyl ketone/isobutyl acetate solvent mixture and n-butyl acetate solvent; Viton-A was dissolved in methyl ethyl ketone solvent.

18 experiments were carried out in order to determine optimum experimental parameters. 12 pellets from each assay were obtained for use in the ignition test. The remaining powder mixture was used in SEM (Scanning Electron Microscope) analysis in order to examine the morphology of the explosive. Also chemical bonds and particle sizes of powder was examined by FTIR and particle size analysis.

1. GİRİŞ

HNS (Hekzanitrostilben); ısıya dayanıklı, birçok çevresel etkene karşı oldukça duyarsız ve savunma sanayiinde birden fazla kullanım alanı bulunan 1.1 sınıfı bir patlayıcıdır. Bu tip patlayıcı malzemelere bağlayıcı eklenerek malzemenin fiziksel bütünlük kazanması ve peletlenme prosesinin kolaylaştırılması sağlanabilmektedir. Bu tez çalışmasında, HNS-IV patlayıcısına bağlayıcı ekleme prosesi geliştirilmeye ve optimum deney parametreleri tespit edilmeye çalışılmıştır.

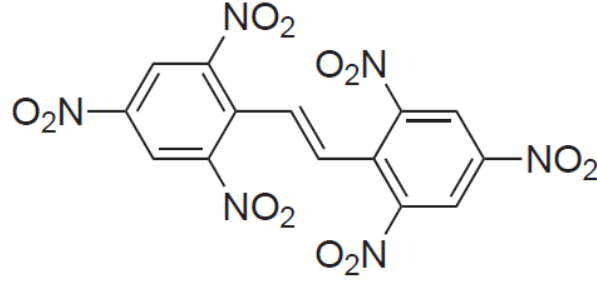
1.1 Tezin Amacı

Bu tez çalışmasının amacı, roket ve füze sistemleri ateşleme zincirlerinde başlatıcı olarak kullanılan patlayan folyolu başlatma elemanı içerisinde bulunan HNS-IV patlayıcısına bağlayıcı ekleyerek malzemenin fiziksel bütünlüğünü sağlamak ve peletleme prosesini kolaylaştırmaktır. Deneysel çalışmalar ile sentezlenen toz karışımlar SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) ve FTIR (Fourier Transform Infrared Spektroskopisi)'da incelenerek malzemenin karakteristiği hakkında bilgi edinilmiştir. Toz karışımlardan elde edilen peletlere ise ateşleme testi uygulanarak bağlayıcı eklenen karışımların belirli bir enerji seviyesindeki ateşlenme kabiliyetleri incelenmiştir.

1.2 Literatür Araştırması

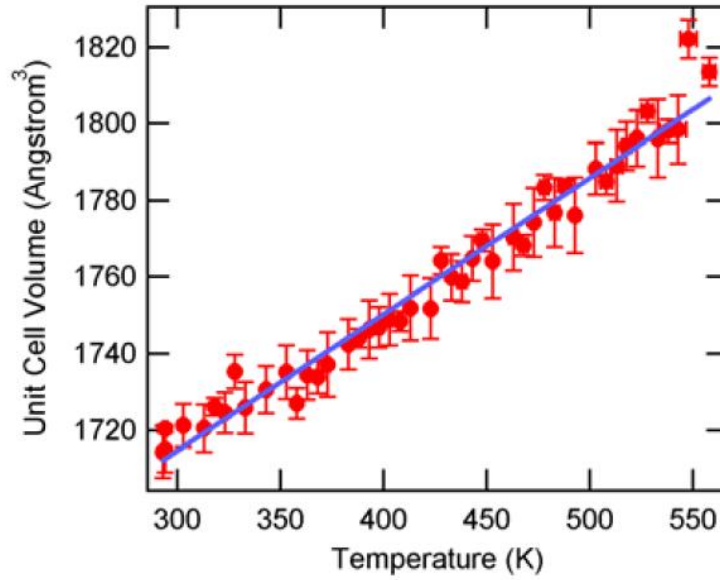
1.2.1 HNS (Hekzanitrostilben)

HNS (Hekzanitrostilben), 1.1 sınıfı bir patlayıcı olup TNT'nin rekristalizasyonu ile elde edilir [1,2]. -320°C – +325°C sıcaklık aralığında performansında herhangi bir kayıp söz konusu olmadığı belirtilmiştir. HNS, ESD (Electrostatic Discharge/Elektrostatik Boşalma)'ye karşı oldukça duyarsızdır [2]. HNS-I, HNS-II, HNS-IV vb. türevleri arasındaki farklılık parçacık büyüklüğü olup, bu patlayıcılar HNS'den başlayarak birbirini tekrar eden kristalizasyon işlemleriyle hazırlanır [3]. HNS'in kimyasal yapısı Şekil 1.1'de gösterilmiştir [4].



Şekil 1.1: HNS'in kimyasal yapısı [4].

Atmosferik basınç altında ısıtıldığında HNS'in hacminde meydana gelen değişim ve yüksek sıcaklıklardaki davranışı Şekil 1.2'de verilmiştir. 300-550 K sıcaklık aralığı için HNS'in ısıl genleşme katsayısı $2,1 \times 10^{-4} \pm 5,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ olarak hesaplanmıştır [4].



Şekil 1.2: HNS hacim-sıcaklık grafiği [4].

HNS-IV genellikle $15\text{-}30 \text{ m}^2/\text{g}$ spesifik yüzey alanına sahiptir. HNS/DMF (N,N-dimetilformamid) veya HNS/NMP (N-metilpirolidin-2-1) çözeltisinin suda çöktürülmesi ile elde edilir [3]. Bu yöntemle hazırlanan HNS-IV içerisinde ağırlıkça % 0,5-1,5 oranında çözücü kalmaktadır. Sıklıkla EFI (Exploding Foil Initiator, Patlayan Folyolu Başlatma Elemanı) detonatörlerde kullanılan HNS-IV'un içerisinde çözücü kalması patlayıcının performansı açısından olumsuz bir durum teşkil ettiğinden, bu çözücüü uzaklaştırmak için bir takım çalışmalar yapılmıştır. Bunlardan biri metanol içerisinde HNS-IV'un dioksan ile yıkanmasıdır. Fakat bu yöntemde HNS-IV'un parçacık büyüklüğü, şekli ve dolayısıyla spesifik yüzey alanı dramatik bir şekilde değişmektedir. Ayrıca proses sırasında kullanılan metanol belirli

bir miktarın üzerinde olursa HNS-IV içerisinde dioksan kalmaktadır. Bunu engellemek için HNS-dioksan karışımı, dioksanın kaynama noktasının üzerinde bir sıcaklığa ısıtılır ve HNS-IV olabildiğince saf hale getirilir. Bu çalışmada HNS IV'un hazırlanma prosedürü şu şekilde verilmiştir [5]:

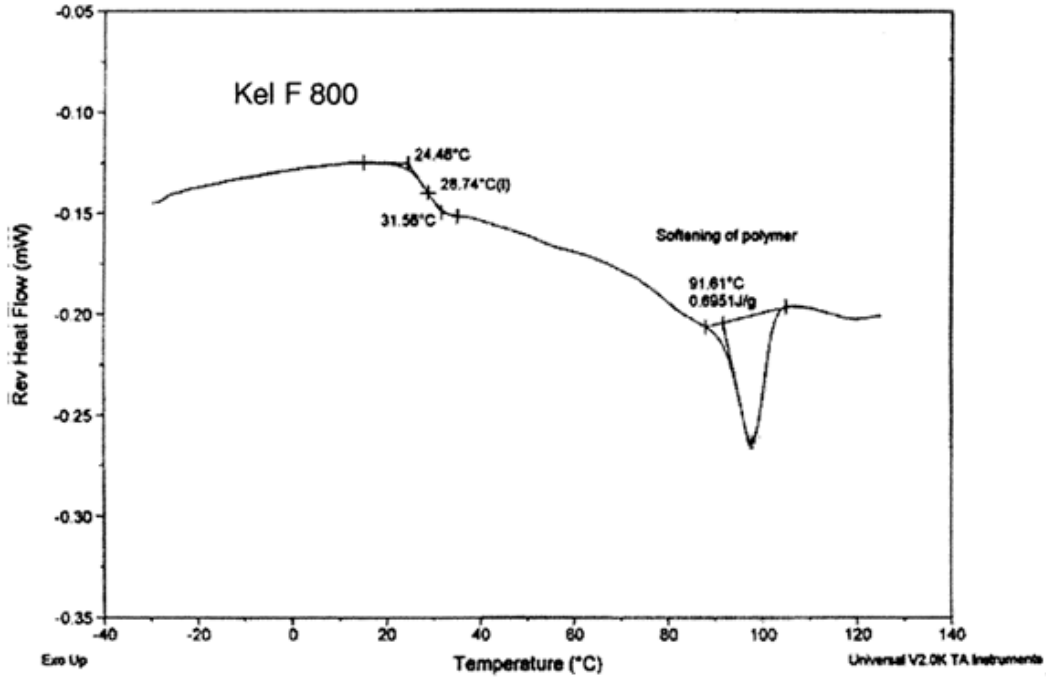
1. 1,39 g HNS-II 60 ml NMP'de çözünür ve “sintered glass funnel grade 3”ten süzülür.
2. 270 ml saf su içinde 1 saat boyunca karıştırılır.
3. Doygun alüminyum nitrat sulu çözeltisinden 8 damla karışıma eklenir ve malzemenin çökmesi için 90 dakika beklenir.
4. Üst kısımda kalan sıvı ayrı bir kaba alınır.
5. Kalan ürün Whatman No. 42 filtre kağıdından geçirilir ve 4 kez 30 ml saf su ile yıkanır.
6. Hemen arkasından hacimce 4:1 metanol:dioksan karışımından 4 kez 20 ml kullanılacak şekilde yıkanır.
7. Vakum desikatöründe kurumaya bırakılır.
8. Son ürün yaklaşık 1,34 g'dır ve ağırlıkça % 0,01 NMP içermektedir.

Bu yöntemle hazırlanan HNS-IV'e ait analizler Bölüm 1.2.3'te detaylı olarak verilmiştir. Ancak analiz sonuçlarına göre son ürünün 1:1 HNS:dioksan olduğu tespit edilmiştir. Dolayısıyla son ürünlerdeki dioksanın uzaklaştırılması için ürün, dioksanın kaynama noktasının üzerinde yani 140°C'de ısıtılarak içerisindeki dioksanın uzaklaştırılması sağlanır.

1.2.2 HNS-IV patlayıcısına bağlayıcı ekleme prosesi

Patlayıcı malzemenin bağlayıcı ile kaplanması; malzemeye fiziksel bütünlük ve esneklik sağlar, enerjik malzemeyi korur ve peletlenme prosesini kolaylaştırır.

Bağlayıcı, enerjik malzemeye (RDX, HMX, HNS vb.) %1 ile %8 oranında eklenebilir, ancak genellikle %5 civarında kullanılır. Buster patlayıcısı olarak da kullanılan HNS içeriği %96 HNS-II ve % 4 Kel F 800'(fluoropolymer) dür [6]. Bu karışımda kullanılan bağlayıcı Kel-F 800 (klorotrifloroetilen/vinilidin florid kopolimeri), 3M tarafından üretilmektedir. Kel-F 800 bağlayıcı malzemesi, termal ve kimyasal olarak oldukça karardır ve ortam koşullarında mekanik özellikleri oldukça iyidir. Erime sıcaklığı 100°C, camsı geçiş sıcaklığı ise 28°C'dir. Kel-F 800'e ait DSC analiz sonucu Şekil 1.3'te verilmiştir [7].

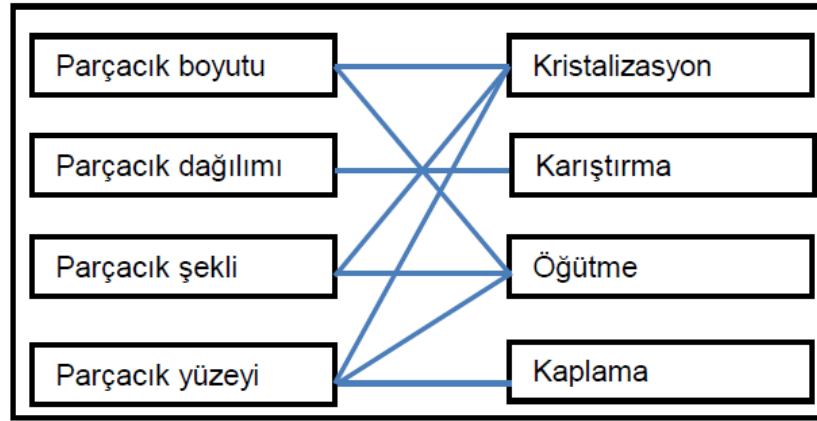


Şekil 1.3: Kel-F 800 DSC analizi [7].

HNS bazlı enerjik malzemeye bağlayıcı ekleme prosesi genel hatları ile şu şekildedir: Kristal yapılı patlayıcı suya eklenerek karıştırılır ve ayrı bir yerde bağlayıcı suda çözünmeyen organik bir çözücünde çözünür. Bağlayıcı/çözücü karışımı patlayıcı/su karışımına eklendiğinde, katı ve birbiri içerisinde çözünmeyen iki farklı sıvı faz yüksek hızda karıştırılır. Organik çözücü distilasyonla uzaklaştırılır, patlayıcı süzülür, kurutulur ve preslenir [7].

Rheinmetall Waffe Munition firması tarafından yapılan bir sunumda KS 63 isimli formülasyonun pres patlayıcı olduğu ve içeriğinin ise % 94 HNS ve % 6 bağlayıcı olduğu belirtilmiştir. Teledyne RISI firması da EFI’da kullandığı HNS’i rekristalize ettiğini ve bağlayıcı olarak Kel F-800 kullandığını ürün kataloglarında belirtmiştir.

Enerjik malzemenin parçacık boyutu, dağılımı, şekli ve yüzeyi; kristalizasyon, karıştırma, öğütme ve kaplama prosesleri ile iç içe geçmiş ve bu proseslerle birebir ilişkili özelliklerdir. Özellikle parçacık boyutu dağılımı, parçacık boyutu, şekli ve spesifik yüzey alanı patlayıcı özelliklerini etkileyen önemli parametrelerdir [8, 9]. Proses ile malzeme özelliklerinin ilişkisi şematik olarak Şekil 1.4’te verilmiştir.



Şekil 1.4: Proses ve malzeme özellikleri arasındaki ilişki [9].

Buster olarak kullanılan ve yaklaşık $1,60 \text{ g/cm}^3$ yoğunluk değerine sahip HNS peletlerinin ateşlenme değerleri ile parçacıkların şekilsel karakteristikleri arasında da güçlü bir ilişki olduğu bilinmektedir [10].

Patlayıcının bağlayıcı ile kaplanması prosesinde son ürünün parçacık boyutunu etkileyen pek çok faktör vardır [11]:

- Kullanılan çözücü
- Karıştırma hızı (arttıkça parçacık büyüklüğü azalmaktadır.)
- Su/çözücü oranı
- Karışım miktarı

Çizelge 1.1’de piyasada üretilen ve kullanılan bazı HNS örneklerinin hazırlama yöntemleri, parçacık şekilleri ve spesifik yüzey alanları verilmiştir.

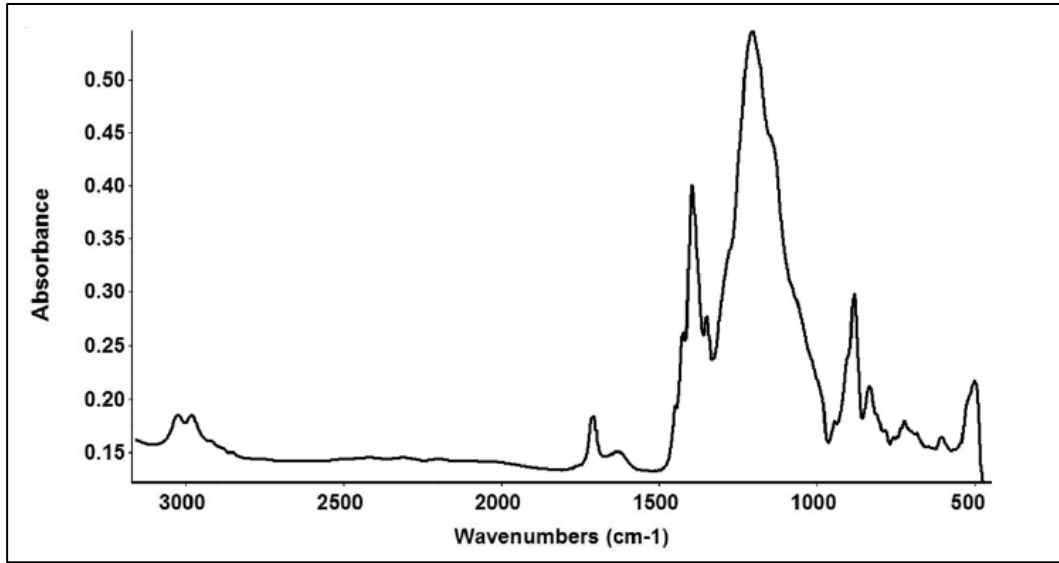
Çizelge 1.1: Farklı HNS özellikleri [9].

Referans	Hazırlama Yöntemi	Menşei	Parçacık Şekli	Yüzey Alanı (m^2/g)
HNS, “ANM1”	Nitrik asit ile rekristalize edilir ve öğütülür.	Fransa SNPE	Küresel	4-6
HNS, “ANM1”, ince	Çok ince olacak şekilde öğütülür. (“Ultimatie grinding”)	Fransa SNPE	Küresel	14
HNS-IV (Spesifikasyon WS 32 972 A)	DMF ile rekristalize edilir.	ABD	İğne şeklinde (needle shape)	11

HNS-I’den HNS-II elde etmek için asetonitril-toluen çözücü karışımı 2:1 oranında kullanılarak, kristallerin büyümesi sağlanır. HNS için uygun bir çözücü

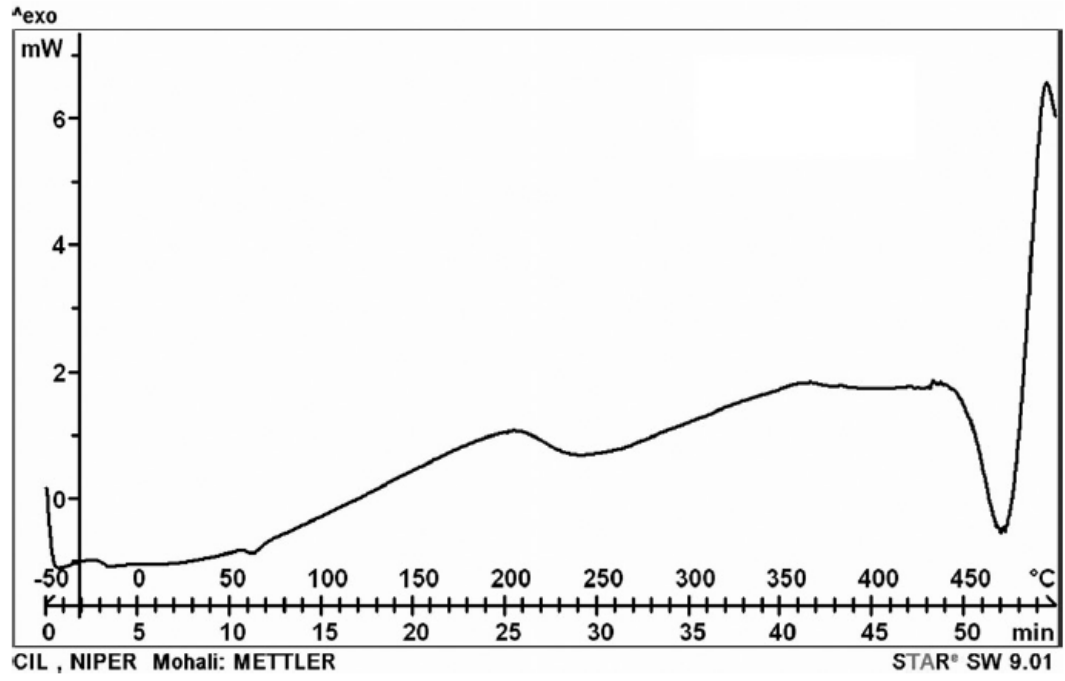
bulunmamaktadır. En iyi çözündüğü DMF’de bile oda sıcaklığında % 2 oranında çözünmektedir. Piyasada bulunan HNS-II patlayıcılarının bazıları Çizelge 1.1’de verildiği gibi nitrik asit ile rekristalize edilerek kullanılmaktadır [12].

Kel-F 800 bağlayıcısının performans özellikleri diğer bağlayıcılara göre oldukça iyidir. Bunun yanı sıra Viton A, Estane 5702, Sylgard 182 ve HTPB de kullanılmaktadır [12]. Literatürde Viton-A (vinilidin florür ve hekzafloropropilen kopolimeri)’nın bağlayıcı olarak kullanıldığı birçok çalışma yer almaktadır. Viton-A aseton veya metil etil keton (MEK) içerisinde çözünerek kullanılmaktadır. Şekil 1.5’te Viton-A’ya ait FTIR spektrumu verilmiştir. Flor içeren yapılar, C-F bağından dolayı 1400 ve 1000 cm^{-1} değerleri arasında pik göstermektedir. Viton-A’nın 1397 ile 1074 cm^{-1} değerlerinde C-F bağından dolayı, 1273, 1191, 1134 ile 1111 cm^{-1} değerlerinde C-F₂ bağlarından dolayı ve 635 ile 610 cm^{-1} değerlerinde C-F₃ bağlarından dolayı pik verdiği görülmektedir [13].

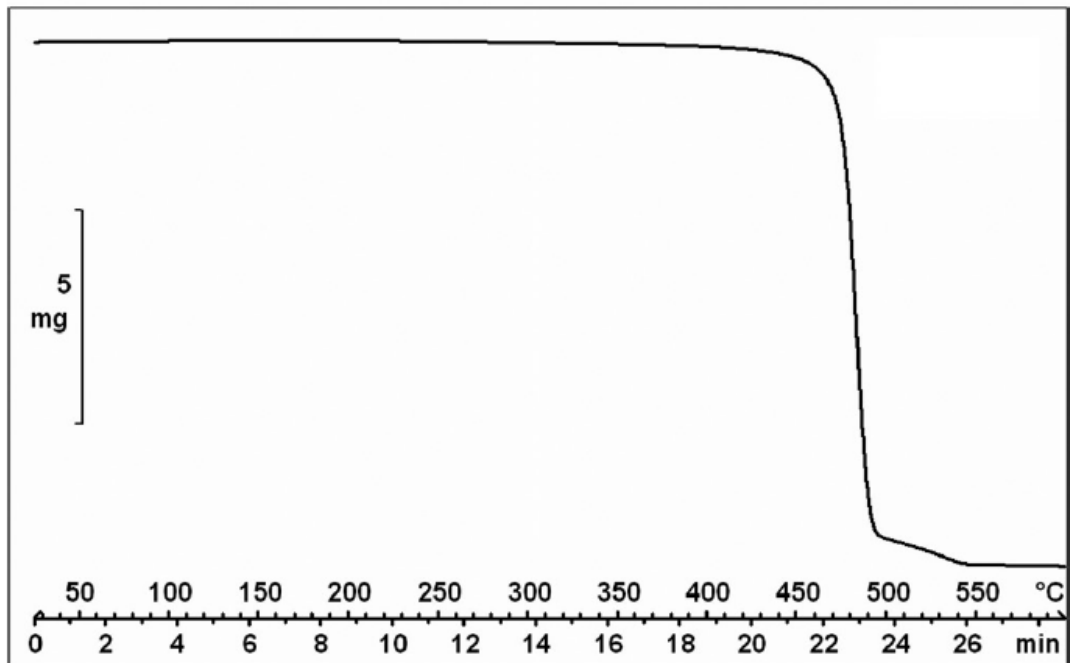


Şekil 1.5: Viton-A FTIR analizi [13].

Viton-A için DSC ve TGA analiz sonuçları sırasıyla Şekil 1.6 ve Şekil 1.7’de belirtilmiştir.



Şekil 1.6: Viton-A DSC analizi [13].



Şekil 1.7: Viton-A TGA analizi [13].

Viton-A'ya ait termal analiz sonuçları Çizelge 1.2'de özetlenmiştir.

Çizelge 1.2: Viton-A termal analiz sonuçları [13].

Viton-A			Temperature range [°C]
TGA Analizi	Kütle kaybı (%)	% 93,2	100-500
		% 4,8	500-550
DSC Analizi	Camsı geçiş sıcaklığı (T_g)		-21,4
	Yumuşama sıcaklığı		55,4
	Kristalizasyon sıcaklığı (T_c)		196
	Bozunma sıcaklığı		495

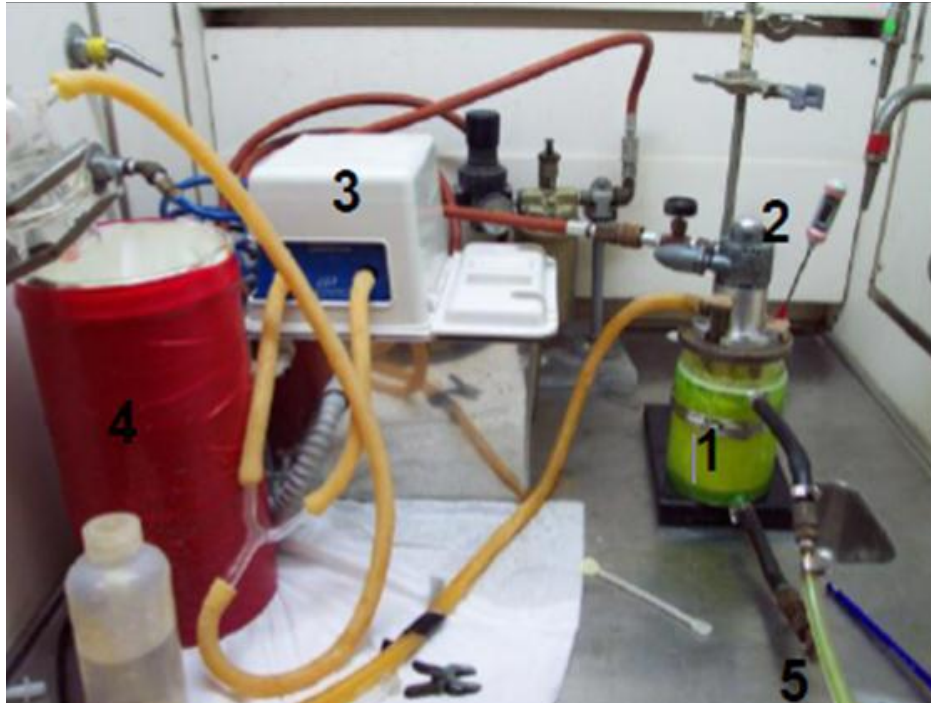
HNS bazlı bir diğer patlayıcı da LX-15'tir. Literatürde LX-15'in hazırlanması ile ilgili yapılan bir çalışmada, HNS-IV'un bağlayıcı ile kaplanmasına yönelik yol gösterici kritik basamaklar anlatılmaktadır. LX-15; % 95 HNS-I, % 5 Kel-F 800'den oluşmaktadır. Proseste ilk önce Kel-F 800 çözücü içerisinde çözünür. HNS-I çözeltiye eklenir. Bu karışım su içerisine eklenir, hızlı bir şekilde karıştırılır ve çözücünün uçması için ısıtılır. Ürün filtreden geçirilir, yıkanır ve kurutulur. Bu karışım daha sonra % 82 TMD oranında preslenmiştir [11]. Çalışmada kullanılan yöntem basamakları şu şekildedir:

1 kg LX-15 Hazırlama Prosesi [12]:

1. 1000 g MIBK (Metil İzobutil Keton) ve 200 g İzobutil Asetat karıştırılarak kullanılacak çözücü hazırlanır.
2. 50 g Kel-F 800, 1200 g çözücü karışımı içerisinde çözünür. Bağlayıcı/ çözücü karışımı ağzı kapalı bir kapta, Kel-F 800 tamamen çözünene kadar karıştırılır (yaklaşık 1 gün).
3. 950 g HNS-I, bağlayıcı/çözücü karışımına eklenir, spatül yardımıyla karıştırılır ve tüm HNS-I'in karışım içerisinde dağılması sağlanır.
4. 4 litre saf su, 10 litrelik Holston-tip reaktöre konur.
5. 5 ml Elvanol 51-05 ve 20 ml "Hercules Defoamer" suya eklenir ve 225 rpmde karıştırılır.
6. HNS/Kel-F 800 karışımı reaktöre eklenir, boşaltılan kap saf suyla yıkanır ve reaktöre eklenir.
7. Karışım hızı 750-1000 rpm arasında bir değere yükseltilir.

8. Reaktör 15°C/dk hızla ısıtılır ve vakum uygulanarak çözücünün uzaklaştırılması sağlanır.
9. Reaktör sıcaklığı 50°C'ye ulaştığında malzeme lif lif çökmeye başlar. 70-75°C arasında ise çözücü hızla uzaklaştıkça malzeme öbek halinde çökmeye başlar.
10. Sıcaklık 80°C'ye ayarlanır ve malzeme öbekleri ayrılıp tane tane çökmeye başladığında karıştırma hızı 350 rpm'e düşürülür.
11. Kalan çözücü olabildiğince hızlı şekilde malzemeden uzaklaştırılır.
12. 5 dakika kadar daha 350 rpmde karıştırıldıktan sonra 225rpm'e düşürülür.
13. Çözücü kokusu yoğun olarak hissedildiği an, reaktör sıcaklığı 25°C'ye hızlı bir şekilde soğutulur ve 25°C'de karıştırma durdurulur.
14. Ürün Buchner funnel'a alınır ve soğuk saf su ile yıkanır.
15. 80°C'de fırında yaklaşık 1 gün kurumaya bırakılır.

Bu prosesin yanısıra, LX-17 patlayıcısının da benzer şekilde hazırlandığı bilgisi literatürde verilmiştir [14]. Proseste kullanılan Holston reaktör düzeneği Şekil 1.8'de verilmiştir.



Şekil 1.8: Proses düzeneği:(1) Holston reaktörü, (2) Hava motoru, (3) Aspiratör, (4) Vakum, (5) Heater hortum/bağlantısı [14].

LX-17 Hazırlama Prosesi [14]:

1. FK-800 etil asetat (%15 FK-800), manyetik karıştırıcı ile oda sıcaklığında yaklaşık 1 gün boyunca karıştırılır.
2. Çözelti hazırlandıktan sonra, 200 ml saf su Holston reaktörüne (Şekil 1.9) aktarılır. Normalde 50 g batch için 50 ml su yeterli iken fazla konulması karışımın kolay olması için tercih edilmektedir.



Şekil 1.9: Holston reaktörü: Patlayıcının su içerisinde dağılmış görüntüsü (LX-17-2-ATK) [14].

3. Su üzerine 20 g etil asetat eklenir ve karıştırılır.
4. Daha sonra FK-800/etil asetat karışımı reaktöre eklenir.
5. Reaktör etrafındaki ceket aracılığıyla su sirkülasyonu sağlanır ve reaktör 32-38°C'ye ısıtılır.
6. 50 g su reaktöre eklenir ve vakum ortamı sağlanarak çözücü uzaklaştırılır ve böylece PBX granülleri elde edilir.
7. Sıcaklığın 60°C'ye çıkarılması ile tüm çözücü uzaklaştırılır.
8. Çökme başlayıp katı granüller elde edilince, içerisinde karışım bulunan kap buz banyosuna konulur. Şekil 1.10'da çözücüsü uzaklaştırılmış ve buz banyosundan çıkmış karışım verilmiştir.



Şekil 1.10: Buz banyosundan çıkan LX-17-2 granülleri (LX-17-2-ATK) [14].

9. Bu karışım Buchner funnel ile filtreden geçirilerek vakum yardımıyla kalan su ve çözücü Şekil 1.11’de gösterildiği gibi uzaklaştırılır.

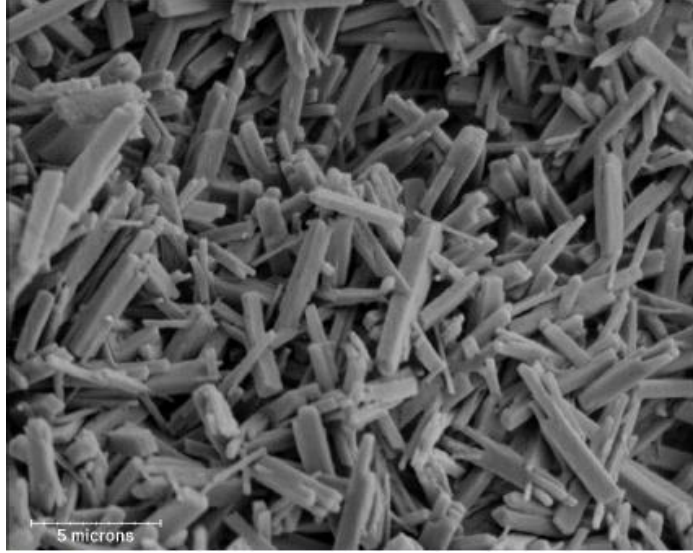


Şekil 1.11: Karışımın vakum ortamında buchner funnel ile filtreden geçirilmesi (LX-17-2-ATK) [14].

10. Elde edilen malzeme 75-80°C’de yaklaşık 1 gün boyunca kurutulur [14].

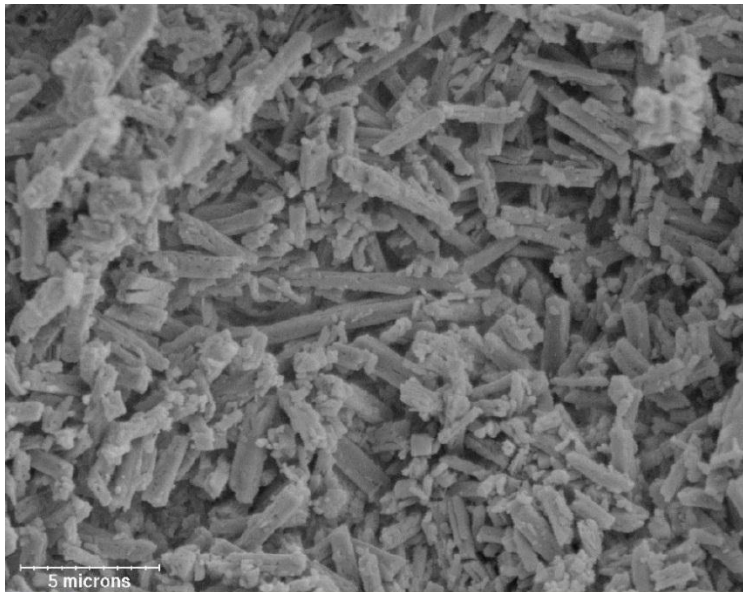
1.2.3 HNS-IV patlayıcısına uygulanan kimyasal analizler

Literatürde HNS; SEM, FTIR, X-Ray, TGA ve DSC ile analiz edilmiştir. HNS-IV'ün metanol:dioksan karışımı ile yıkandıktan sonraki SEM görüntüsü Şekil 1.12'de verilmiştir. Görüldüğü gibi malzemenin kristal yapısı iğne şeklindedir.



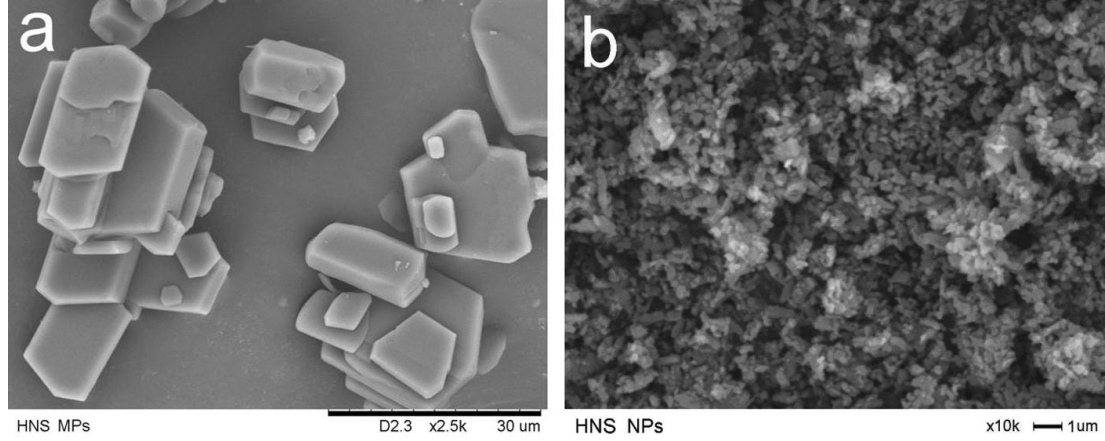
Şekil 1.12: Metanol:dioksan karışımı ile yıkanan HNS-IV'e ait SEM görüntüsü [5,15].

Malzeme içerisindeki dioksan 140°C'de kurutularak uzaklaştırılmıştır ve son ürüne ait SEM görüntüsü ise Şekil 1.13'te verilmiştir. Malzeme iğne şeklindeki kristal yapısını korumuştur, bunun yanında gözenekli yapıların oluştuğu görülmüştür [5,15].



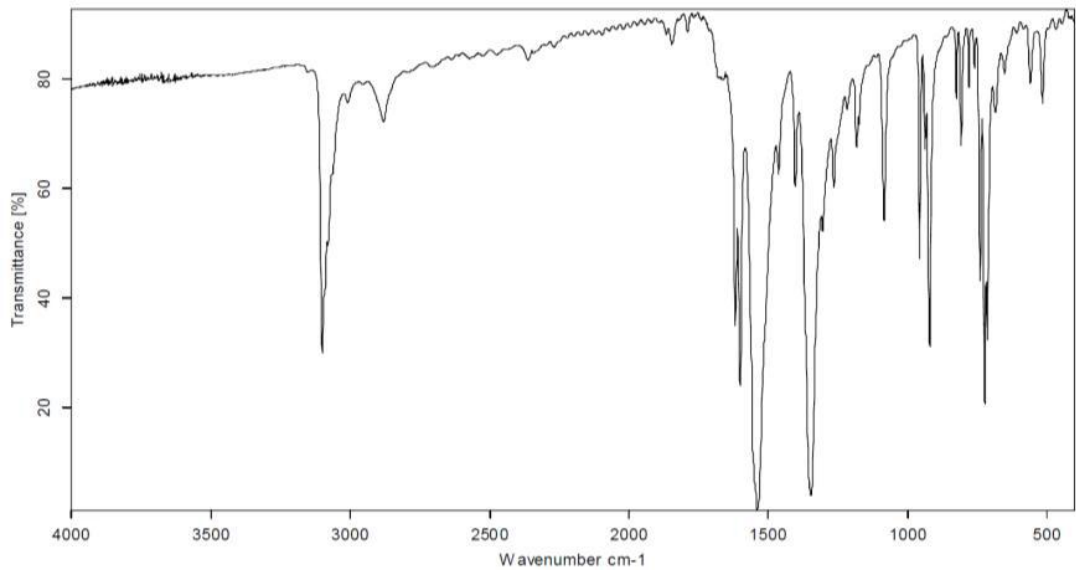
Şekil 1.13: Isıtılarak dioksanın uzaklaştırıldığı HNS-IV numunesi [5,15].

Mikro ve nano boyutta HNS-IV'lerin karşılaştırıldığı farklı bir çalışmada ise malzemelere ait SEM görüntüleri Şekil 1.14'teki gibi elde edilmiştir. Mikro yapıdaki HNS-IV'ün düzensiz şekiller ihtiva ettiği görülmektedir.

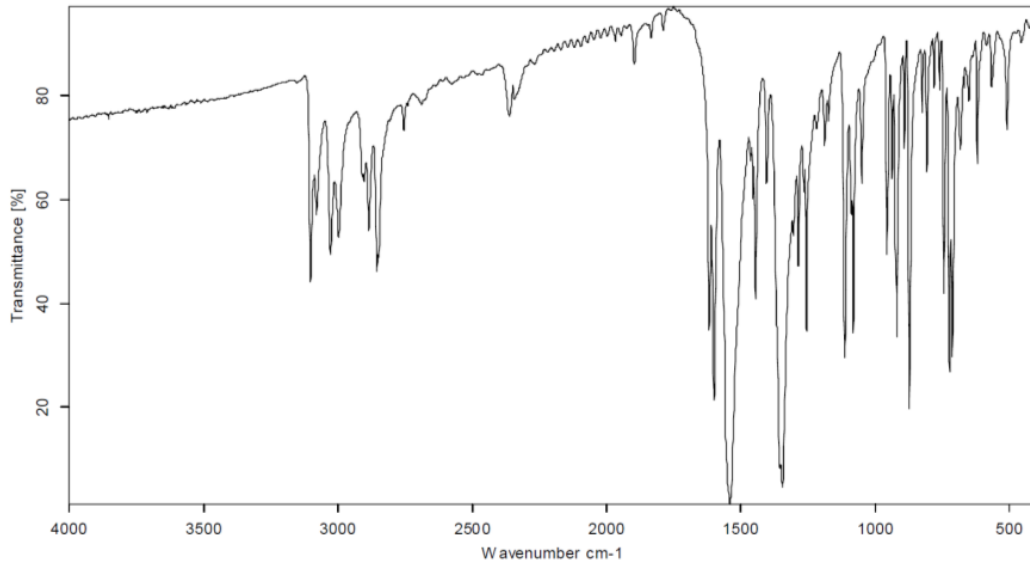


Şekil 1.14: HNS-IV'e ait (a) mikrobeyut ve (b) nanobeyut SEM görüntüleri [16].

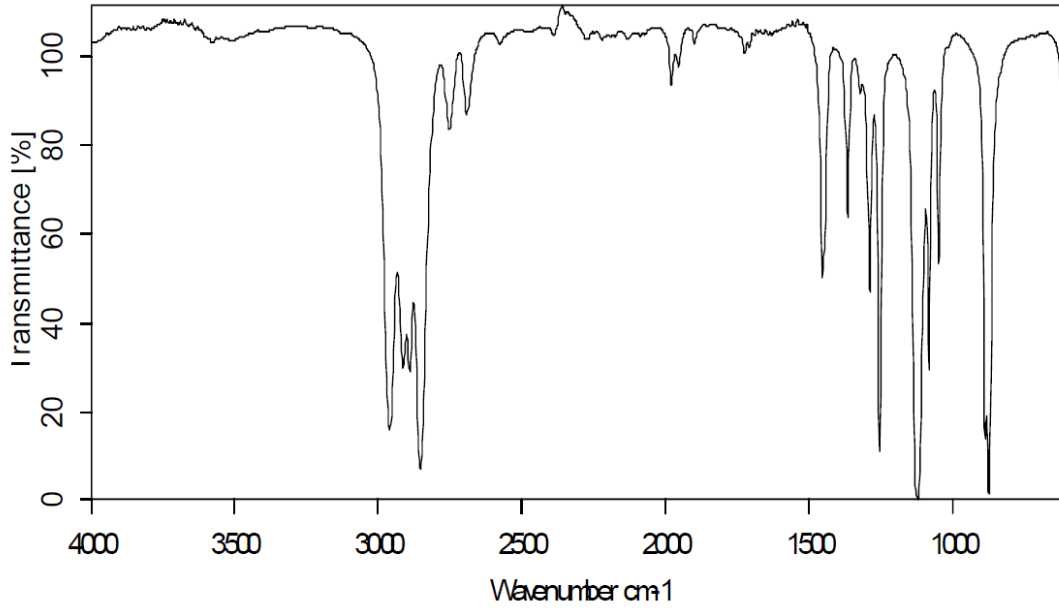
HNS-IV içerisinde prosten kaynaklı olarak dioksan kalıp kalmadığı FTIR ile kontrol edilmiştir [5,15]. İçerisinde eser miktarda NMP bulunan HNS-IV'e ait FTIR (KBr) spektrumu Şekil 1.15'te verilmiştir ve HNS-I ile aynı olduğu belirtilmiştir. Ancak metanol:dioksan karışımı ile yıkama işleminden sonra Şekil 1.16'da görüldüğü gibi FTIR spektrumu değişmiştir ve HNS ile dioksan spektrumunun kombinasyonu haline gelmiştir, farklı olarak piklerde kayma görülmüştür. Sadece dioksana ait FTIR spektrumu Şekil 1.17'de verilmiştir [5,15].



Şekil 1.15: HNS-IV FTIR spektrumu (KBr disk) [5,15].

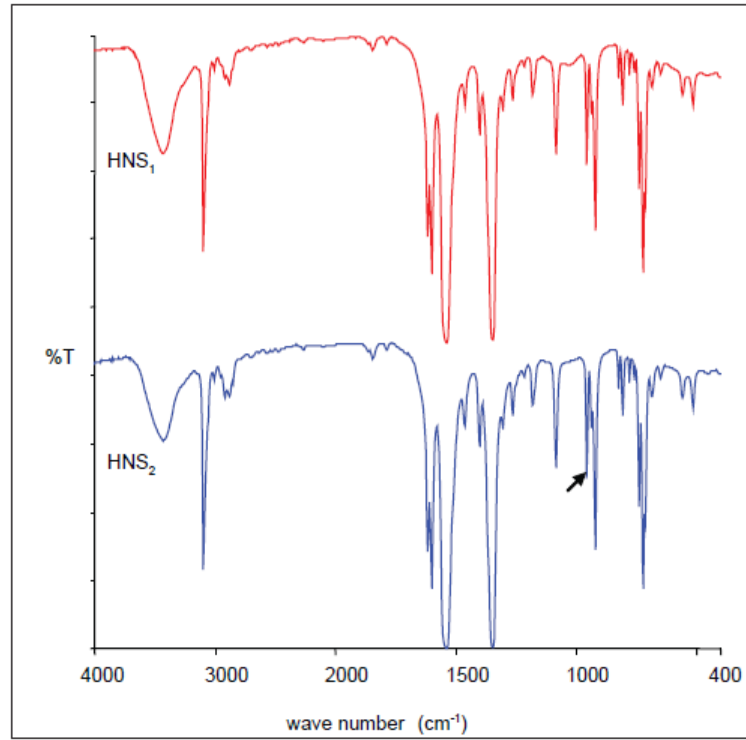


Şekil 1.16: HNS-dioksan FTIR spektrumu (KBr disk) [5,15].



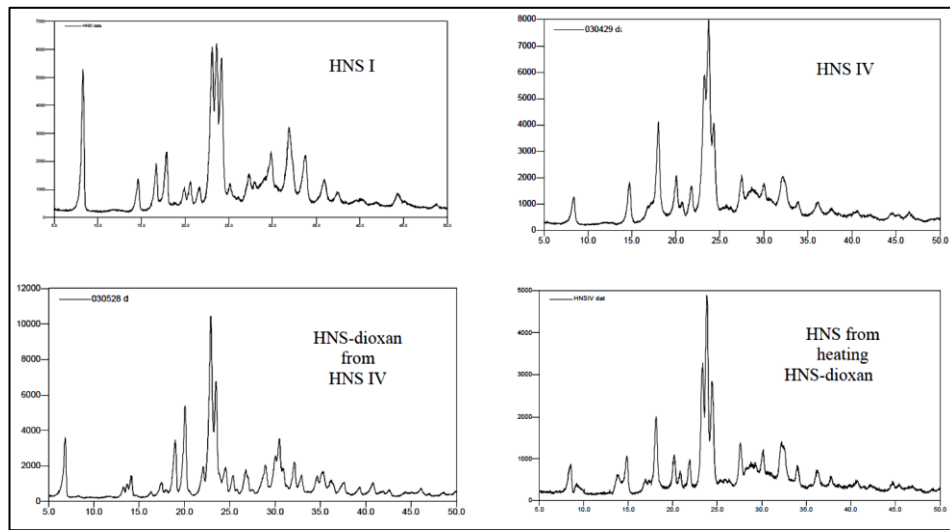
Şekil 1.17: Dioksan (film) [5,15].

HNS'e ait farklı bir çalışmada yer alan FTIR spektrumları ise Şekil 1.18'de verilmiştir. HNS-IV 957 cm^{-1} değerinde wCH=CHtrans bağından dolayı karakteristik bir pik vermektedir [17].



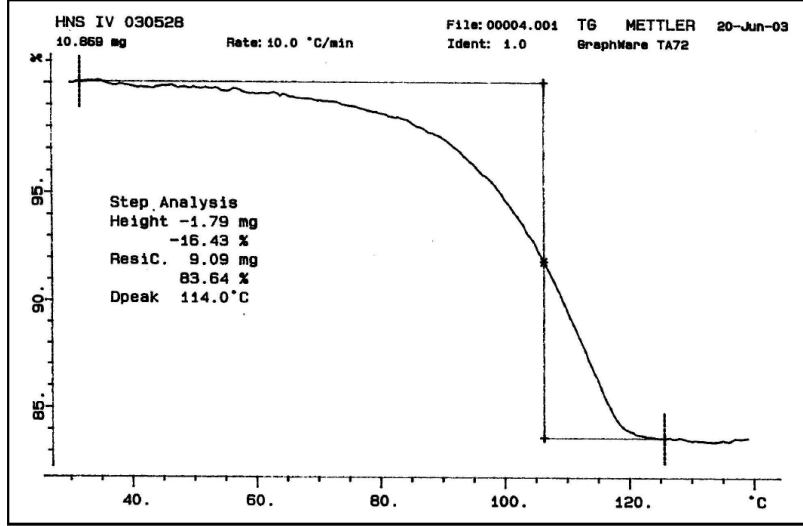
Şekil 1.18: HNS-IV numunelerine ait FTIR spektrumları [17].

Malzemelerin Şekil 1.19’da verilen X-ray analizlerine bakıldığında HNS-IV’un, HNS-I ve HNS-II ile aynı pikleri farklı “intensity” şiddette verdiği görülmektedir. Fakat metanol:dioksan karışımı ile yıkanan malzeme farklı yeni pikler vermiştir. Yıkanan malzemenin HNS-IV’dan morfolojik olarak farklı olduğu belirtilmiştir. Ayrıca 140°C’de ısıtılan malzemenin içerisindeki dioksanın uzaklaşmış olduğu, X-Ray piklerinin HNS-I ile aynı olmasından anlaşılmaktadır.



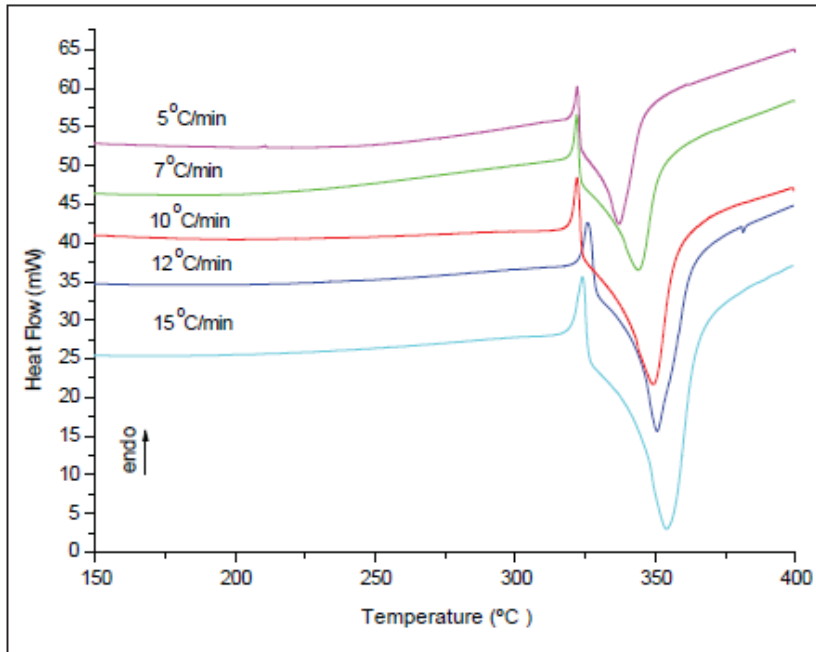
Şekil 1.19: Farklı HNS numunelerine ait X-ray analizleri [15].

Literatürde yapılan bu çalışmada DSC analizinde 112°C’de endotermik bir pik görüldüğü belirtilmiştir. Şekil 1.20’de verilen TGA analizine bakıldığında 40 ile 120°C arasında % 16,4 oranında kütle kaybı olduğu görülmektedir.

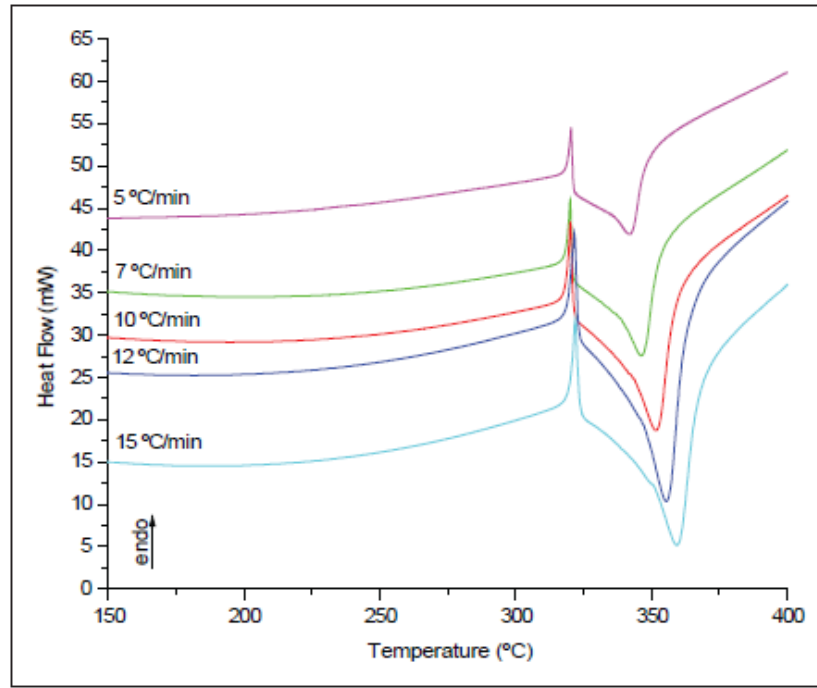


Şekil 1.20: HNS-dioksana ait termogravimetrik analiz (TGA) [15].

Farklı HNS-IV numunelerine ait termal bozunma eğrileri ise Şekil 1.21 ve Şekil 1.22’de verilmiştir. Numunelerin 318 °C’de endotermik bir pik verdiği görülmüştür. Farklı ısıtma hızlarına ait termal bozunma sıcaklık değerleri ise Çizelge 1.3’te özetlenmiştir.



Şekil 1.21: HNS-IV numunesine ait (numune-1) termal bozunma eğrisi (DSC) [17].



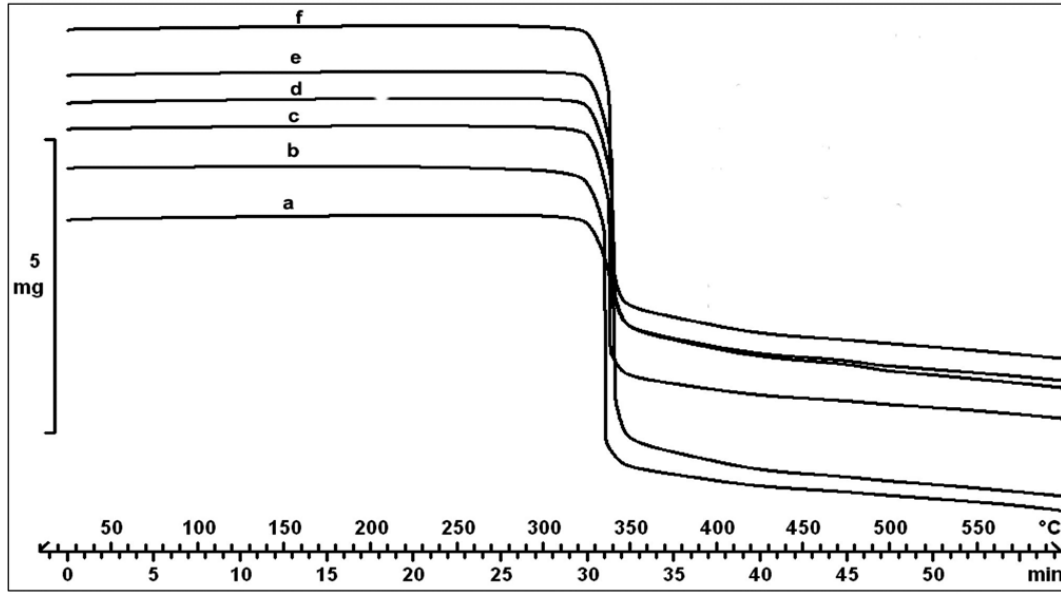
Şekil 1.22: HNS-IV numunesine ait (numune-2) termal bozunma eğrisi (DSC) [17].

Çizelge 1.3: DSC eğrilerinden elde edilen veriler [17].

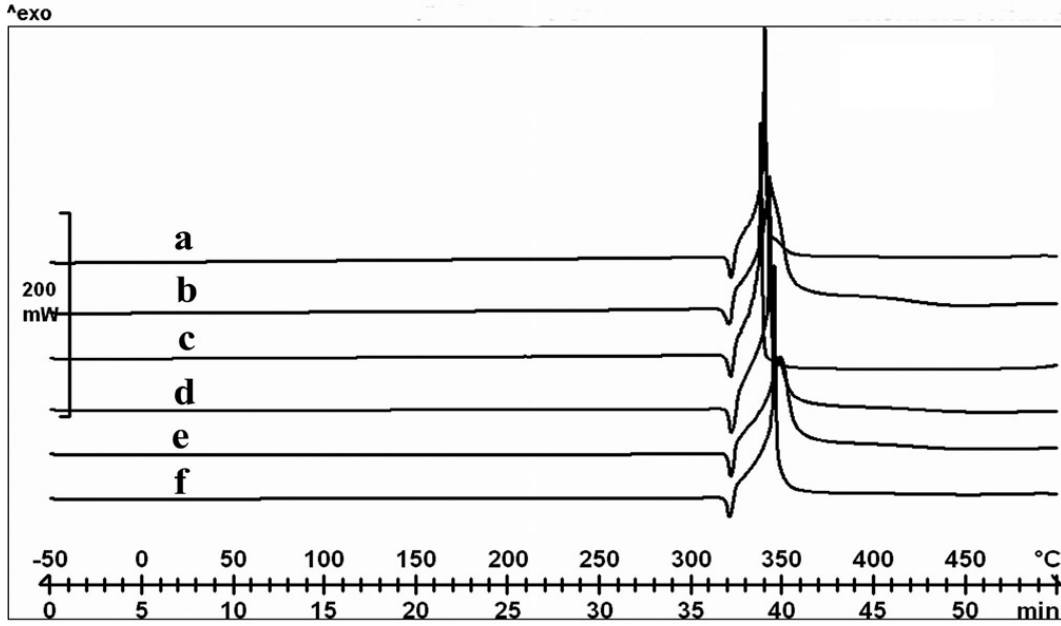
	HNS-IV numune-1	HNS-IV numune-2
Φ (°C/min)	Termal bozunma pik değeri (°C)	Termal bozunma pik değeri (°C)
5	335,7±1,8	341,8±1,1
7	338,0±2,9	347,6±1,0
10	349,4±0,4	351,9±0,3
12	347,4±3,4	355,4±0,5
15	351,5±2,5	359,2±0,2

Literatürde farklı tanecik boyutlarına sahip HNS numunelerine Viton-A polimeri bağlayıcı olarak eklenerek son ürünlerin termal analizleri gerçekleştirilmiştir.

DSC ve TGA analizleri sırasıyla Şekil 1.23 ve Şekil 1.24'te verilmiştir. Bağlayıcı olarak eklenen Viton-A polimerinin HNS'in termal karakteristiğini çok fazla etkilemediği görülmektedir.



Şekil 1.23: HNS/Viton-A numunelerine ait TGA analizi [13].



Şekil 1.24: HNS/Viton-A numunelerine ait DSC analizi [13].

1.3 Hipotez

HNS-IV patlayıcısına bağlayıcı ekleme prosesinin geliştirilmesi ve optimum deney parametrelerinin tespit edilmesi amacıyla, patlayıcının bağlayıcı ile kaplanması prosesinde etkili olan faktörlerden yola çıkılarak 3 adet deney parametresi Çizelge 1.4'te belirtildiği gibi belirlenmiştir.

Çizelge 1.4: Deney parametreleri.

Su/Çözücü Oranı	Çözücü/Bağlayıcı Tipi	Bağlayıcı Oranı (%)
3,33	MIBK+IA/Kel-F 800	1
5	n-bütil asetat/Kel-F 800	3
6,67	MEK/Viton-A	5

2. DENEYSEL ÇALIŞMA

2.1 Ön Çalışma

2.1.1 HNS-IV patlayıcısına % 5 bağlayıcı ekleme

Laboratuvar çalışması kapsamında gerçekleştirilen başlangıç deneyinde sırasıyla aşağıdaki adımlar gerçekleştirilmiştir:

- Metil izobütil keton ve izobütil asetat karışımı hazırlanarak Kel-F 800 bağlayıcısı bu karışıma eklenmiş ve bağlayıcının çözücü karışımı içerisinde çözünmesi sağlanmıştır. 1 gün boyunca manyetik balık ile karıştırma işlemi devam etmiştir.
- HNS-IV patlayıcısı bağlayıcı/çözücü karışımına eklenmiş ve karıştırılmıştır.
- Ayrı bir kap içerisine saf su, Elvanol 51-05 ve Hercules Defoamer eklenmiş ve karıştırılmıştır. Bu karışım HNS-IV/Kel-F/ çözücü karışımına eklenmiştir. Oluşan karışım manyetik balık yardımıyla bir süre karıştırılmıştır.
- Çözücü uzaklaştırma amacıyla karışım rotavapa (Şekil 2.1) alınmıştır.



Şekil 2.1: Rotavap ekipmanı.

- Sistem sırasıyla aşağıdaki ayarlara getirilmiştir:
Adım 1: 270 rpm hız, 50 °C sıcaklık ve 500 mbar vakum
Adım 2: 270 rpm hız, 60 °C sıcaklık ve 450 mbar vakum
Adım 3: 270 rpm hız, 80 °C sıcaklık ve 400 mbar vakum
Adım 4: 270 rpm hız, 80 °C sıcaklık ve 350 mbar vakum
Adım 5: 270 rpm hız, 80 °C sıcaklık ve 0 mbar vakum
- Çözücü tamamen uzaklaştıktan sonra geriye kalan katı karışıma soğuk su ile yıkama yapılmıştır. (Büchner süzme aparatı)
- Katı karışımı 80 °C’de fırında kurutulmuştur (24 saat). Son ürün Şekil 2.2’deki gibidir.

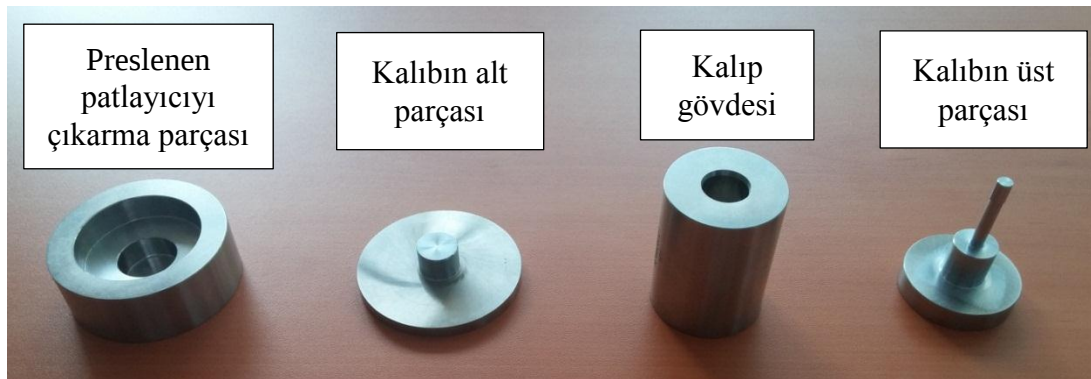


Şekil 2.2: Bağlayıcı eklenmiş HNS-IV.

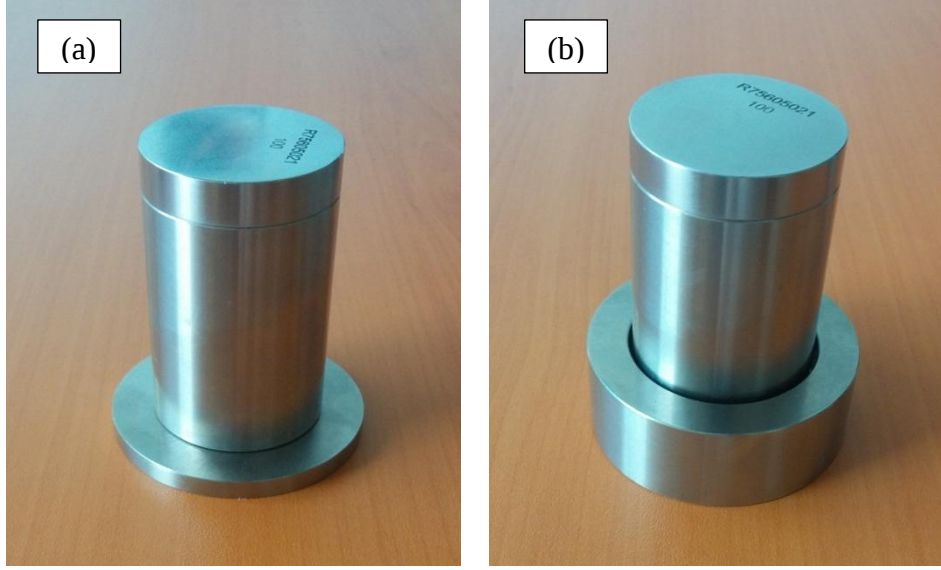
2.1.2 Presleme

Presleme çalışması kapsamında sırasıyla aşağıdaki adımlar gerçekleştirilmiştir:

- 150-160 mg patlayıcı malzeme tartılarak Şekil 2.3 ve Şekil 2.4’te detayları verilen kalıp içerisine boşaltılmıştır.



Şekil 2.3: Presleme kalıbı parçaları.



Şekil 2.4: (a) Presleme kalıbı ve (b) demoulding kalıbı görüntüleri.

- Kalıp kompleksi presin üzerine yerleştirilmiş ve presleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Presleme ekipmanı Şekil 2.5’te gösterilmiştir.



Şekil 2.5: Presleme ekipmanı.

- Presleme işlemi tamamlandıktan sonra kalıbın altına demoulding kalıbı yerleştirilmiş ve preslenmiş patlayıcıyı kalıptan çıkarma işlemi gerçekleştirilmiştir.
- Kalıptan çıkan bağlayıcı eklenmiş HNS-IV peletinin kenarlarında bulunan çapaklar elle temizlenmiştir (Şekil 2.6).



Şekil 2.6: 5x5 mm boyutlarında peletler.

2.1.3 Ateşleme

Ateşleme testi için özel bir patlayan folyolu başlatma elemanı kullanılmıştır. Bu patlayan folyolu başlatma elemanı, bağlayıcı eklenmeden preslenerek pelet haline getirilmiş HNS-IV patlayıcısını, özel olarak tasarlanmış kapasitif bir deşarj ünitesinden sağlanan 265 mJ enerji ile patlatabilmektedir. Belirtilen enerji seviyesi deşarj ünitesinden sağlanabilecek maksimum enerji seviyesine tekabül ettiği için bu çalışma kapsamında hazırlanan bağlayıcı içeren HNS-IV pelet patlayıcılarının da aynı enerji seviyesinde ateşlenmesi beklenmektedir.

Her bir pelete 1 adet ateşleme testi uygulanarak toplamda 5 adet ateşleme testi gerçekleştirilmiştir. Peletlere sırasıyla 180 mJ, 200 mJ, 220 mJ, 242 mJ ve 265 mJ enerjiler verilerek patlayıcı peletler patlatılmaya çalışılmıştır, fakat en yüksek enerji seviyesinde bile peletler patlamamıştır (Şekil 2.7).



Şekil 2.7: Farklı enerji seviyelerinde ateşlenen peletler.

2.1.4 Yapılan çıkarımlar

Ön çalışmada yapılan gözlemler sonucu deneysel programda aşağıdaki değişiklikler yapılmıştır:

- 265 mJ üzerindeki değerler ateşleme için kabul edilemeyecek değerler olduğundan, HNS-IV patlayıcısına bağlayıcı ekleme çalışmalarına % 1 ve % 3'lük bağlayıcı oranlarıyla devam edilmesi
- Malzemenin viskoz özelliğinden ötürü balık ile karıştırmada yaşanan zorluklar sonucunda deneysel çalışmalara elle karıştırma ile devam edilmesi
- Çözücü uzaklaştırma işleminin rotavap yerine fırında yapılması

Karar verilen değişiklikler sonucu Minitab kullanılarak hazırlanan deneysel çalışma programı Çizelge 2.1'de verilmiştir.

Çizelge 2.1: Deneysel çalışma programı.

	Bağlayıcı Oranı	Su/Çözücü Oranı	Çözücü/Bağlayıcı Tipi
Deney 1	1%	3,33	MIBK+IA/Kel-F 800
Deney 2	1%	3,33	n-bütil asetat/Kel-F 800
Deney 3	1%	3,33	MEK/Viton-A
Deney 4	1%	5	MIBK+IA/Kel-F 800
Deney 5	1%	5	n-bütil asetat/Kel-F 800
Deney 6	1%	5	MEK/Viton-A
Deney 7	1%	6,67	MIBK+IA/Kel-F 800
Deney 8	1%	6,67	n-bütil asetat/Kel-F 800
Deney 9	1%	6,67	MEK/Viton-A
Deney 10	3%	3,33	MIBK+IA/Kel-F 800
Deney 11	3%	3,33	n-bütil asetat/Kel-F 800
Deney 12	3%	3,33	MEK/Viton-A
Deney 13	3%	5	MIBK+IA/Kel-F 800
Deney 14	3%	5	n-bütil asetat/Kel-F 800
Deney 15	3%	5	MEK/Viton-A
Deney 16	3%	6,67	MIBK+IA/Kel-F 800
Deney 17	3%	6,67	n-bütil asetat/Kel-F 800
Deney 18	3%	6,67	MEK/Viton-A

2.2 Temel Çalışma

2.2.1 HNS-IV patlayıcısına %1 ve %3 bağlayıcı ekleme çalışmaları

Bölüm 2.1.1’de anlatılan prosedüre uygun olarak ve ön çalışmadan yapılan çıkarımlar göz önüne alınarak %1 ve %3’lük karışımlar hazırlanmıştır.

Yapılan laboratuvar çalışmaları sonucundaki görseller Şekil 2.8-2.11’de verilmiştir.



Şekil 2.8: HNS-IV/Viton-A karışımının çözücü uzaklaştırma öncesi görünümüleri.



Şekil 2.9: HNS-IV/Kel-F karışımının çözücü uzaklaştırma öncesi görünümüleri.



Şekil 2.10: HNS-IV/Viton-A karışımının kurutma sonrası görünümüleri.



Şekil 2.11: HNS-IV/Kel-F karışımının kurutma sonrası görünümüleri.

2.2.2 Presleme ve ateşleme

Deneysel çalışma programına uygun olarak hazırlanan 18 adet bağlayıcı eklenmiş HNS-IV'un Bölüm 2.1.2'de anlatıldığı gibi presleme işlemleri gerçekleştirilmiştir.

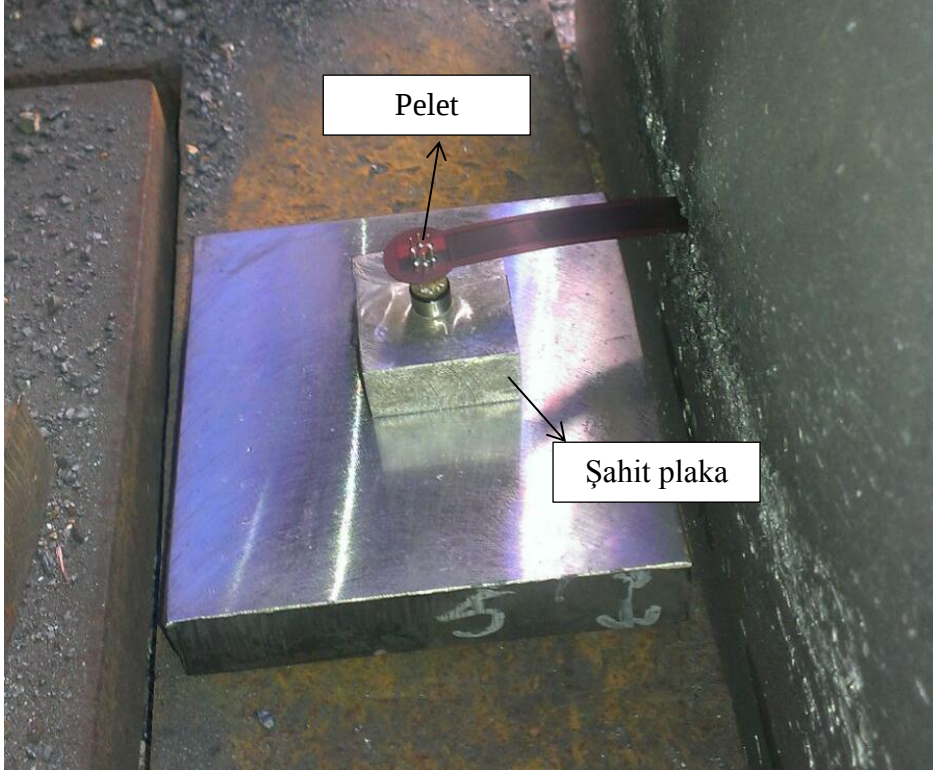
Presleme sonrasında bağlayıcı eklenmiş 18 adet HNS-IV peletinin ateşleme testleri gerçekleştirilmiştir. Ateşleme testinde kullanılan ekipman ve düzenek sırasıyla Şekil 2.12, Şekil 2.13 ve Şekil 2.14'te verilmiştir.



Şekil 2.12: Patlayıcı peletin yerleştirildiği patlayan folyolu başlatma elemanı.



Şekil 2.13: Peletin yerleştirilmesi.



Şekil 2.14: Ateşleme düzeneği.

Peletler ateşleme düzeneğine yerleştirildikten sonra 265 mJ enerji seviyesinde patlatılmaya çalışılmıştır. Ateşleme testi sonuçları Bölüm 3.1’de verilmiştir.

3. SONUÇ VE ÖNERİLER

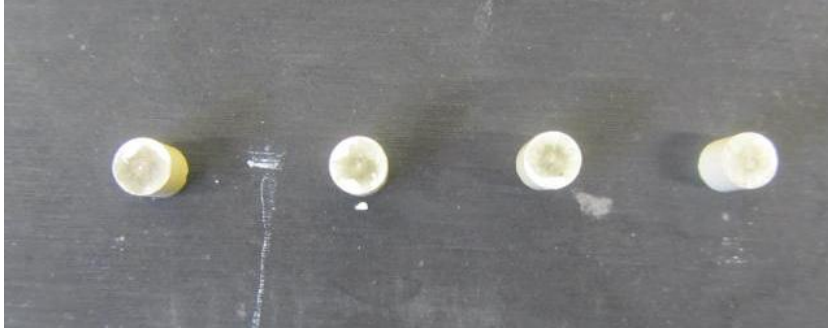
3.1 Bağlayıcı Eklenmiş HNS-IV Patlayıcısının Ateşleme Testi Sonuçları

Bölüm 2.2.2’de anlatılan ateşleme testleri sonucunda elde edilen sonuçlar Çizelge 3.1’de özetlenmiştir.

Çizelge 3.1: Ateşleme sonuçları.

	Bağlayıcı Oranı	Su/Çözücü Oranı	Çözücü/Bağlayıcı Tipi	Ateşlenme Sonuçları
Deney 1	1%	3,33	MIBK+IA/Kel-F 800	Patlama gerçekleşmedi.
Deney 2	1%	3,33	n-bütül asetat/Kel-F 800	Patlama gerçekleşmedi.
Deney 3	1%	3,33	MEK/Viton-A	Patlama gerçekleşmedi.
Deney 4	1%	5	MIBK+IA/Kel-F 800	Patlama gerçekleşmedi.
Deney 5	1%	5	n-bütül asetat/Kel-F 800	Patlama gerçekleşti.
Deney 6	1%	5	MEK/Viton-A	Patlama gerçekleşti.
Deney 7	1%	6,67	MIBK+IA/Kel-F 800	Patlama gerçekleşti.
Deney 8	1%	6,67	n-bütül asetat/Kel-F 800	Patlama gerçekleşmedi.
Deney 9	1%	6,67	MEK/Viton-A	Patlama gerçekleşmedi.
Deney 10	3%	3,33	MIBK+IA/Kel-F 800	Patlama gerçekleşmedi.
Deney 11	3%	3,33	n-bütül asetat/Kel-F 800	Patlama gerçekleşmedi.
Deney 12	3%	3,33	MEK/Viton-A	Patlama gerçekleşmedi.
Deney 13	3%	5	MIBK+IA/Kel-F 800	Patlama gerçekleşmedi.
Deney 14	3%	5	n-bütül asetat/Kel-F 800	Patlama gerçekleşmedi.
Deney 15	3%	5	MEK/Viton-A	Patlama gerçekleşti.
Deney 16	3%	6,67	MIBK+IA/Kel-F 800	Patlama gerçekleşti.
Deney 17	3%	6,67	n-bütül asetat/Kel-F 800	Patlama gerçekleşti.
Deney 18	3%	6,67	MEK/Viton-A	Patlama gerçekleşmedi.

Çizelgeden de görülebileceği gibi ateşleme testi sonucunda Deney 5/6/7 ve Deney 15/16/17’de üretilen toz karışımlardan elde edilen peletlerin patlaması gerçekleşirken diğer peletlerin patlaması gerçekleşmemiştir. Ateşleme testleri sonucunda patlaması gerçekleşmeyen peletlerin görüntüleri Şekil 3.1’de verilmiştir. Peletlerin arka yüzeylerinde patlayıcıyı patlatmak için kullanılan şok dalgasının etkisiyle oyuk olduğu görülmektedir.



Şekil 3.1: Ateşleme sonrası patlaması gerçekleşmeyen peletler.

Ateşleme testleri sonucunda patlaması gerçekleşen peletlerin düzeneklerinde kullanılan şahit plakaların görüntüleri Şekil 3.2’de verilmiştir.



Şekil 3.2: Patlaması gerçekleşen peletlere ait şahit plakalar.

Şahit plakaların derinlik ölçümleri Şekil 3.3’teki gibi mihengir yardımıyla yapılmıştır.



Şekil 3.3: Şahit plaka derinlik ölçümü.

Derinlik ölçümü sonuçları Çizelge 3.2’de özetlenmiştir. Ölçüm sonuçları incelendiğinde %1 bağlayıcı oranına sahip peletlerin (Deney 5/6/7), %3 bağlayıcı oranına sahip peletlere (Deney 15/16/17) göre şahit plaka üzerinde daha derin oyuklar oluşturduğu görülmüştür. Ancak şahit plakaların düzlemsellik problemleri ve ölçüm belirsizlikleri düşünüldüğünde derinlik sonuçları arasındaki bu farkın ihmal edilebileceği öngörülmektedir.

Çizelge 3.2: Şahit plaka derinlik sonuçları.

	Deney 5	Deney 6	Deney 7	Deney 15	Deney 16	Deney 17
Derinlik Sonuçları (mm)	0,49	0,37	0,45	0,40	0,38	0,37

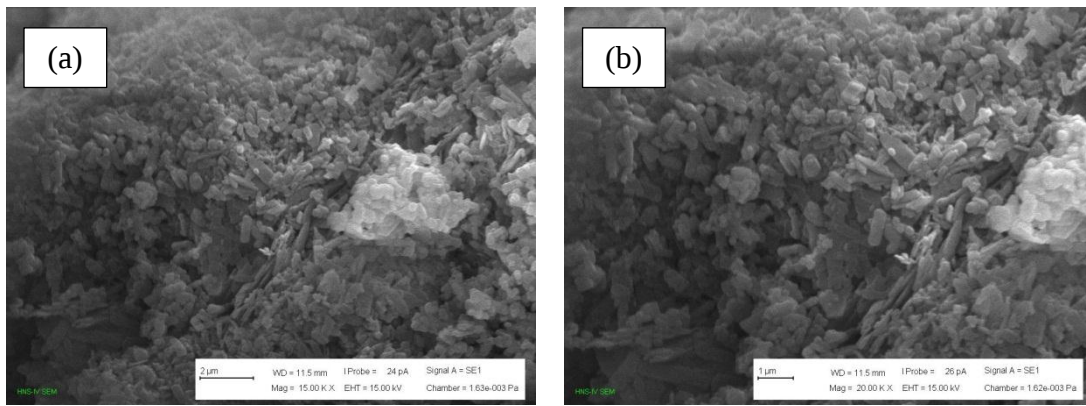
3.2 HNS-IV ve Bağlayıcı Eklenmiş HNS-IV Patlayıcısının SEM Analizi

Sonuçları

3.2.1 HNS-IV

Patlayıcıya bağlayıcı malzeme ekleme prosesinde son ürün morfolojisini etkileyen birçok parametre bulunmaktadır. Kullanılan çözücü ve su/çözücü oranı gibi parametrelerin morfoloji üzerindeki etkileri SEM incelemesi kullanılarak ayrıntılı bir şekilde analiz edilmiştir.

HNS-IV'e ait SEM görüntüleri Şekil 3.4'te verilmiştir.

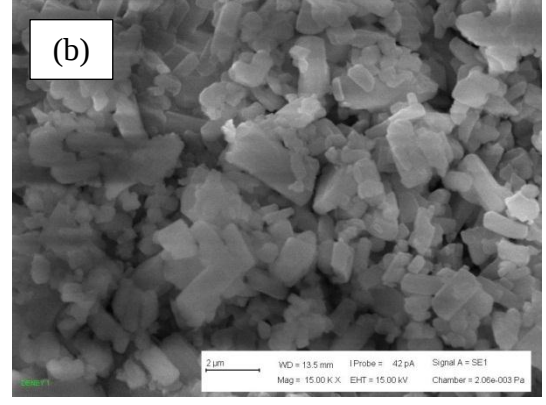
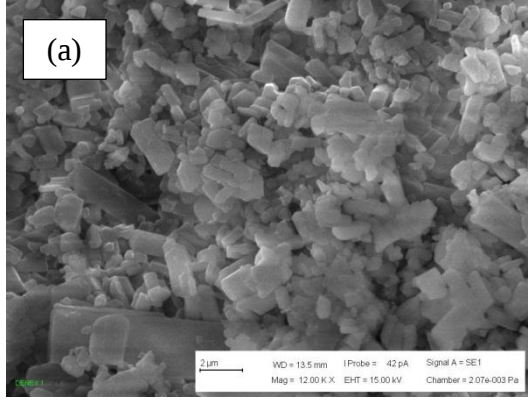


Şekil 3.4: HNS-IV patlayıcısının (a) 15.00KX ve (b) 20.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

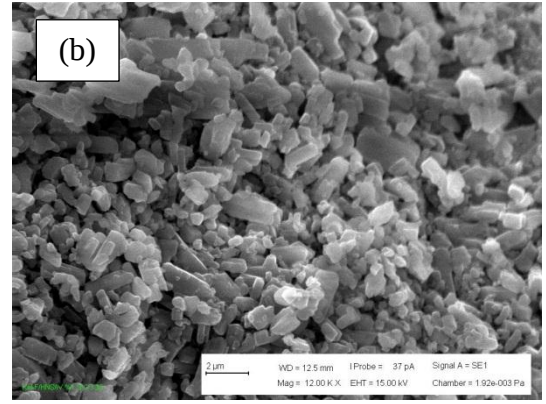
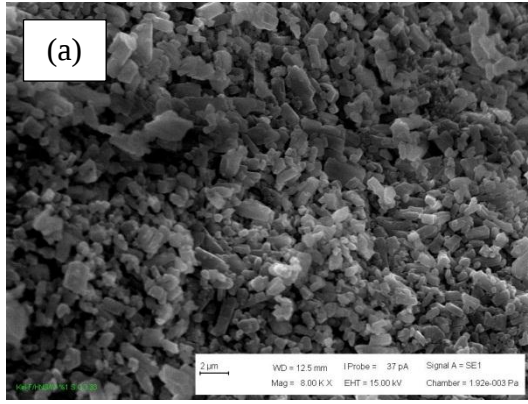
HNS-IV ve bağlayıcı eklenmiş HNS-IV patlayıcılarının yüzey görüntüleri 15 kV'da çalışan Carl Zeiss EVO/LS15 SEM cihazı kullanılarak 8000×, 10000×, 12000×, 15000× ve 20000× büyütmelerde alınmıştır. Şekil 3.4'e göre HNS-IV'ün bağlayıcı eklenmemiş durumda hem eş eksenli hem de iğnesi yapılar içerdiği görülmektedir.

3.2.2 HNS-IV/Kel-F

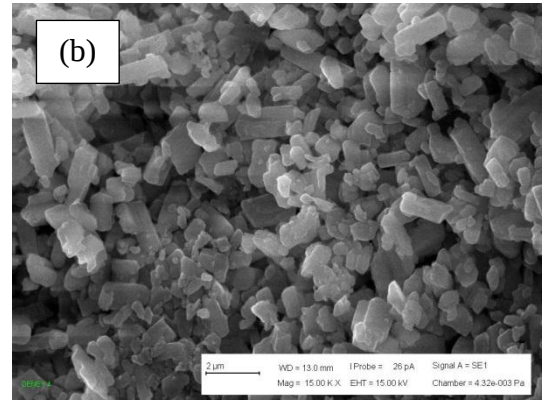
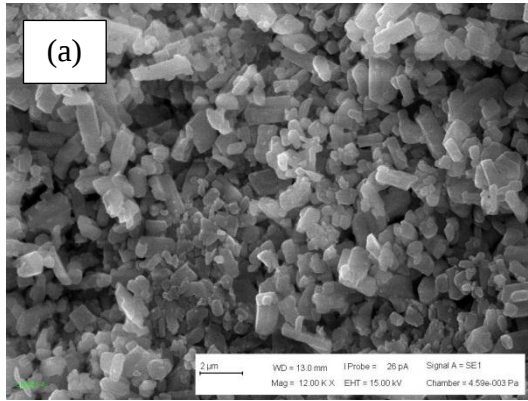
Deney 1, Deney 2, Deney 4, Deney 5, Deney 7 ve Deney 8 şartlarında sentezlenen bağlayıcı eklenmiş HNS-IV'ün SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 3.5, Şekil 3.6, Şekil 3.7, Şekil 3.8, Şekil 3.9 ve Şekil 3.10'da verilmiştir. Bağlayıcı içeren HNS-IV, bağlayıcı eklenmemiş görüntüye kıyasla daha fazla iğnesi yapı içermektedir. Fakat su/çözücü oranı arttıkça iğnesi yapıda azalma meydana geldiği ve kullanılan çözücü tipine bağlı olarak malzemelerin kristal yapısında farklılıklar meydana geldiği görülmektedir.



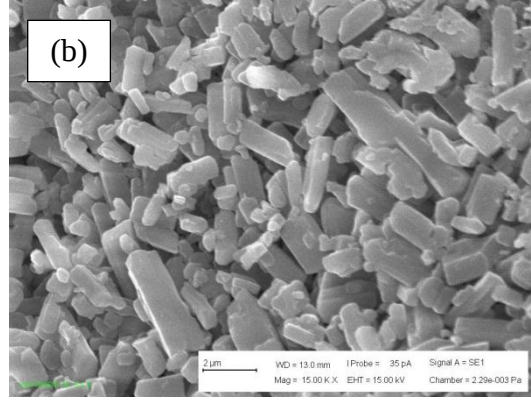
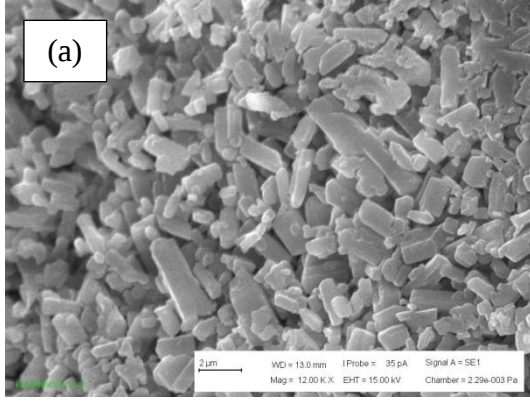
Şekil 3.5: Deney 1 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



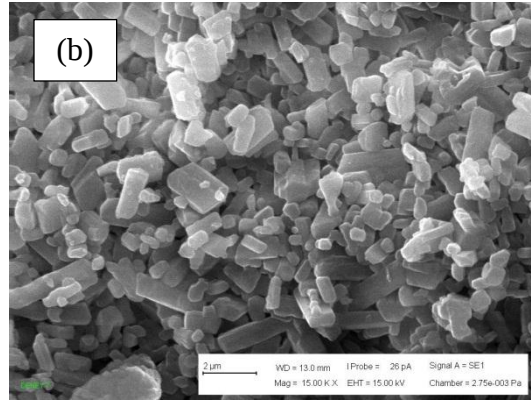
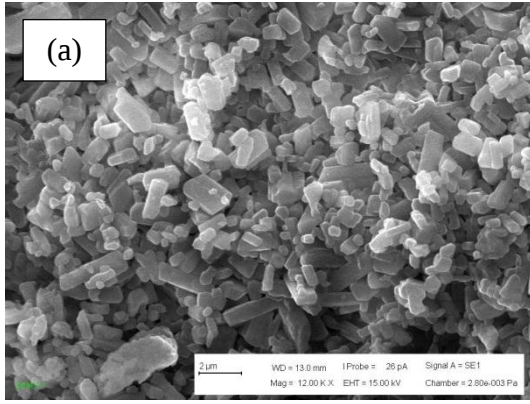
Şekil 3.6: Deney 2 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 8.00KX ve (b) 12.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



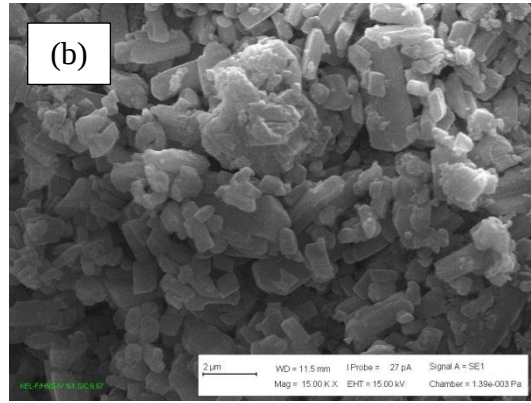
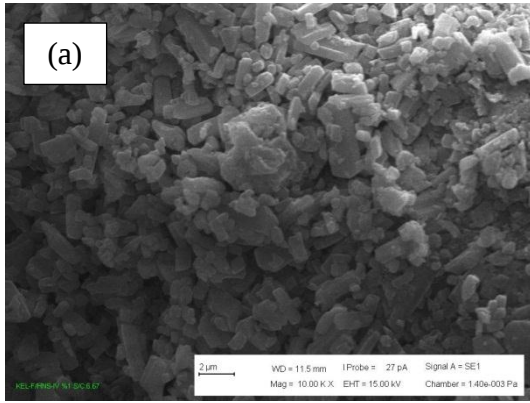
Şekil 3.7: Deney 4 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



Şekil 3.8: Deney 5 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

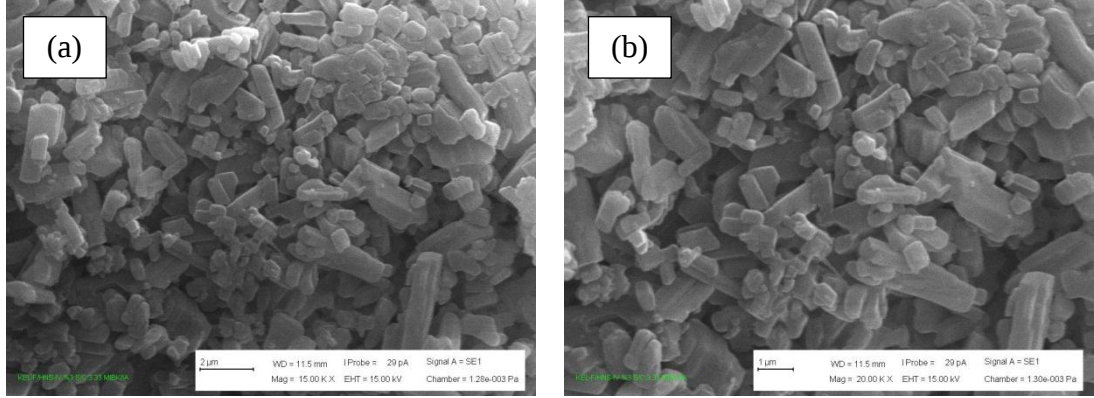


Şekil 3.9: Deney 7 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

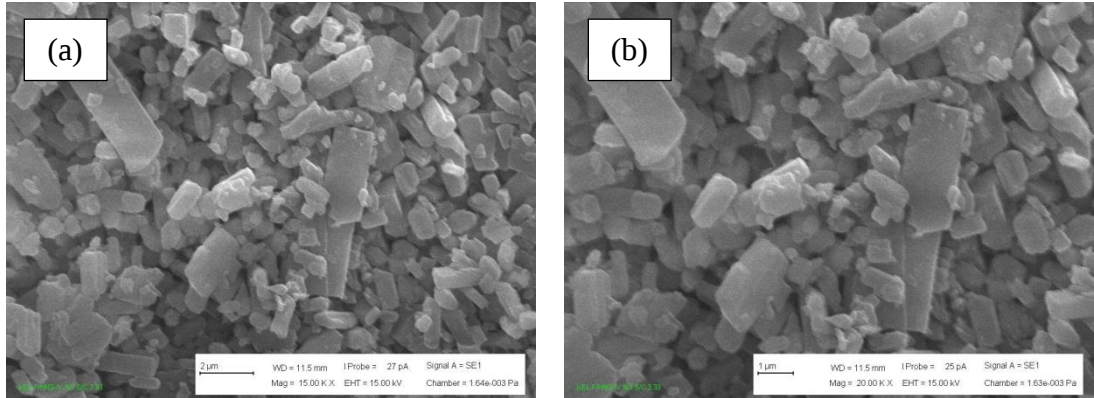


Şekil 3.10: Deney 8 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV (a) 10.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

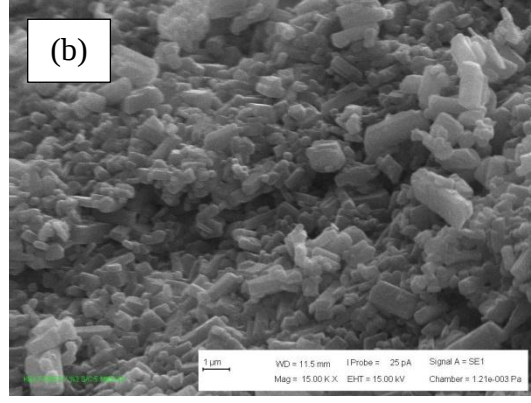
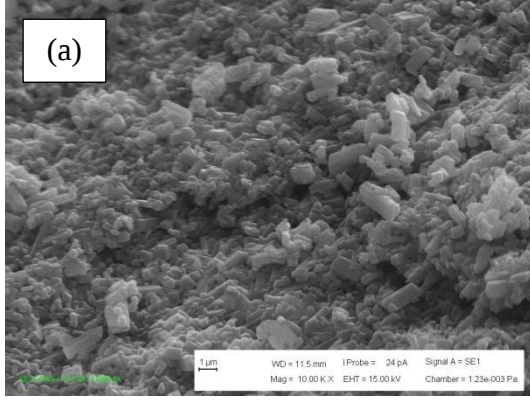
Deney 10, Deney 11, Deney 13, Deney 14, Deney 16 ve Deney 17 şartlarında sentezlenen bağlayıcı eklenmiş HNS-IV'ün SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 3.11, Şekil 3.12, Şekil 3.13, Şekil 3.14, Şekil 3.15 ve Şekil 3.16'da verilmiştir. Kullanılan çözücü tipine bağlı olarak malzemelerin kristal yapısında farklılıklar meydana geldiği görülmektedir.



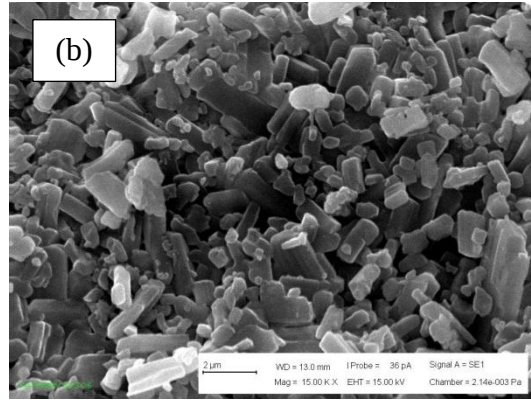
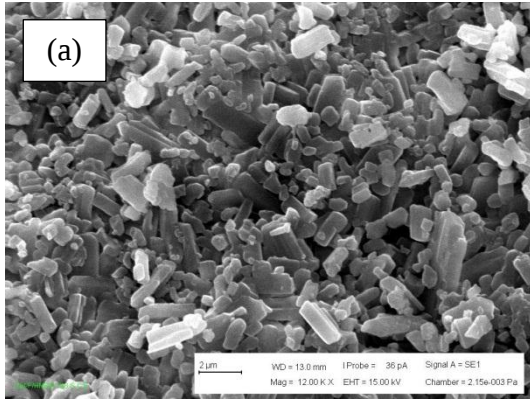
Şekil 3.11: Deney 10 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 15.00KX ve (b) 20.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



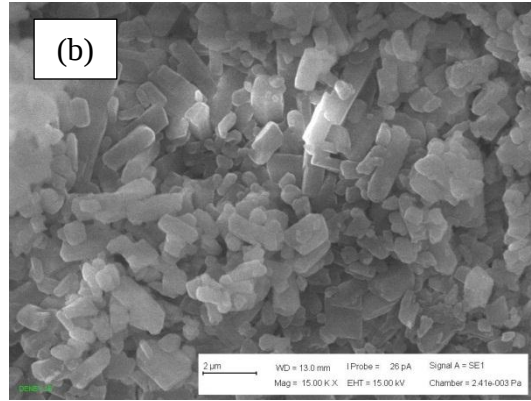
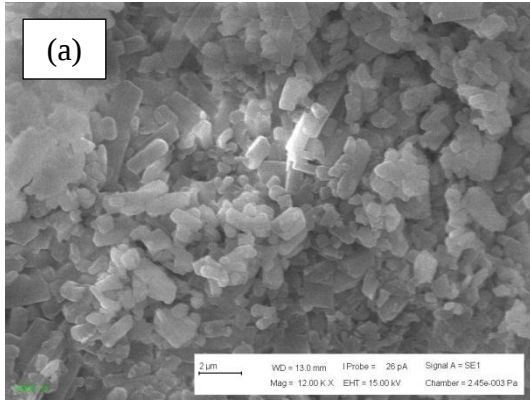
Şekil 3.12: Deney 11 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 15.00KX ve (b) 20.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



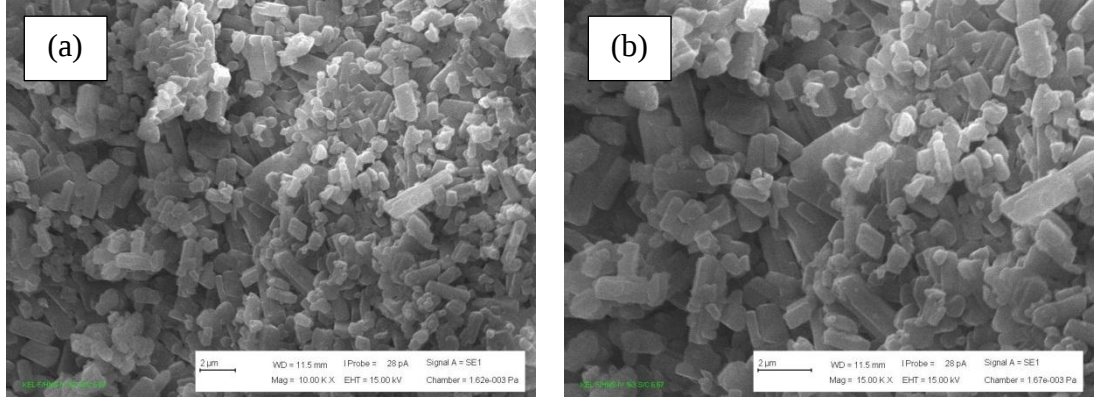
Şekil 3.13: Deney 13 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 10.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



Şekil 3.14: Deney 14 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



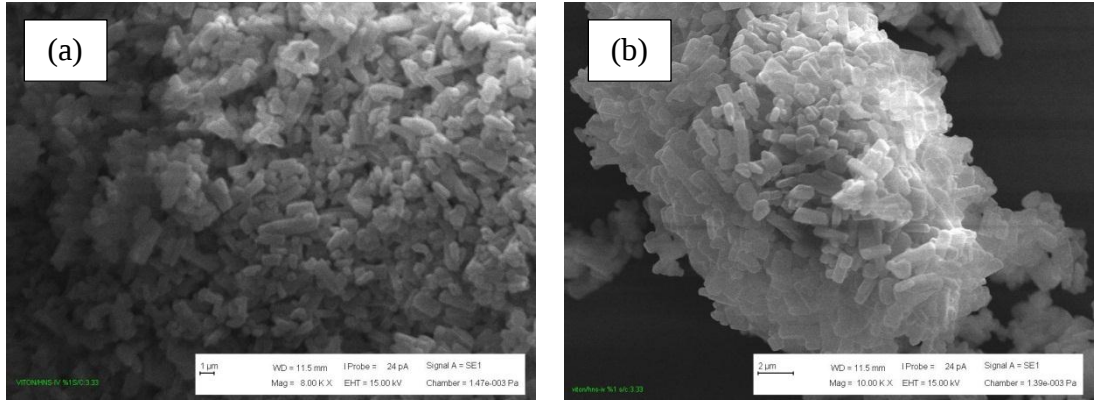
Şekil 3.15: Deney 16 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



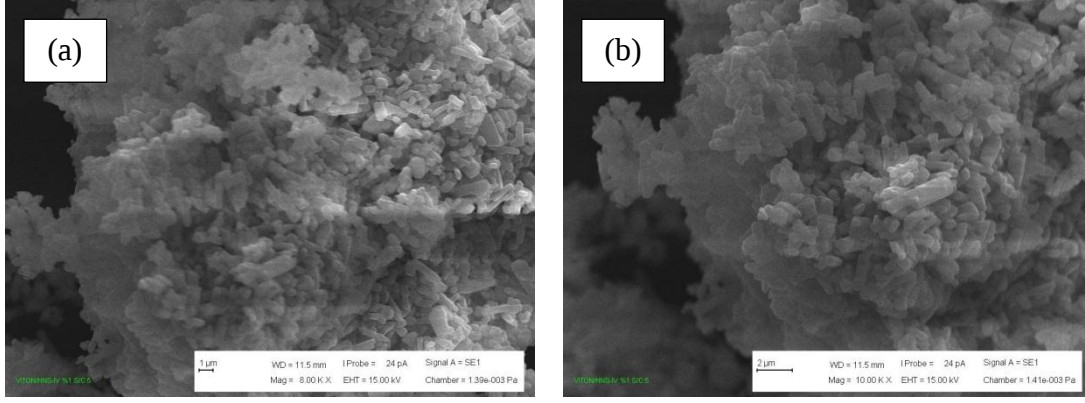
Şekil 3.16: Deney 17 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 10.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

3.2.3 HNS-IV/Viton-A

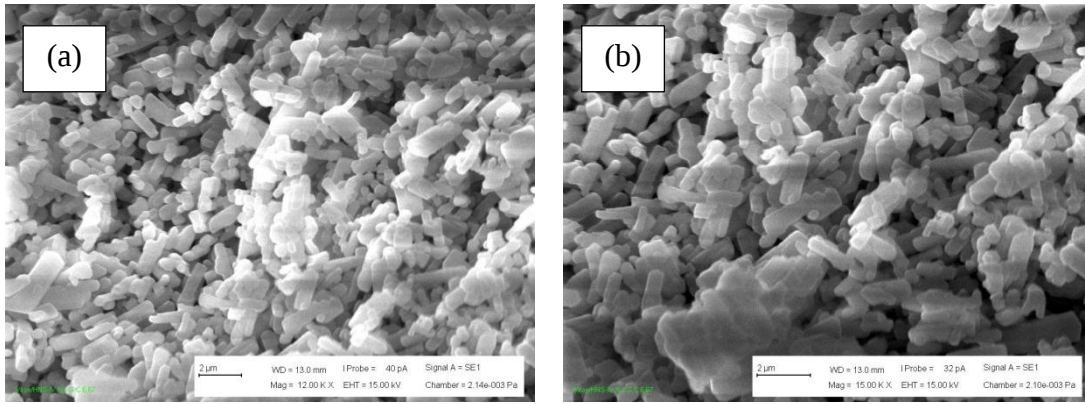
Deney 3, Deney 6 ve Deney 9 şartlarında sentezlenen bağlayıcı eklenmiş HNS-IV'ün SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 3.17, Şekil 3.18 ve Şekil 3.19'da verilmiştir. Viton-A bağlayıcısının kullanıldığı bu karışımlarda su/çözücü oranı değişikçe kristal yapıda kayda değer bir farklılık meydana gelmemiştir.



Şekil 3.17: Deney 3 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 8.00KX ve (b) 10.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

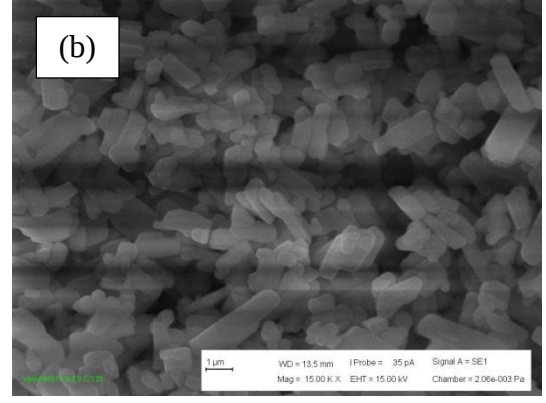
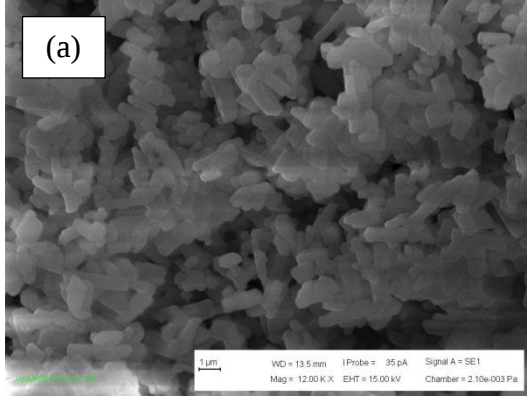


Şekil 3.18: Deney 6 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 8.00KX ve (b) 10.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

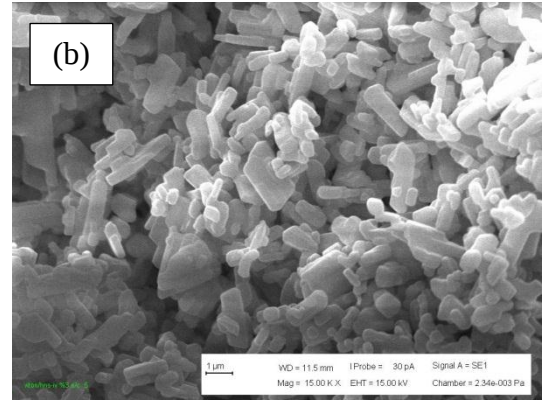
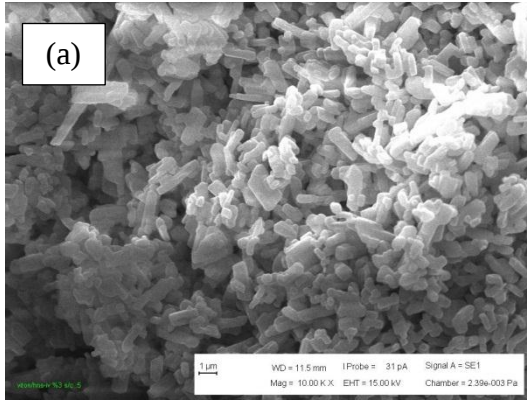


Şekil 3.19: Deney 9 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

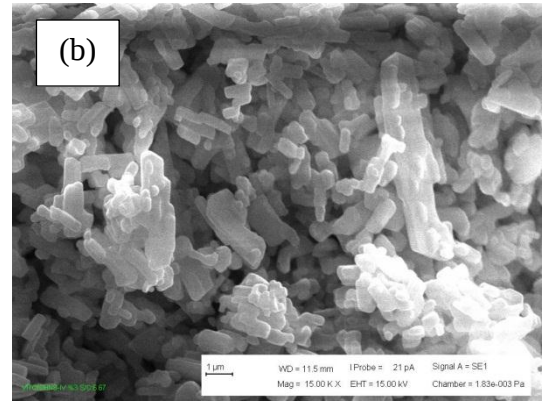
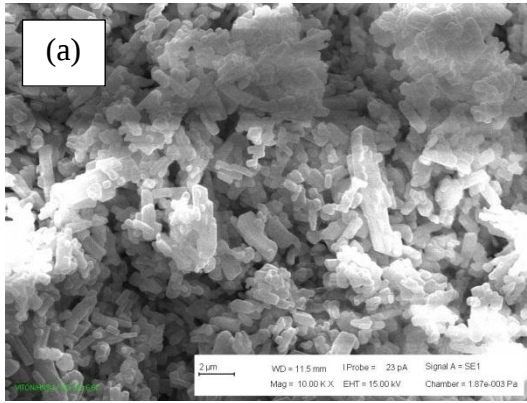
Deney 12, Deney 15 ve Deney 18 şartlarında sentezlenen bağlayıcı eklenmiş HNS-IV'ün SEM görüntüleri Şekil 3.20, Şekil 3.21 ve Şekil 3.22'de verilmiştir. Viton-A bağlayıcısının % 3 oranında kullanıldığı bu karışımların düzensiz yapılar ihtiva ettiği görülürken su/çözücü oranının değişmesiyle kristal yapıda çok fazla bir değişim meydana gelmediği gözlenmiştir.



Şekil 3.20: Deney 12 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 12.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



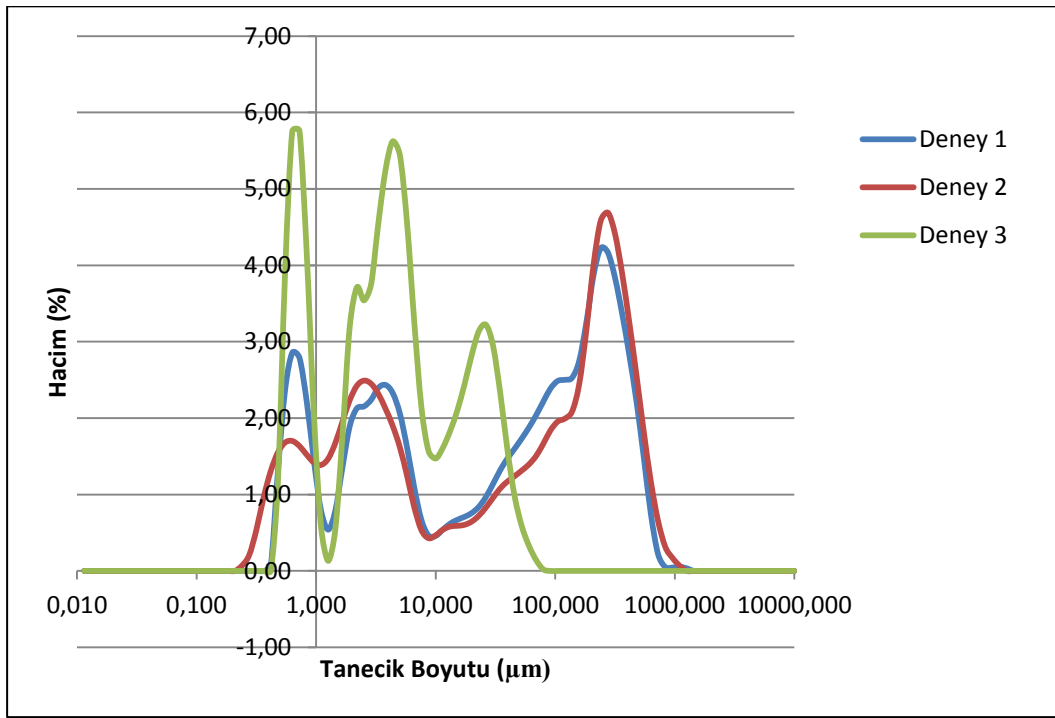
Şekil 3.21: Deney 15 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 10.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



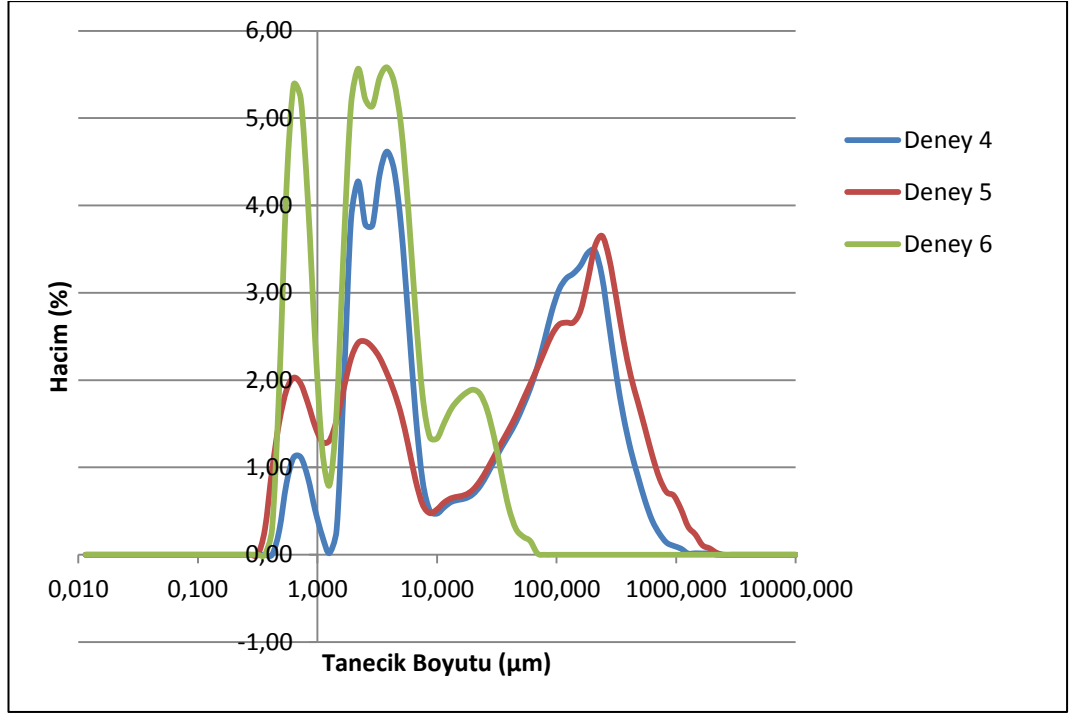
Şekil 3.22: Deney 18 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin (a) 10.00KX ve (b) 15.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

3.3 Bağlayıcı Eklenmiş HNS-IV Patlayıcısının Parçacık Boyut Analizi Sonuçları

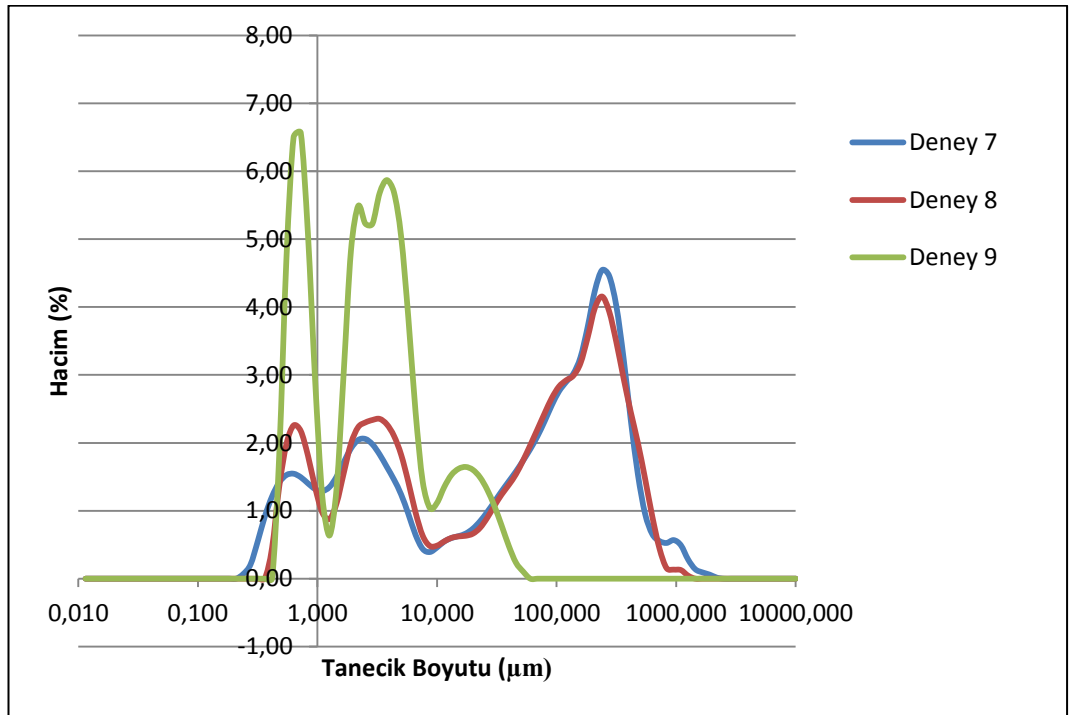
Parçacık boyut analizi Malvern Mastersizer 2000 ölçüm cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Cihaz düşük açılı lazer ışını saçılımı tekniğine göre çalışmaktadır. Farklı partikül çağılarına sahip olan numune üzerine lazer ışını gönderildikten sonra farklı açılarda saçılan ışık çok sayıda dedektör yardımı ile ölçülmektedir. Bağlayıcı ilaveli HNS-IV numunelerine ait parçacık boyut analizleri Şekil 3.23-3.28’te verilmiştir. Analiz sonuçları incelendiğinde Viton-A’nın bağlayıcı olarak kullanıldığı 3, 6, 9, 12, 15 ve 18 numaralı deneylerden elde edilen toz malzemelerin parçacık boyutu dağılımlarının Kel-F bağlayıcısının kullanıldığı toz karışımlara göre farklı olduğu görülmüştür.



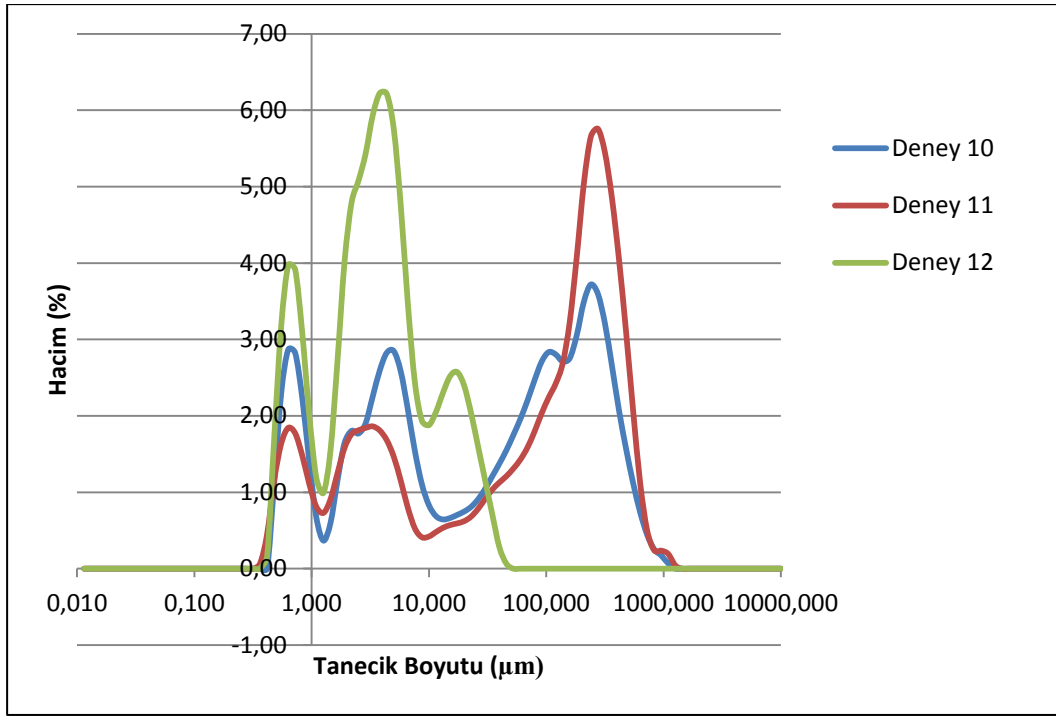
Şekil 3.23: Deney 1/2/3 parçacık boyut analizi.



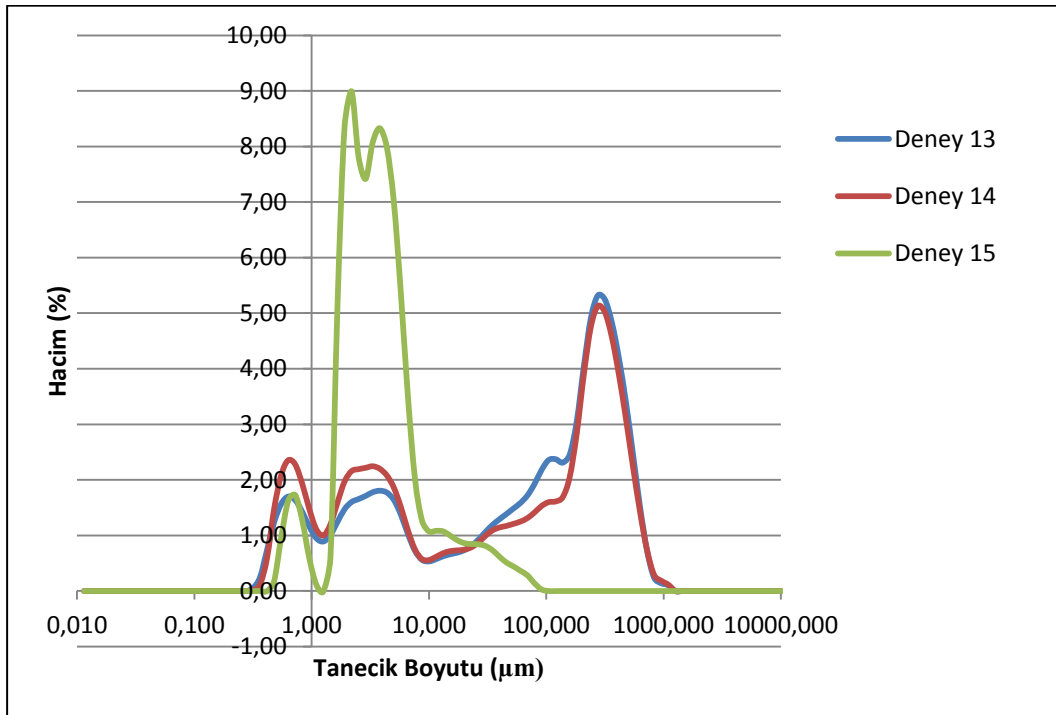
Şekil 3.24: Deney 4/5/6 parçacık boyut analizi.



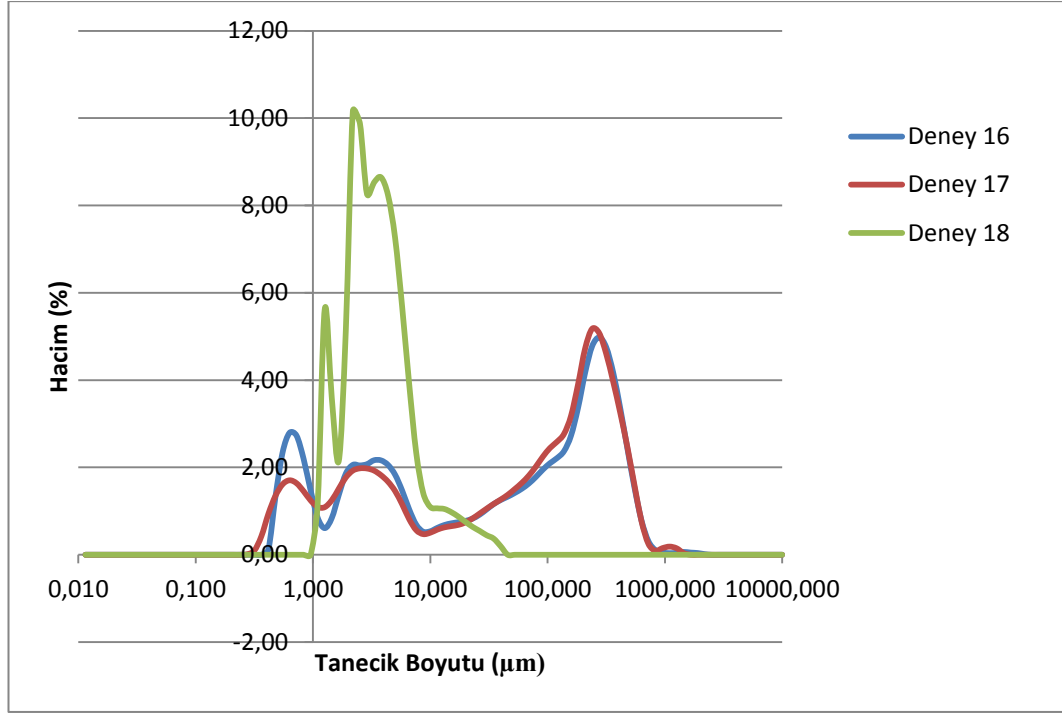
Şekil 3.25: Deney 7/8/9 parçacık boyut analizi.



Şekil 3.26: Deney 10/11/12 parçacık boyut analizi.



Şekil 3.27: Deney 13/14/15 parçacık boyut analizi.



Şekil 3.28: Deney 16/17/18 parçacık boyut analizi.

Toz malzemenin parçacık boyutunun içerdiği bağlayıcı tipine göre değişimi Çizelge 3.3'te belirtilen ortalama tanecik boyutlarından da görülmektedir.

Çizelge 3.3: Ortalama tanecik boyutları.

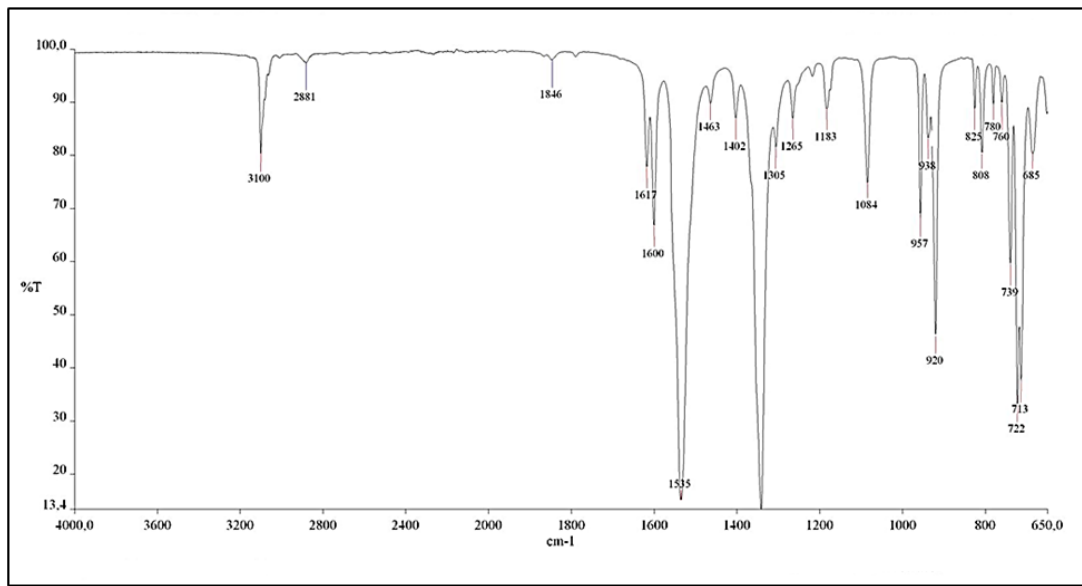
	Bağlayıcı Oranı	Su/Çözücü Oranı	Çözücü/Bağlayıcı Tipi	Ortalama Tanecik Boyutu (µm)
Deney 1	1%	3,33	MIBK+IA/Kel-F 800	49,112
Deney 2	1%	3,33	n-bütül asetat/Kel-F 800	50,307
Deney 3	1%	3,33	MEK/Viton-A	3,814
Deney 4	1%	5	MIBK+IA/Kel-F 800	22,798
Deney 5	1%	5	n-bütül asetat/Kel-F 800	47,643
Deney 6	1%	5	MEK/Viton-A	2,752
Deney 7	1%	6,67	MIBK+IA/Kel-F 800	65,917
Deney 8	1%	6,67	n-bütül asetat/Kel-F 800	56,399
Deney 9	1%	6,67	MEK/Viton-A	2,553
Deney 10	3%	3,33	MIBK+IA/Kel-F 800	39,529
Deney 11	3%	3,33	n-bütül asetat/Kel-F 800	109,32
Deney 12	3%	3,33	MEK/Viton-A	3,336
Deney 13	3%	5	MIBK+IA/Kel-F 800	89,156
Deney 14	3%	5	n-bütül asetat/Kel-F 800	56,078
Deney 15	3%	5	MEK/Viton-A	3,159
Deney 16	3%	6,67	MIBK+IA/Kel-F 800	59,426
Deney 17	3%	6,67	n-bütül asetat/Kel-F 800	77,561
Deney 18	3%	6,67	MEK/Viton-A	3,082

3.4 HNS-IV ve Bağlayıcı Eklenmiş HNS-IV Patlayıcısının FTIR Analizi

Sonuçları

3.4.1 HNS-IV

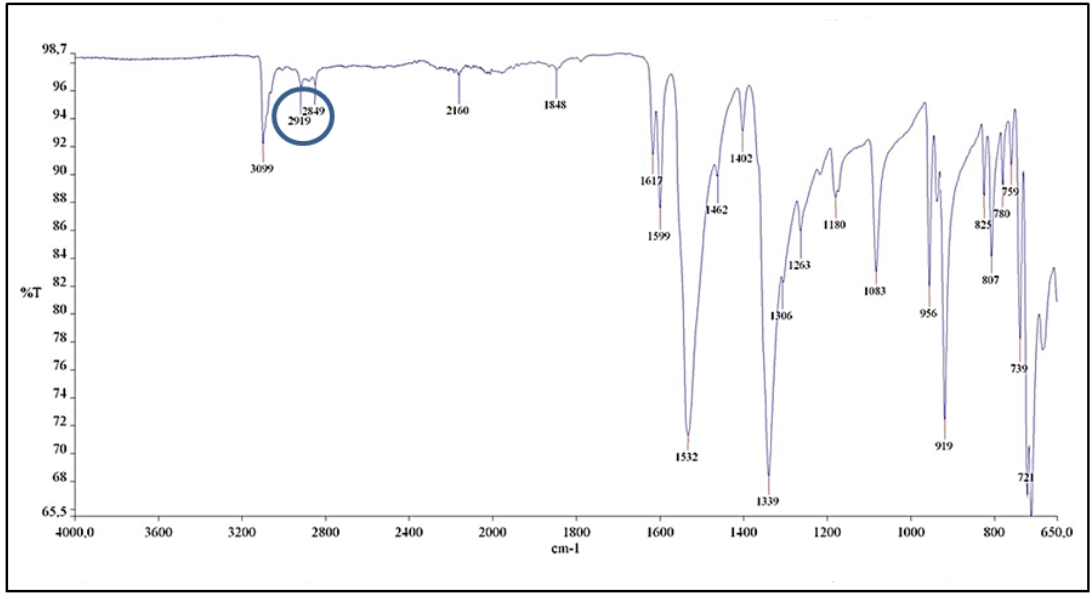
HNS-IV ve bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemelerinin FTIR analizleri gerçekleştirilmiştir. Ölçümler ATR modunda uygulanmış olup ölçümlerde Çinko-Selenyum (ZnSe) kristali kullanılmıştır. HNS-IV'e ait analiz sonucu Şekil 3.29'da verilmiştir. HNS-IV'e ait FTIR analiz sonucuna bakıldığında $wCH=CHtrans$ bağından dolayı 957 cm^{-1} değerinde bulunan karakteristik pik görülebilmektedir.



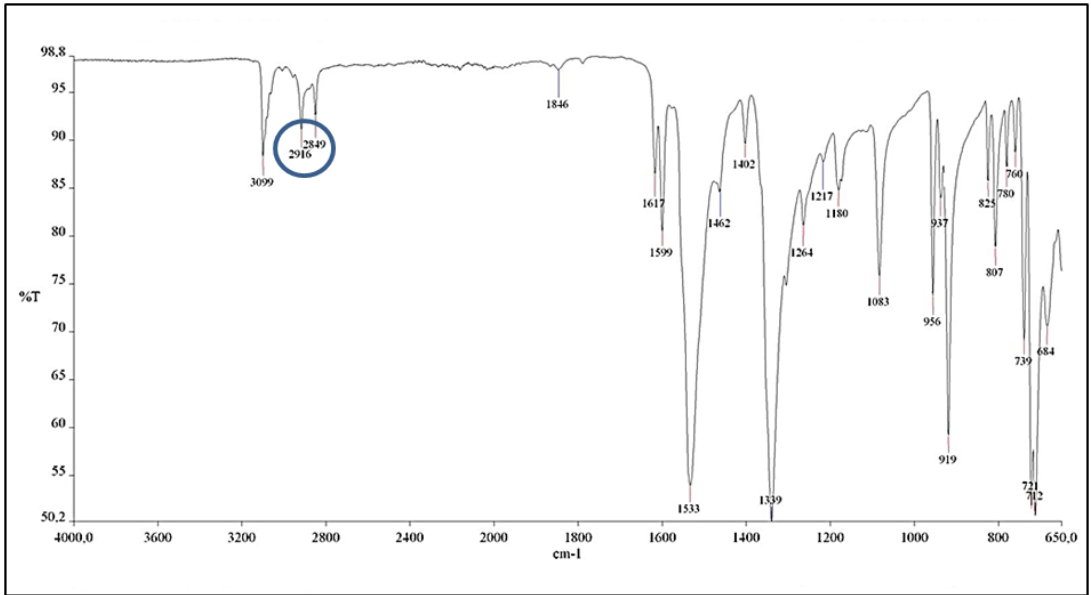
Şekil 3.29: HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.

3.4.2 HNS-IV/Kel-F

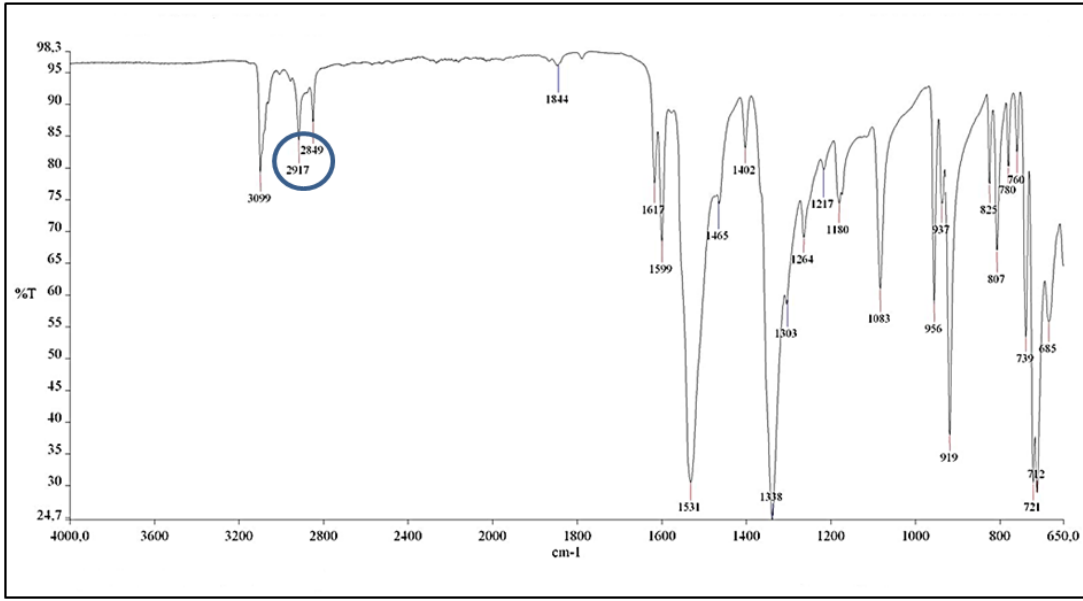
HNS-IV/Kel-F'e ait analiz sonuçları Şekil 3.30-3.36'da verilmiştir. HNS-IV FTIR analizinde 2881 cm^{-1} değerinde C-H bağından dolayı görülen pikin bağlayıcı eklenen karışımlarda ikiye ayrıldığı görülmüştür. Bu karışımlarda bağlayıcı yapısı flor içerdiğinden hidrojen ve flor arasında etkileşim meydana geldiği öngörülmüştür.



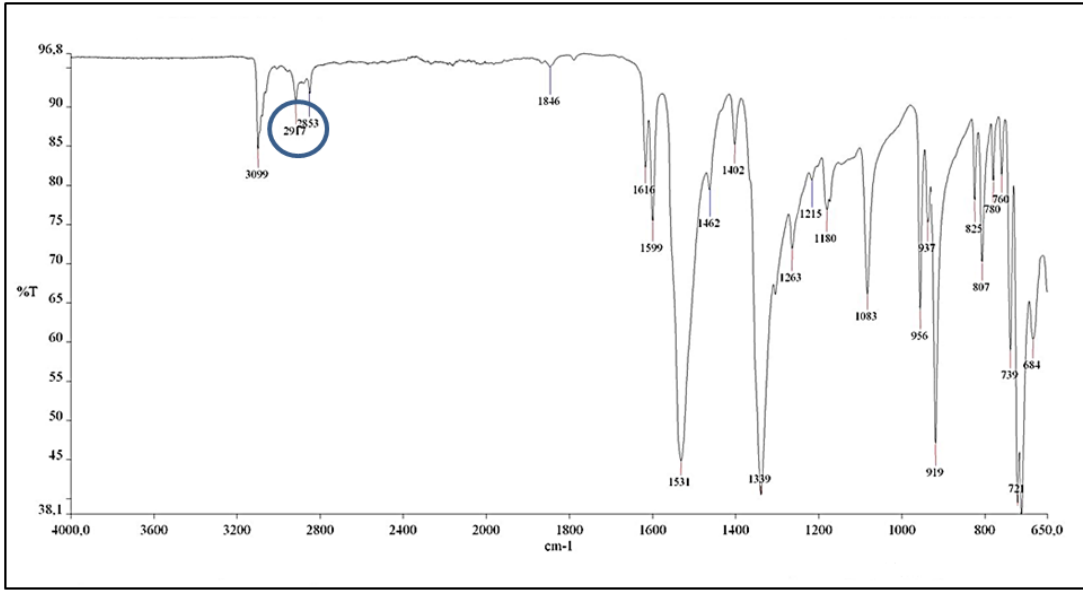
Şekil 3.30: Deney 5 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.



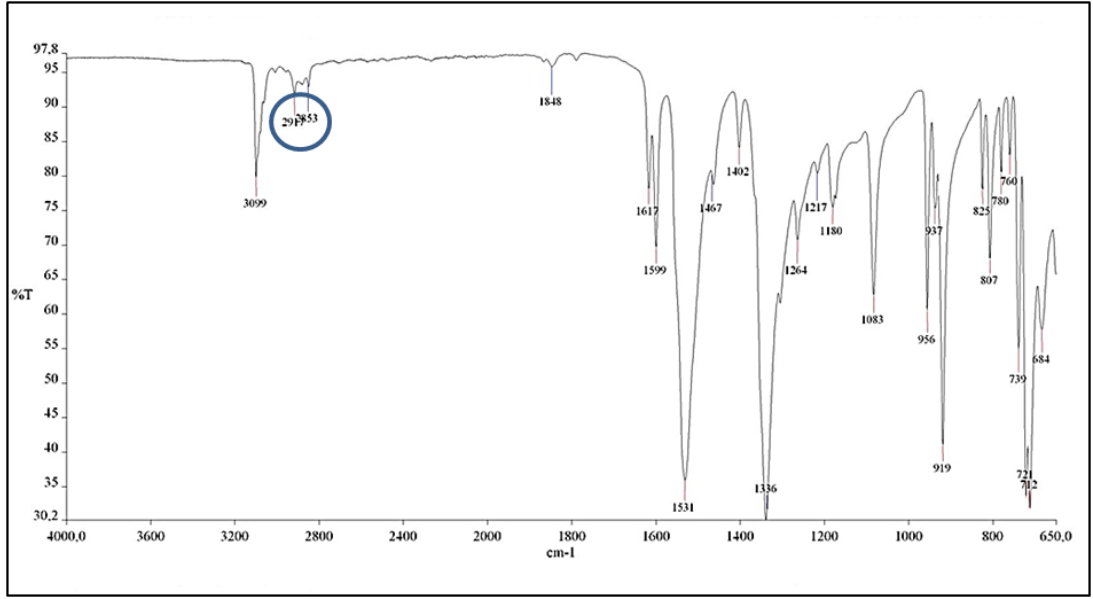
Şekil 3.31: Deney 8 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.



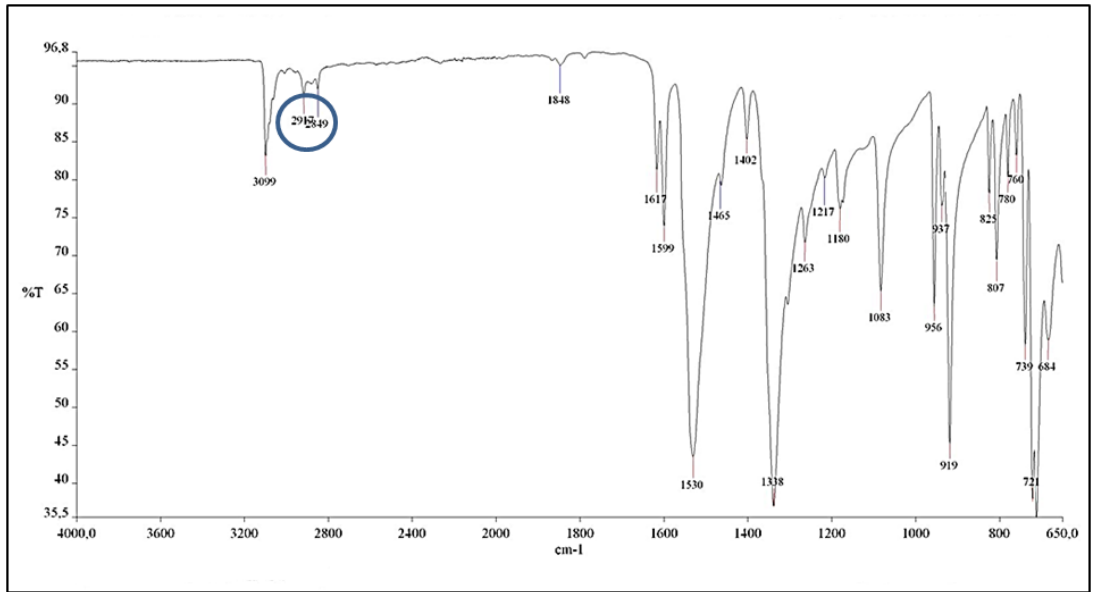
Şekil 3.32: Deney 10 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.



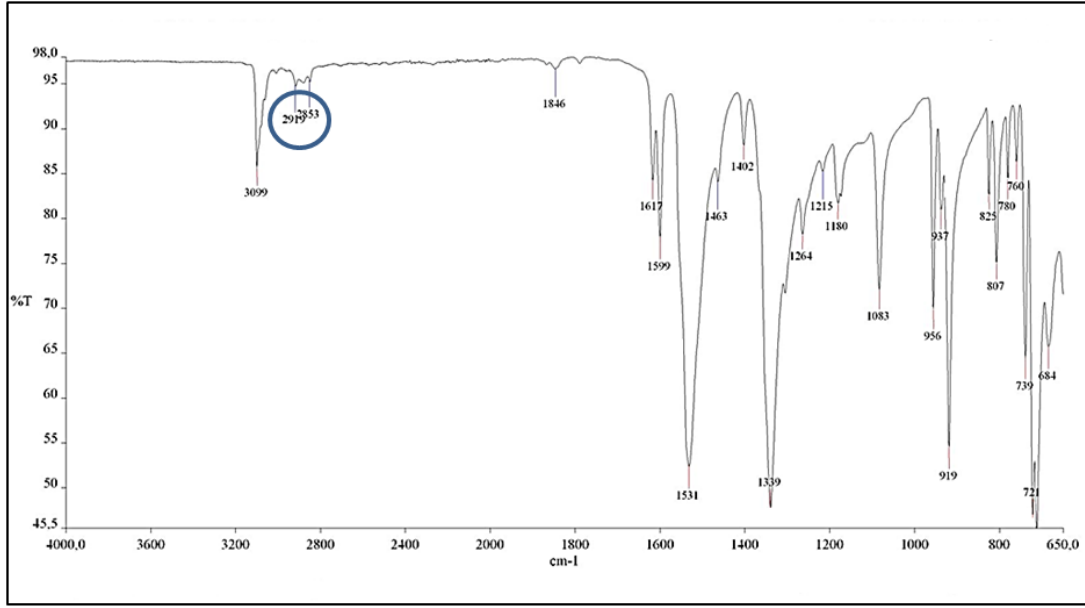
Şekil 3.33: Deney 11 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.



Şekil 3.34: Deney 13 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.



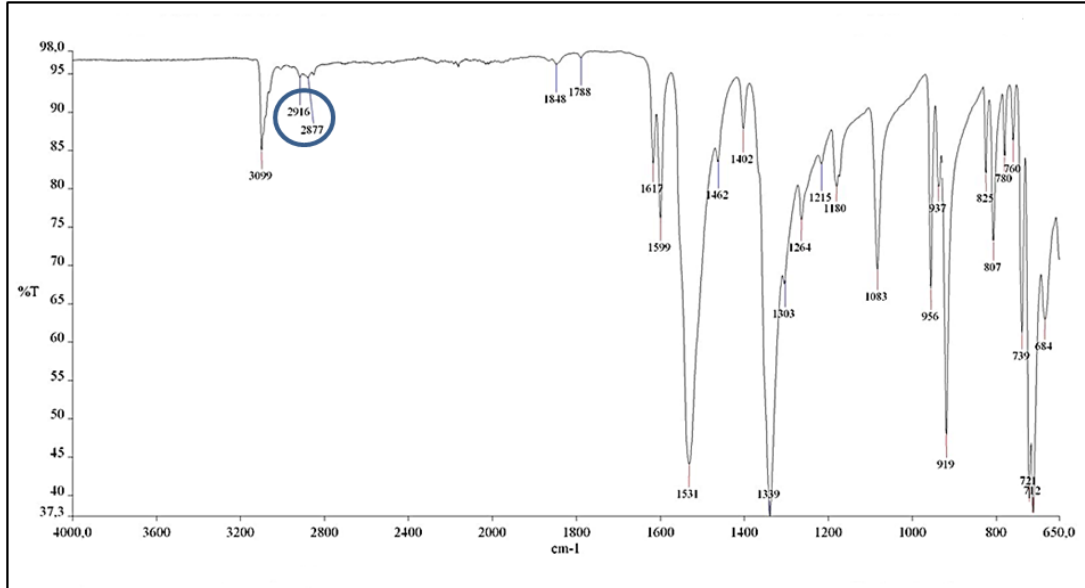
Şekil 3.35: Deney 14 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.



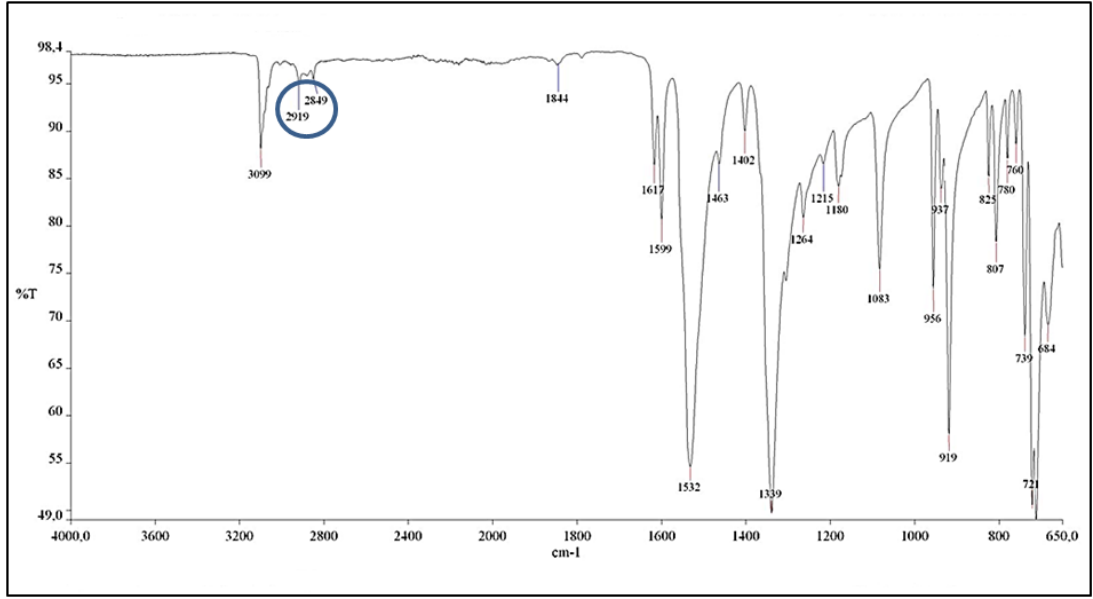
Şekil 3.36: Deney 17 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.

3.4.3 HNS-IV/Viton-A

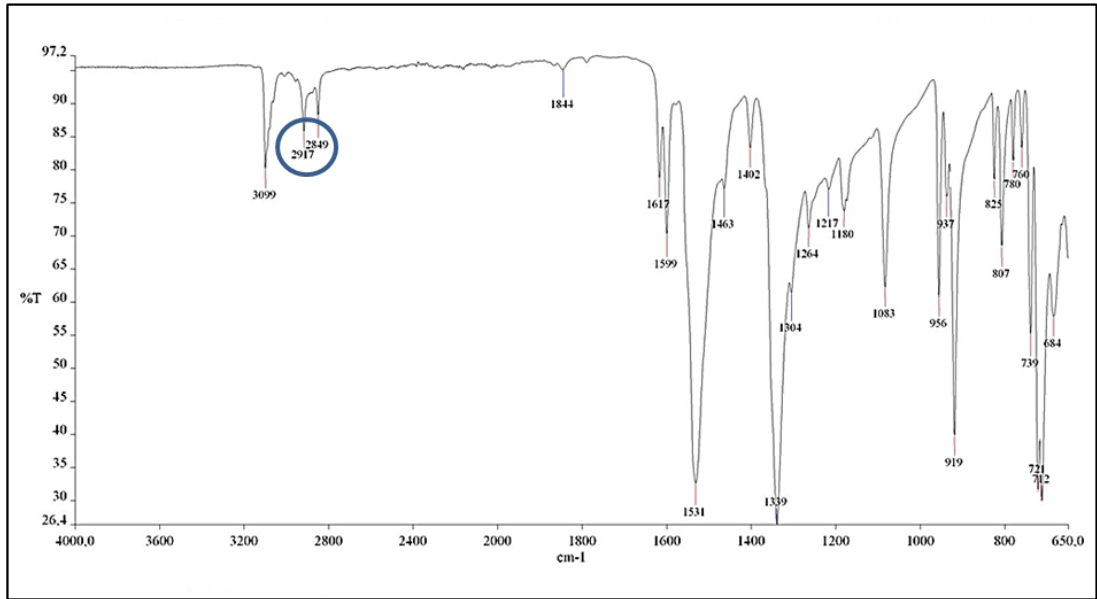
HNS-IV/Viton-A analiz sonuçları Şekil 3.37-3.40'ta verilmiştir. Viton-A yapısı da flor içerdiğinden hidrojen ve flor arasında etkileşim meydana gelerek HNS-IV FTIR analizinde 2881 cm⁻¹ değerinde C-H bağından dolayı görülen pik ikiye ayrılmıştır.



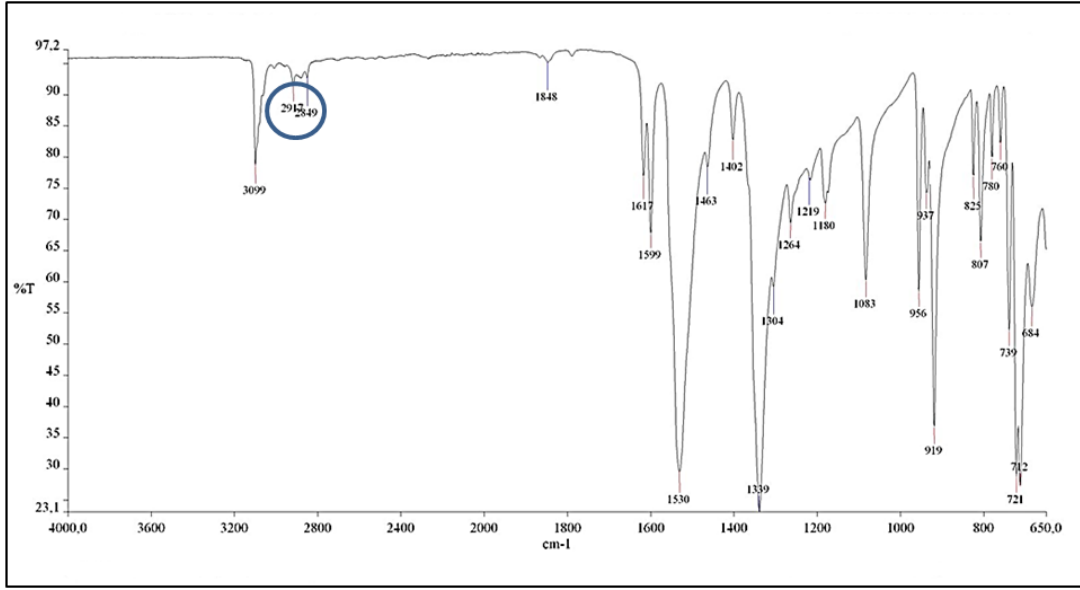
Şekil 3.37: Deney 3 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.



Şekil 3.38: Deney 9 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.



Şekil 3.39: Deney 12 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.



Şekil 3.40: Deney 18 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesine ait FTIR spektrumu.

Pik ayrılmasının görülmediği HNS-IV/Kel-F ve HNS-IV/Viton-A FTIR spektrumları EK A’da verilmiştir.

3.5 HNS-IV ve Bağlayıcı Eklenmiş HNS-IV Pelet Patlayıcılarının Görsel Kontrol Sonuçları

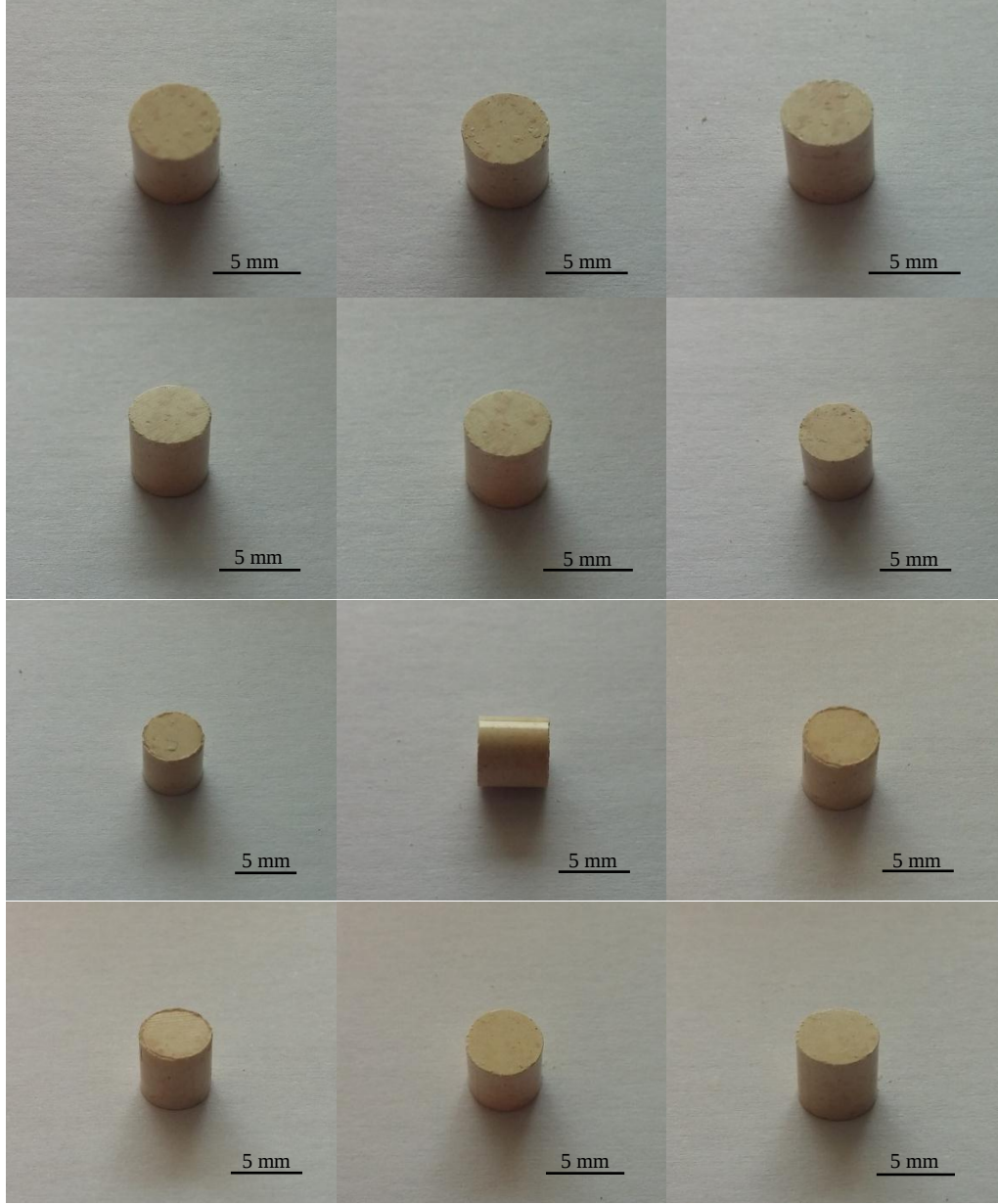
Pelet olarak tedarik edilen HNS-IV patlayıcısının görünümü Şekil 3.41’de verilmiştir. Tedarik edilen peletlerin dayanıklı olmadığı ve görsel kontrol sırasında pelette dağılmalar meydana geldiği görülmüştür.



Şekil 3.41: Pelet olarak tedarik edilen HNS-IV patlayıcısı.

Bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinden üretilen peletlerin dayanıklılığını kontrol etmek amacıyla peletlerin görsel kontrolleri gerçekleştirilmiştir. Peletlere 500

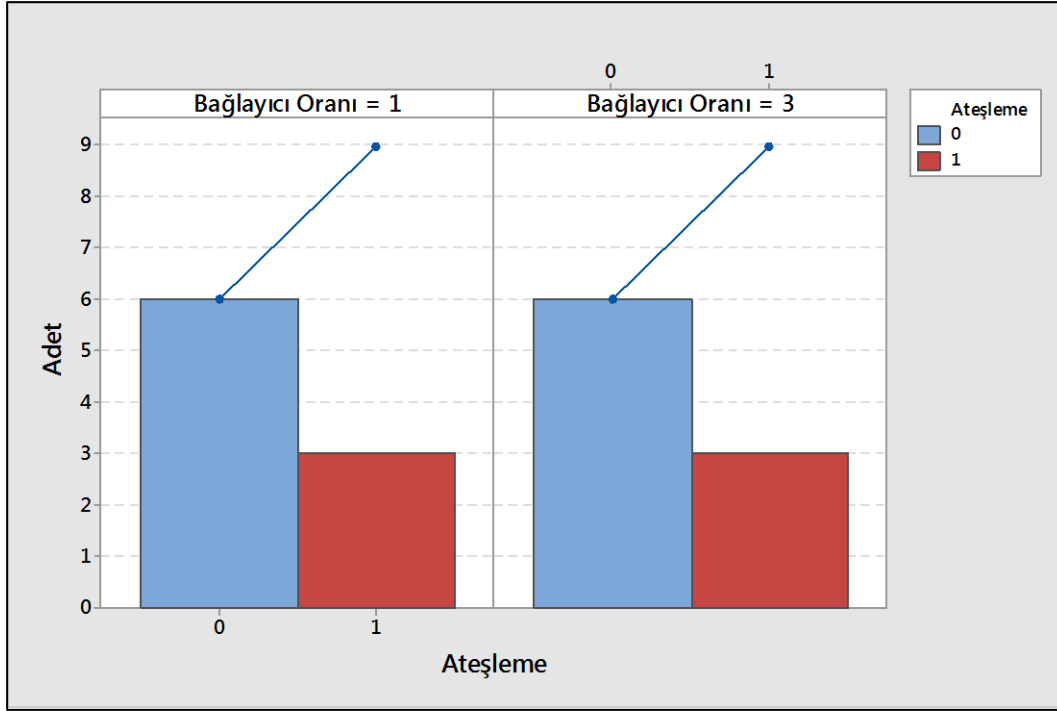
mm yükseklikten bırakılarak düşme testi uygulanmıştır ve düşme testi sonrası görseller Şekil 3.42’de verilmiştir. Peletlerde herhangi bir dağılma olmadığı ve fiziksel bütünlüklerini koruduğu gözlenmiştir.



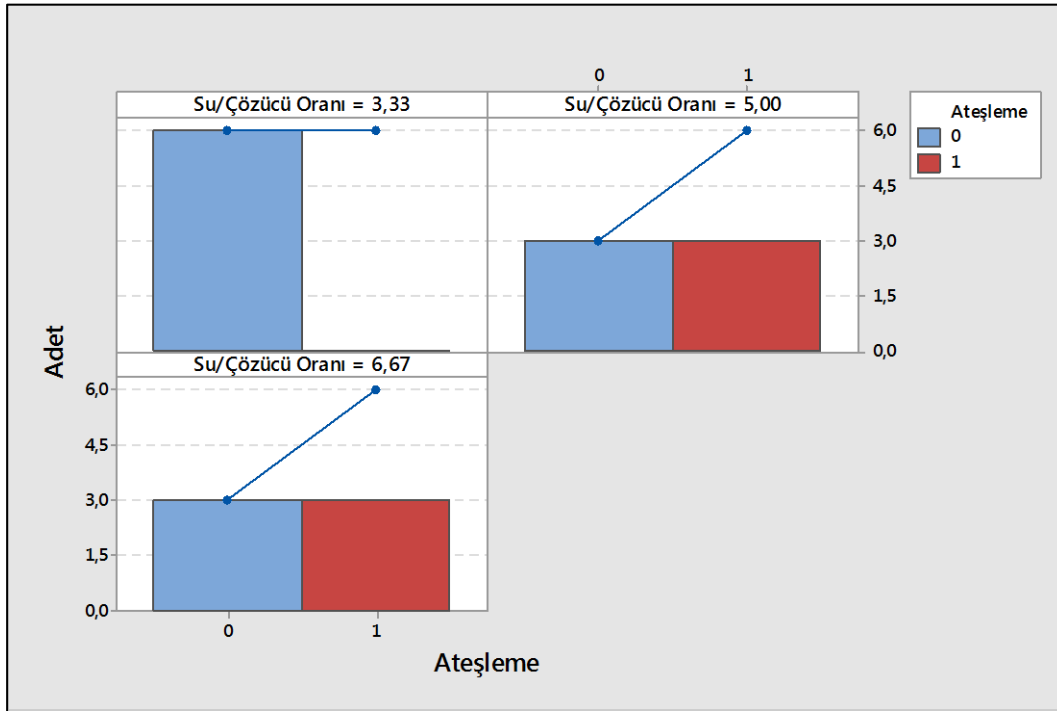
Şekil 3.42: Bağlayıcı eklenmiş HNS-IV pelet patlayıcıları.

3.6 Sonuçların Değerlendirilmesi

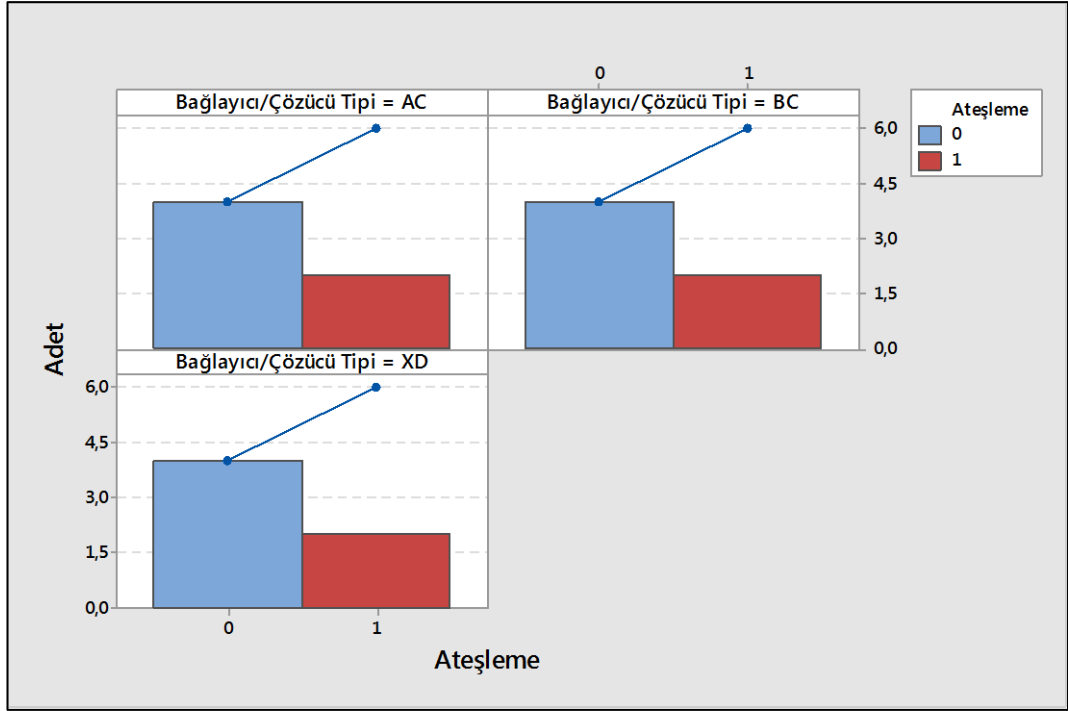
Ateşleme testi sonuçları Minitab’de analiz edilerek Şekil 3.43, Şekil 3.44 ve Şekil 3.45’te verilen grafikler elde edilmiştir.



Şekil 3.43: Bağlayıcı oranının ateşleme üzerindeki etkisi.

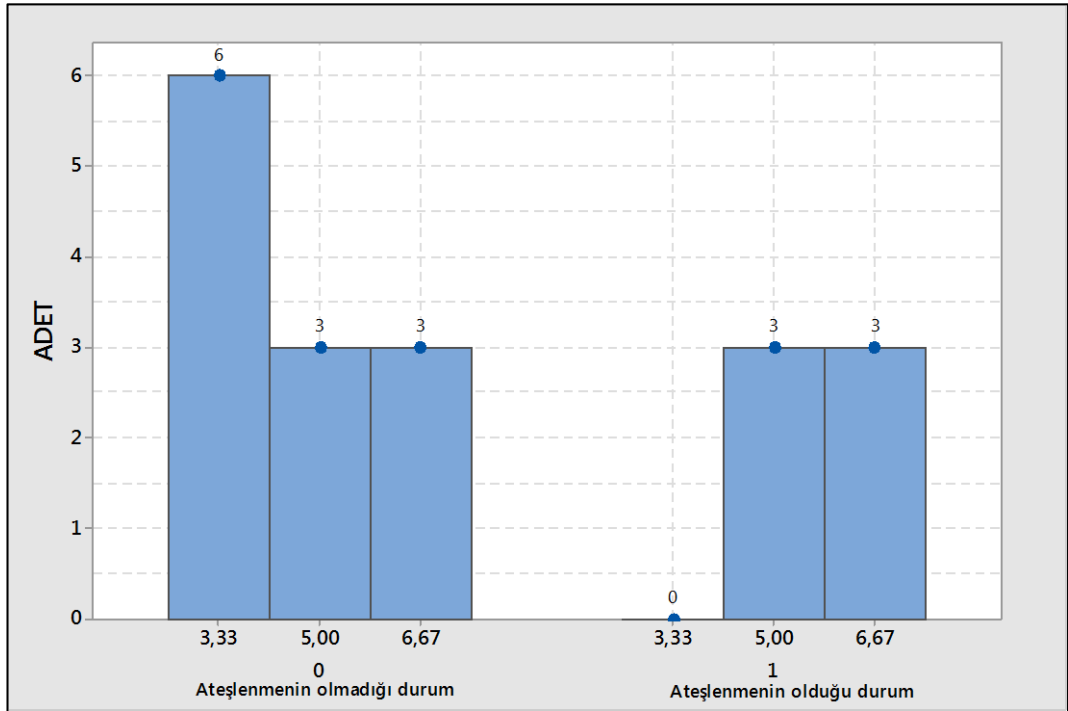


Şekil 3.44: Su/çözücü oranının ateşleme üzerindeki etkisi.



Şekil 3.45: Bağlayıcı/çözücü tipinin ateşleme üzerindeki etkisi.

Yapılan analizler su/çözücü oranının ateşlenme kabiliyeti üzerinde etkili bir parametre olduğunu göstermiştir. Su/çözücü oranının ateşleme sonuçlarıyla ilişkisini gösteren grafik Şekil 3.46'da verilmiştir.



Şekil 3.46: Ateşleme-su/çözücü oranı ilişkisi.

Bölüm 3.4’te verilen FTIR sonuçlarına göre bağlayıcı oranı %1 olan 9 sentezden 5 tanesi bağlayıcı ile etkileşimden doğan pik ayrılmasını göstermezken, bağlayıcı oranı %3 olan 9 sentezden 2 tanesi bu ayrılmayı göstermemiştir. Ayrıca az miktarlarla çalışıldığından %1 bağlayıcı oranının kullanıldığı sentezler deneysel çalışmalar sırasında daha fazla problem yaratmıştır. Bu iki durum %3’lük karışımlarda bağlayıcı ekleme prosesinin daha verimli olduğunu göstermiştir.

Ateşleme ve FTIR sonuçlarına bakıldığında, çözücü/bağlayıcı tipleri arasından sadece n-bütül asetat/Kel-F 800’ün kullanıldığı karışımlardan üretilen peletler hem patlayıcı-bağlayıcı etkileşimini göstermiş hem de patlamayı sağlamıştır.

Tüm bu durumlar göz önüne alındığında Deney 17 şartları olan %3 bağlayıcı oranı, 6,67 su/çözücü oranı ve n-bütül asetat/Kel-F 800 çözücü/bağlayıcı tipi özellikle küçük ölçekli üretimlerde referans alınabilir.

KAYNAKLAR

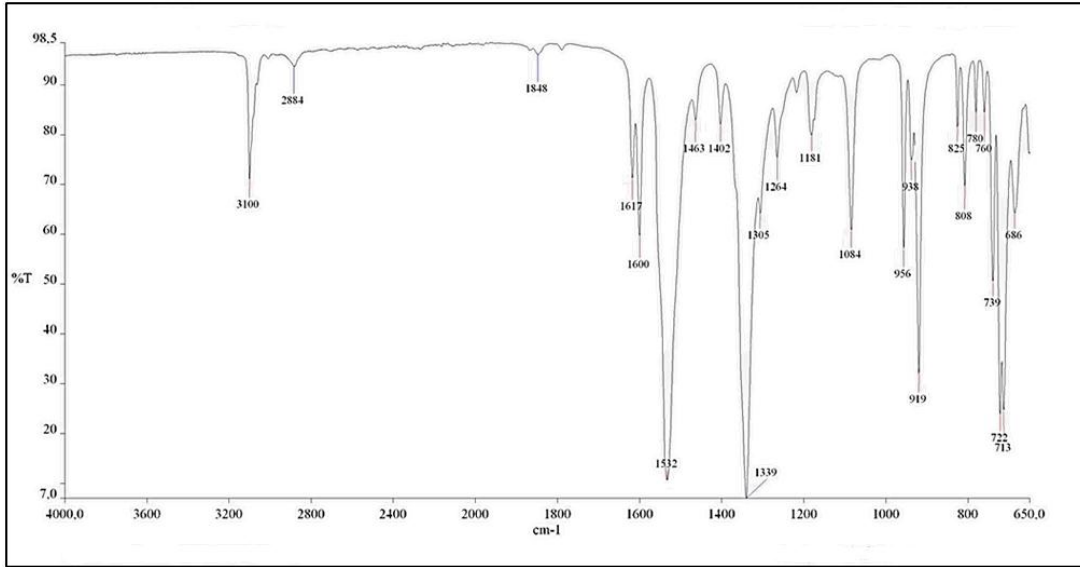
- [1] **Shipp, K.G. ve Spring, S.** (1970). Hexanitrostilbene. U.S.Patent No: 3,505,413.
- [2] **Syrop, L.J.** (1972). Process for Recrystallizing Hexanitrostilbene. U.S.Patent No: 3,699,176.
- [3] **Harris, S.M., Klassen, S.E., Quinlin, W.T., Cates, D.M. ve Thorpe, R.** (2001). ICT Conference on Energetic Materials. Karlsruhe, Germany, 24-1 to 24-12.
- [4] **Gump, J.C., Stoltz, C., Mason, B.P. ve Heim, E.M.** (2012) Equations of state of hexanitrostilbene (HNS). AIP Conference Proceedings 1426, 575-578.
- [5] **Bellamy, A.J., Price, T.P., Mahon, M.F., Drake, R. ve Mansell, J.** (2005). Crystal Structure of the 1:1 Adduct of Hexanitrostilbene and Dioxan. Energetic Materials. 23: 33-41.
- [6] **Hollands, R.E.** (2006). Explosive Booster Selection Criteria for Insensitive Munitions Applications. BAE Systems Land Systems Munitions, Insensitive Munitions and Energetic Materials Technology Symposium.
- [7] **Campbell, M.S., Garcia D. ve Idar D.** (2000). Effects of temperature and pressure on the glass transitions of plastic bonded explosives. Thermochemica Acta 357-358, 89-95.
- [8] **Willey, T.M., DePiero, S.C. ve Hoffman D.M.** (2009) A Comparison of New TATBs, FK-800 binder and LX-17-like PBXs to Legacy Materials. 1st Korean International Symposium on High Energy Materials Incheon, South Korea.
- [9] **Wanninger, P.** (t.y.). Insensitive Booster Charges. Rheinmetall Waffe Munition.
- [10] **Brundage A.L. ve Gump, J.C.** (2012). Modeling compressive reaction and estimating model uncertainty in shock loaded porous samples of hexanitrostilbene (HNS). AIP Conference Proceedings 1426, 529-532.
- [11] **Stull, T.W.** (1980) .Formulation of Custom Sized LX-15 Granules. Department of Energy Under U. S. Government Contract.
- [12] **Golopol, H.A., Fields, D.B. ve Moody, G.L.** (1977). A New Booster Explosive, LX-15 (RX-28-AS). Lawrence Livermore Laboratory.
- [13] **Kaur, J., Arya V.P., Kaur, G. ve Lata, P.** (2013). Evaluation of the Thermo-mechanical and Explosive Properties of Bimodal and Hybrid Polymer Bonded Explosive (PBX) Compositions Based on HNS and HMX. Central European Journal of Energetic Materials. 371-391.
- [14] **DePiero, S.C. ve Hoffman, D.M.** (2009). Formulation and Characterization of LX- 17-2 from new FK 800 binder and WA, ATK, and BAE TATBs. Lawrence Livermore Laboratory.

- [15] **Bellamy, A.J. ve Price, T.P.** (2004). 7th Seminar on New Trends in Research on Energetic Materials. University of Pardubice, Czech Republic, April, part 1, pp. 83-89.
- [16] **Liu, R., Zhang, T., Zhou, Z. ve Yang, L.** (2015). Nanoscale Effect on Thermal Decomposition of 2,2',4,4',6,6' -Hexanitrostilbene by Dynamic Pressure Measuring Thermal Analysis. *Journal of Energetic Materials*. 33: 34–50.
- [17] **Silva, G., Iha K., Cardoso, A.M., Mattos, E.C. ve Dutra R.L.** (2010). Study of the thermal decomposition of 2,2',4,4',6,6'- hexanitrostilbene. *Journal of Aerospace Technology and Management*. 41-46.

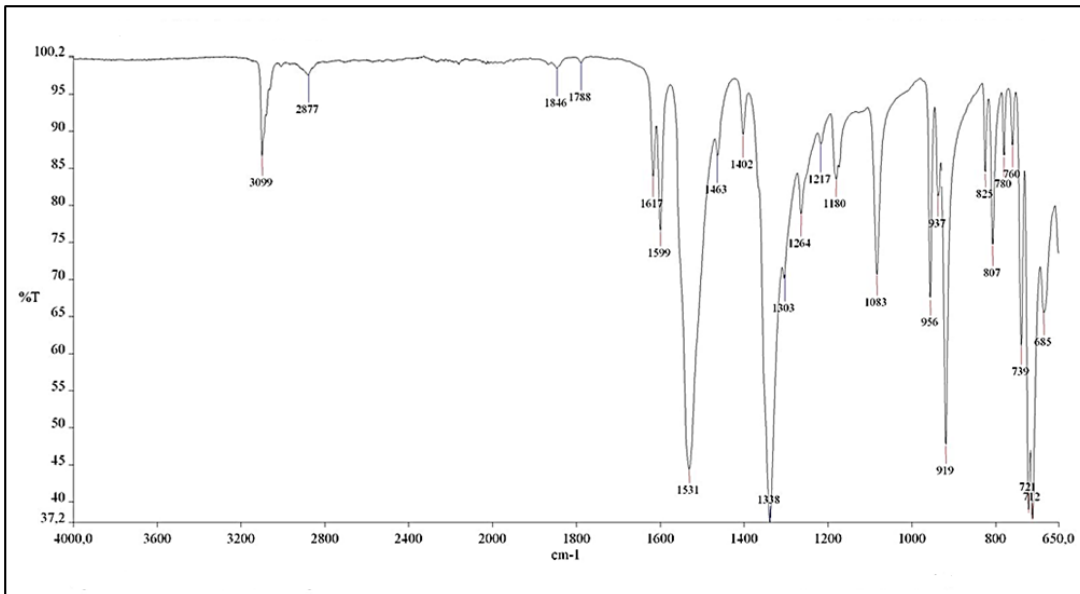
EKLER

EK A: FTIR Analizi Sonuçları

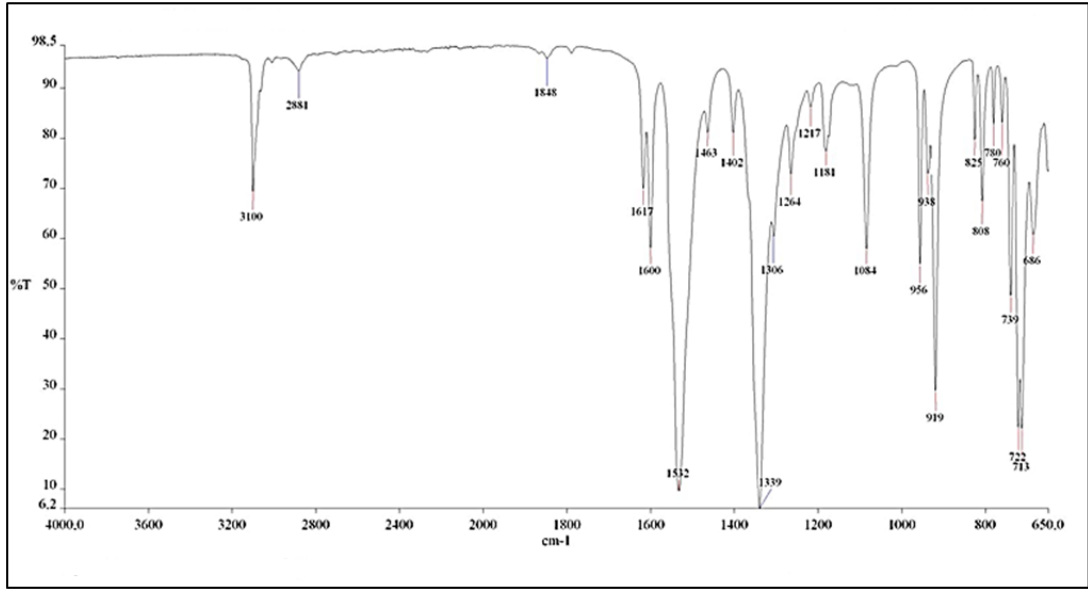
EK-A



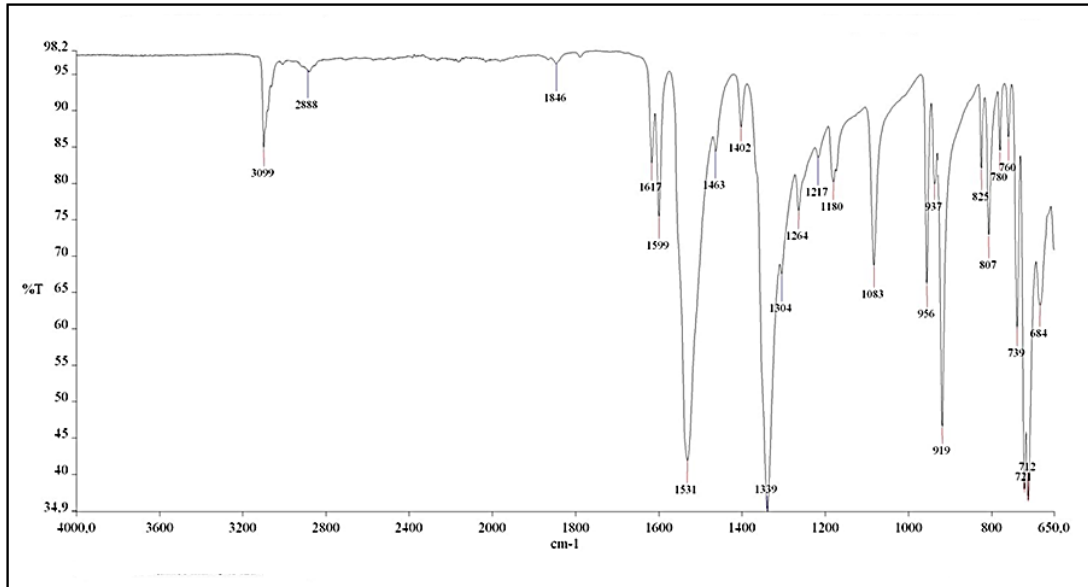
Şekil A.1: Deney 1 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.



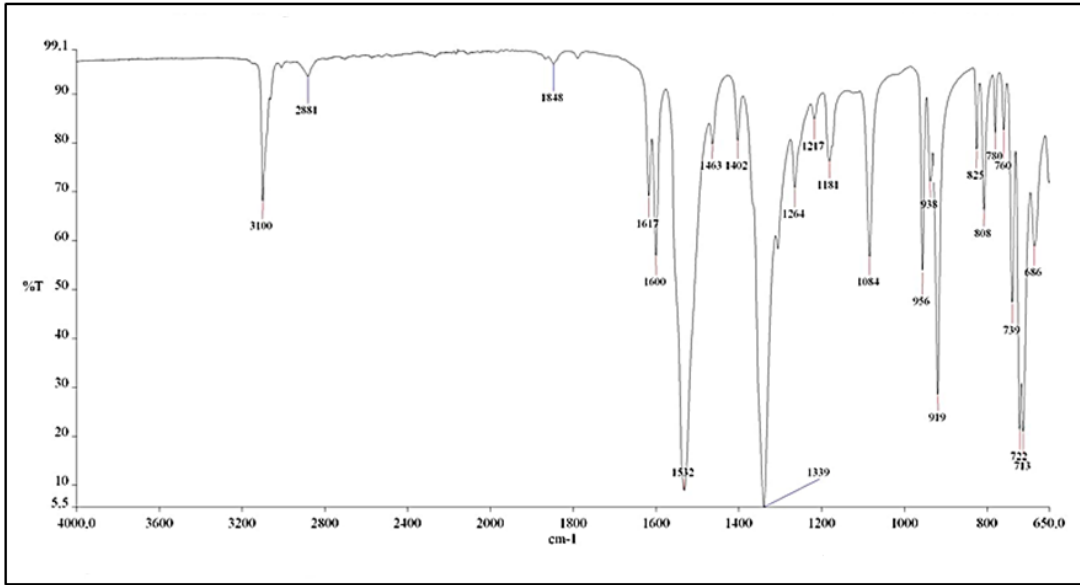
Şekil A.2 Deney 2 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (n-bütül asetat), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 3,33) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.



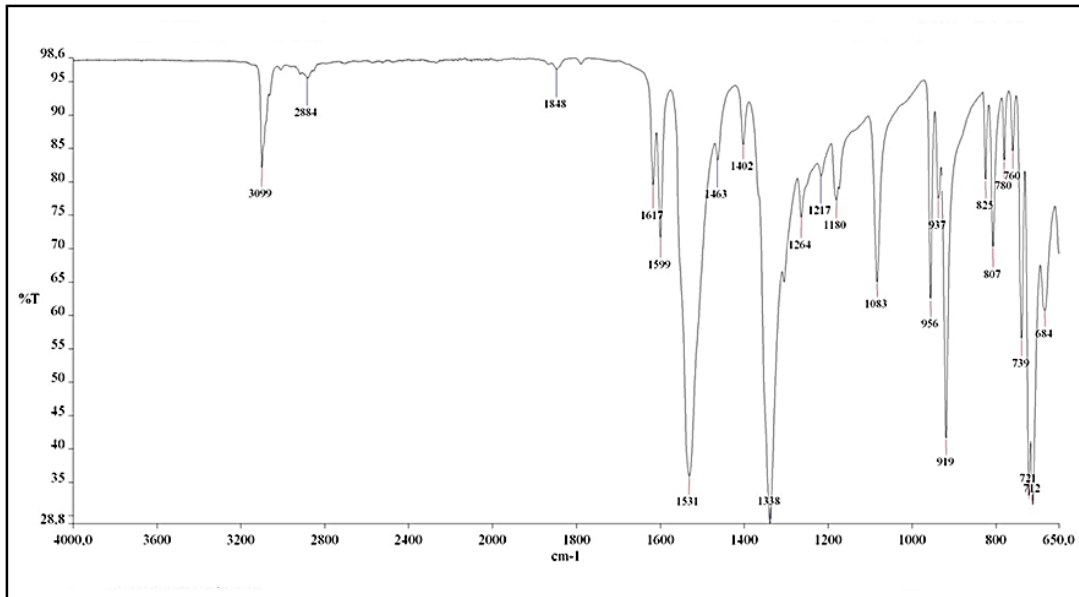
Şekil A.3: Deney 4 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.



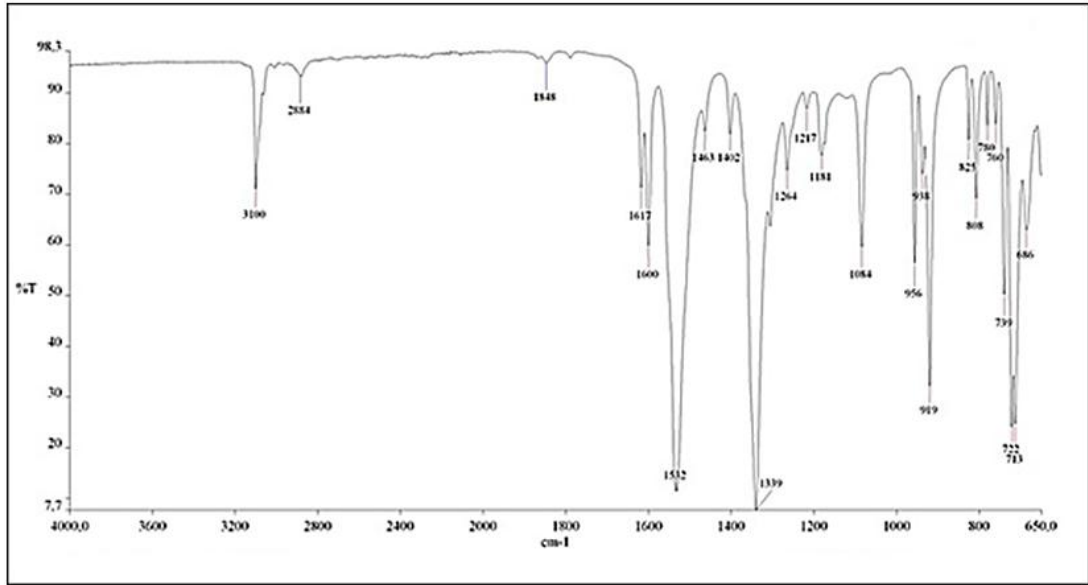
Şekil A.4: Deney 6 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.



Şekil A.5: Deney 7 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %1, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.

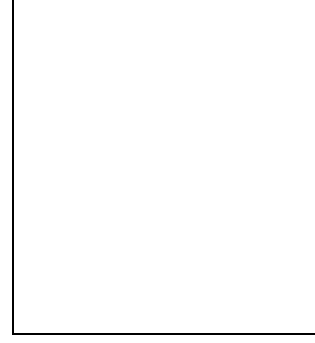


Şekil A.6: Deney 15 şartlarında (HNS-IV/Viton-A, Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 5) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.



Şekil A.7: Deney 16 şartlarında (HNS-IV/Kel-F (MIBK+IA), Bağlayıcı Oranı: %3, Su/Çözücü Oranı: 6,67) bağlayıcı eklenmiş HNS-IV malzemesinin FTIR spektrumu.

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad : Begüm UCUN
Doğum Yeri ve Tarihi : 08.12.1989/İstanbul
E-Posta : begumucun@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2012, İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Kimya Mühendisliği
- **Lisans** : 2012, İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
- **Yüksek Lisans** : 2015, İstanbul Teknik Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği

MESLEKİ DENEYİM:

- **Roketsan A.Ş.** : Enerjik Operasyonlar Proses Mühendisi, 2013.