

**SİLİSYUM KARBÜR ESASLI SERAMİK  
KÖPÜK FİLTRE ÜRETİMİ**

Senem ER  
Yüksek Lisans Tezi

Fen Bilimleri Enstitüsü  
Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı  
Eylül – 2004

## JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Senem ER'ın Silisyum Karbür Esaslı Seramik Köpük Filtre Üretimi başlıklı Seramik Mühendisliği Anabilim Dalındaki, Yüksek Lisans tezi 03.08.2004 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	Adı-Soyadı	İmza
Üye (Tez Danışmanı)	: Yard. Doç. Dr. Gürsoy ARSLAN	
Üye	: Doç. Dr. Ferhat KARA	
Üye	: Yard. Doç. Dr. Osman ŞAN	

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 17.09.2004..... tarih ve ..30/18... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü  
Prof. Dr. Altuğ İFTAR  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Müdürü

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### SİLİSYUM KARBÜR ESASLI SERAMİK KÖPÜK FİLTRE ÜRETİMİ

Senem ER

Anadolu Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yard. Doç. Dr. Gürsoy ARSLAN  
2004, 59 sayfa

Bu çalışmada ergimiş metal filtrasyonunda kullanılmak üzere, silisyum karbür esaslı seramik köpük filtre üretimi amaçlanmıştır. Filtre üretiminde polimerik sünger yöntemi kullanılmıştır. SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve SiO<sub>2</sub> içeren seramik çamurların reolojik özelliklerini iyileştirmek için bentonit, bağlayıcılık özelliği kazandırmak için rikabond veya koloidal silika ilavesi yapılmıştır. Yaş mukavemet açısından en uygun ilave kompozisyonlarının % 60 SiC/ % 30 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ % 10 SiO<sub>2</sub>, % 66 SiC/ % 24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ % 10 SiO<sub>2</sub>, % 75 SiC/ % 15 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ % 10 SiO<sub>2</sub> sistemleri için sırasıyla; % 1,5 bentonit ve % 5 rikabond, % 2 bentonit ve % 5 rikabond, % 1,5 bentonit ve % 8 rikabond olduğu saptanmıştır. % 66 SiC/ % 24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ % 10 SiO<sub>2</sub> ve % 66 SiC/ % 19 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ % 15 SiO<sub>2</sub> kompozisyonları için koloidal silika kullanıldığında yeterli yaş mukavemetin elde edildiği saptanmıştır. Organik uzaklaştırma işleminden sonra koloidal silika içeren kompozisyonlar 1350-1400 °C'de, rikabond içeren kompozisyonlar ise 1300-1350 °C'de sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin karakterizasyonunda Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve X Işınları Difraktometresi (XRD) teknikleri kullanılmıştır. Koloidal silika içeren ve 1400 °C'de sinterlenen numunelerde müllit oluşumu gözlenmiştir. İğnemsî yapısı dolayısıyla müllit oluşumunun mekanik özellikler üzerinde olumlu etkisinin olabileceği düşünülmektedir.

**Anahtar Kelimeler:** Seramik Köpük, Döküm Filtresi, Silisyum Karbür, Polimerik Sünger, Karakterizasyon.

## ABSTRACT

Master of Science Thesis

### PRODUCTION of SILICON CARBIDE CERAMIC FOAM FILTER

Senem ER

Anadolu University  
Graduate School of Sciences  
Ceramic Engineering Program

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Gürsoy ARSLAN  
2004, 59 pages

In this study, the production of ceramic foam filter was aimed to use for filtering molten metal. In the production of ceramic foam filters, polymeric-sponge method was used. Bentonite was used to adjust the rheological properties of ceramic slurry containing SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and SiO<sub>2</sub>; and rikabond or colloidal silica was added as a binding agent. For the green strength, it was observed that for the composition of 60% SiC/ 30% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ 10% SiO<sub>2</sub>, 66% SiC/ 24% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ 10% SiO<sub>2</sub> and 75% SiC/ 15% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ 10% SiO<sub>2</sub> the best appropriate additive compositions were 1.5% bentonite and 5% rikabond; 2% bentonite and 5% rikabond; 1.5% bentonite and 8% rikabond, respectively. It was observed that sufficient green strength is obtained when colloidal silica was used for the compositions of 66% SiC/ 24% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ 10% SiO<sub>2</sub> and 66% SiC/ 19% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ 15% SiO<sub>2</sub>. After the burn out process, the compositions containing colloidal silica were sintered at 1350-1400 °C, and the compositions containing rikabond were sintered at 1300-1350 °C. The characterization of the sintered samples were investigated by using Scanning Electron Microscope (SEM) and X-Ray Diffractometer (XRD) techniques. Mullite formation was observed in the samples containing colloidal silica which were sintered at 1400 °C. Because of its needle-like morphology, it is considered that mullite formation may improve mechanical properties of the products.

**Keywords:** Ceramic Foam, Metal Filter, Silicon Carbide, Polimeric Sponge, Characterisation.

## TEŐEKKÜR

Tez alıőmam sũresince bilgi ve tecrũbelerinden faydalandıđım, yardım ve ilgilerini benden esirgemeyerek her tũrlũ konuda bana yol gũsteren, deđerli hocam Yard. Do. Dr. Gũrsoy ARSLAN'a

Laboratuvar alıőmalarım sũresince ilgi ve yardımlarını esirgemeyen Arő. Grv. Ayőe KALEMTAŐ'a

Arő. Grv. Nihan TUNER'e

Tũm Malzeme Mũhendisliđi Bũlũmũ alıőanlarına,

alıőmamda emeđi geen herkese ve...

Her zaman yanımnda olan sevgili aileme...

Sonsuz Teőekkũrler...

# İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	ix
1. GİRİŞ.....	1
2. SERAMİK DÖKÜM FİLTRELERİ.....	2
2.1. Filtre Seçimi.....	5
2.2. Filtrelerin Yerleştirilmesi.....	7
2.3. Köpük Filtrelerde Filtrasyon Süreci.....	8
2.3.1. Fiziksel eleme.....	8
2.3.2. Derin yatak filtrasyonu.....	9
2.4. Köpük Filtre Üretimi.....	10
2.4.1. Polimerik Sünger Metodu.....	11
2.4.1.1. Polimerik süngerin seçimi.....	11
2.4.1.2. Seramik çamurun hazırlanması.....	12
2.4.1.4. Süngerin çamura daldırılması.....	15
2.4.1.5. Fazla çamurun süngerden uzaklaştırılması.....	15
2.4.1.6. Kurutma.....	16
2.4.1.7. Polimerik süngerin yakılması.....	16
2.4.1.8. Seramiğin sinterlenmesi.....	17
2.4.2. Mukavemet.....	17
2.4.2.1. Fiberler.....	17
2.4.2.2. Mukavemet artırıcı işlemler.....	18

<b>3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....</b>	<b>20</b>
3.1. Materyal.....	20
3.1.1. Kullanılan Tozlar.....	20
3.1.1.1. Çizelge 3.1’de belirtilen filtrelerde kullanılan tozlar.....	20
3.1.1.2. Koloidal silika içeren filtrelerde kullanılan tozlar.....	20
3.1.2. Kullanılan Deflokülan ve İlaveler.....	20
3.1.3. Polimerik Sünger.....	21
3.2. Yöntem.....	21
3.2.1. Seramik Çamur Hazırlama.....	23
3.2.1.1. Deflokülan çözeltisinin hazırlanması.....	23
3.2.1.2. pH ayarları.....	24
3.2.1.3. Tozların ilave edilmesi ve karıştırma.....	24
3.2.2. Süngerin çamura daldırılması ve fazla çamurun uzaklaştırılması.....	25
3.2.3. Kurutma ve Süngerin Uzaklaştırılması.....	26
3.2.4. Sinterleme.....	26
3.2.5. Taramalı elektron mikroskopuyla mikroyapı tayini.....	26
3.2.6. X Işınları Difraktometresi ile Karakterizasyon.....	26
<b>4. SONUÇLAR ve YORUM.....</b>	<b>27</b>
4.1. İlavelerin Filtre Özelliklerine Olan Etkisi.....	29
4.1.1. 60 SiC/ 30 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 10 SiO <sub>2</sub> Kompozisyonu.....	30
4.1.2. 66 SiC/ 24 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 10 SiO <sub>2</sub> Kompozisyonu.....	35
4.1.3. 75 SiC/ 15 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 10 SiO <sub>2</sub> Kompozisyonu.....	37
4.2. Rikabond ve Koloidal Silika İçeren Filtrelerin Karşılaştırılması.....	39
4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri.....	40
4.3.1. Rikabond ile hazırlanan filtreler.....	40
4.3.2. Koloidal silika ile hazırlanan filtreler.....	44
4.3.2.1. % 66 SiC, % 24 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , % 10 SiO <sub>2</sub> kompozisyonu.....	45
4.3.2.2. % 66 SiC, % 19 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , % 15 SiO <sub>2</sub> kompozisyonu.....	49

<b>5. GENEL SONUÇLAR .....</b>	<b>54</b>
<b>6. ÖNERİLER.....</b>	<b>56</b>
<b>7.KAYNAKLAR.....</b>	<b>57</b>

## ŞEKİLLER DİZİNİ

2.1.	Fiziksel eleme mekanizmaları.....	8
2.2.	Derin yatak filtrasyonu.....	9
2.3.	Polimerik sünger metodunun basamakları.....	11
2.4.	Preset merdaneler ile fazla çamurun uzaklaştırılması .....	15
3.1.	Polimerik sünger metodunun basamakları.....	21
4.1.	Kuru öğütme ile öğütülmüş alüminanın tane boyut dağılımı.....	27
4.2.	Yaş öğütme ile öğütülmüş alüminanın tane boyut dağılımı.....	27
4.3.	Polimerik süngerin termogravimetrik analizi.....	28
4.4.	1 <sub>A</sub> kodlu (% 60 SiC, % 30 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %10 SiO <sub>2</sub> ), % 2 bentonit içeren numune, 1 kez çamur emdirilmiş numune.....	31
4.5.	1 <sub>B</sub> kodlu (% 60 SiC, % 30 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %10 SiO <sub>2</sub> ), % 3 Peg içeren filtrelerin fotoğrafları.....	31
4.6.	1 <sub>C</sub> kodlu (% 60 SiC, % 30 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %10 SiO <sub>2</sub> ), % 1,5 bentonit, % 3 peg içeren numune.....	33
4.7.	% 60 SiC, % 30 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %10 SiO <sub>2</sub> başlangıç kompozisyonuna sahip numunelerin fotoğraf görüntüleri.....	34
4.8.	% 60 SiC, % 30 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , % 10 SiO <sub>2</sub> ve farklı ilaveler içeren kompozisyonlar için emdirme sayısı ile süngere kaplanan toz miktarının değişimi.....	35
4.9.	% 66 SiC, % 24 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , % 10 SiO <sub>2</sub> içeren 2 <sub>A</sub> ve 2 <sub>B</sub> kodlu numuneler.....	36
4.10.	% 75 SiC, % 15 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , % 10 SiO <sub>2</sub> içeren 3 <sub>A</sub> ve 3 <sub>B</sub> kodlu numuneler.....	38
4.11.	% 66 SiC, % 24 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , % 10 SiO <sub>2</sub> içeren 2 <sub>B</sub> ve 4 <sub>A</sub> kodlu numuneler.....	39
4.12.	1 <sub>D</sub> kodlu filtrenin SEM görüntüleri.....	40
4.13.	2 <sub>B</sub> kodlu filtrenin SEM görüntüleri.....	41
4.14.	3 <sub>B</sub> kodlu filtrenin SEM görüntüleri.....	42
4.15.	4 <sub>A</sub> (1350 °C) kodlu filtrenin SEM görüntüleri.....	45
4.16.	4 <sub>A</sub> (1400 °C) kodlu filtrenin SEM görüntüleri.....	46

4.17. 4 <sub>B</sub> (1400 °C) kodlu filtrenin SEM.....	47
4.18. 4 <sub>A</sub> (1400 °C) numunesinin X-Işınları Difraktometresi (XRD) sonucu.....	48
4.19. 5 <sub>A</sub> (1350 °C) kodlu filtrenin SEMgörüntüleri.....	49
4.20. 5 <sub>A</sub> (1400 °C) kodlu filtrenin SEM görüntüleri.....	50
4.21. 5 <sub>B</sub> (1400 °C) kodlu filtrenin SEM görüntüleri.....	51
4.22. 5 <sub>A</sub> (1400 °C) numunesinin X-Işınları Difraktometresi (XRD) sonucu.....	53

## ÇİZELGELER DİZİNİ

2.1. Filtrelerin avantaj ve dezavantajları.....	4
2.2. Döküm amaçlı kullanılan seramik filtreler .....	5
2.3. Köpük filtrelerin yaygın uygulama alanları.....	6
3.1. Deney parametreleri.....	22
3.2. Koloidal silika içeren filtreler için deney parametreleri.....	23
4.1. Deney parametreleri.....	29
4.2. Koloidal silika içeren filtreler için deney parametreleri.....	44
4.3. 5 <sub>A</sub> (1400 °C) kodlu filtrenin EDX analizi.....	45

## 1. GİRİŞ

Günümüz dökümhanelerinde, kaynaklı tamirlerine izin verilmeyen ya da birhayli zor olan, uçak ve otomotiv sanayilerine yönelik birçok hassas parçaların üretilmesinde en çok kullanılan seramik filtreler köpük filtrelerdir. Köpük filtreler, alüminyum gibi hafif metaliklerin ve 1800 °C'lere varan yüksek ergime sıcaklıklı metallerin dökümünde yaygın olarak kullanılmaktadır. Köpük filtreleri diğer filtrelerden ayıran en önemli özellik yüksek filtrasyon verimidir. Yüksek gözeneklilikleri, sıvı metal kütlesini parçaladığından akışı nispeten kolaylaştırmakta, sıvının filtre ortamından dolambaçlı akışı safsızlıkların elenme ortamını artırmaktadır [1].

Köpük seramiklerin en yaygın kullanım alanları; ergimiş metal ve sıcak gaz filtreleri, petrokimya endüstrisinde kullanılan katalitik destekler ve dizel motor egzoz filtreleridir [2]. Dökme demir uygulamalarında SiC filtreler yaygın olarak kullanılmaktadır [3].

Köpük seramik üretiminde SiC'ün tercih edilme nedeni düşük ısıl genleşme katsayısı, termal iletkenlik ve mekanik mukavemet özellikleridir [2].

Silisyum karbür yüksek sertlik, mükemmel yüksek sıcaklık sürünme direnci, yüksek ısıl iletkenlik, yarı iletken özellikler ve mükemmel oksidasyon/korozyon direnci özelliklerine sahiptir [4].

Bu tez çalışmasında farklı kompozisyonlarda hazırlanan seramik çamurlardan polimerik sünger metodu ile SiC esaslı köpük filtre üretimi amaçlanmıştır.

Çeşitli parametreler (ilave malzemeler, çamur emdirme sayısı, sinterleme sıcaklığı) değiştirilerek köpük filtre üzerindeki etkileri araştırılmıştır.

## 2. SERAMİK DÖKÜM FİLTRELERİ

Metalik eriyiklerin döküm yoluyla şekillendirilen ürünlerinde istenmeyen pek çok safsızlık bulunabilmektedir. Safsızlıklar metalik bünyeden, ergitme aşamasından ve döküm sırasında dış etkenlerden kaynaklanabilmektedir. Metaliklere bağlı olarak katı ve sıvı olabilen bu safsızlıkların elenmesi amacıyla bilinen ve yaygın olarak kullanılan flotasyon süreçlerine ilave olarak son zamanlarda yüksek verimde safsızlık giderimi amacıyla filtrasyon süreçlerinden yararlanılmaktadır. Bazı uygulamalarda her iki süreç kullanıldığı gibi, filtrasyonun tek başına uygulamaları yaygınlaşmaktadır [3].

Flotasyon ve sedimentasyon gibi süreçlerde katışkıları yüzeye almak için sıvıya köpük yapıcıların eklenmesi, sıvı koruyucu atmosfer uygulamaları ve gaz baloncukları oluşturup katışkıları yüzeye alıcı sıvı işlemleri gerekmektedir. Oysa filtrasyonda, mikron boyutlu katışkıların giderilmesi sırasında sıvıya benzeri müdahaleler gerekmemektedir [5].

Özellikle temiz eriyiklerde flotasyonla temizliğin zor olduğu uygulamalarda filtrasyon bir avantaj oluşturmaktadır. Filtrasyon süreci, safsızlık boyutu, eriyik viskozitesi ve safsızlıkla eriyik yoğunlukları arasındaki farktan bağımsız olarak temizlik yapabilme avantajına sahiptir [3].

Caterpillar şirketinde yapılan üç yıllık bir çalışma neticesinde seramik filtre kullanımıyla fire oranında % 40'lık bir azalma ve üretimde % 10'luk bir artışın meydana geldiği belirlenmiştir. Ayrıca daha düşük maliyette daha kaliteli ürün üretimi mümkün olmuştur [6].

İlk kullanılan filtrasyon malzemeleri çelikten üretilen basit süzgeç tipi (elek ve ya ızgara benzeri) filtreler ile çelik tellerle örülmüş çelik örgü filtrelerdir. Metalik filtrelerin kimyasal olarak kararlı olmamaları, korozyon problemleri, düşük sıcaklıktaki dayanımlarının yanı sıra bu özellikleri yüksek sıcaklıklarda koruyamamaları, araştırmaları yeni filtre alternatiflerine yöneltmiştir [1].

Modern döküm süreçlerinde, seramik filtreleri cazip kılan nedenler tamamen seramik bünyelere ait karakteristiklerden kaynaklanmaktadır. Seramikler yüksek ergitme sıcaklıkları, yüksek sıcaklık kararlılıkları ve mukavemetleri, eriyik kompozisyonlarından etkilenmemeleri, kimyasal kararlılıkları, korozyon

dirençleri, yüksek ısıl şok dayanımları ve oksit bazlı kompozisyonları sayesinde oksit ve curuf temizliğinde etkin rol oynamışlardır [1].

Üretilen ilk seramik filtreler, şekilsel olarak metalik filtrelere benzemektedir. En yaygınları silika va alümina karışımından presle hazırlanmış çekirdek (veya tabaka) tip filtrelerdir. Karışımın presle hazırlanan yaş tabakalarına deliklerin açılmasını takip eden sinterleme sürecinde mukavemet kazandırılmıştır. Geliştirilen yeni filtre türlerinin (hücresele ve köpük filtreler) daha yüksek eleme verimleri nedeniyle, çekirdek filtrelerin uygulama alanları oldukça sınırlıdır. Çekirdek filtrelerin en yaygın uygulama alanları küresel ve lamel grafitli dökme demirlerdir [1].

Çelik tellerle örölerek hazırlanan örgü filtrelerin bir benzeri cam ve refrakter (silika) liflerle geliştirilmiştir. Cam liflerle üretilen örgü filtreler daha çok alüminyum gibi düşük ergime sıcaklıklarına sahip hafif metallerin, refrakter örgüler ise küresel ve lamel grafitli dökme demirlerin filtrasyonunda kullanılmaktadır [1].

Eksrüzyon ile üretilen hücresele filtreler ile replikasyon süreci ile üretilen köpük filtrelerin filtrasyon verimleri bahsedilen diğer filtrelerden daha yüksektir. Hücresele filtreler sıvı akışını en iyi homojenleştiren özelliği ile diğer filtrelerden üstünlük gösterirken, köpük filtreler eleme verimleri açısından en iyi filtrelerdir. Filtrelerin filtrasyon amaçlı kullanımlarında bireysel avantaj ve dezavantajları Çizelge 2.1.'de özetlenmiştir [1].

Çizelge 2.1. Filtrelerin avantaj ve dezavantajları [1]

	Avantajları	Dezavantajları
Çekirdek Filtreler	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Daha ekonomiktir ve kullanımı kolaydır.</li> <li>• Erozyon problemi olmadığından metalleri kirletmezler.</li> <li>•Mukavemetleri yüksektir.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Gözenekliliği az, gözenek boyutu göreceli olarak büyük olduğundan eleme verimi düşüktür.</li> <li>•Sadece fiziksel bir eleme sağlarlar.</li> <li>•Belirli boyutlardaki safsızlıkları elediklerinden uygulama alanı sınırlıdır.</li> </ul>
Örgü Filtreler	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Yolluk sisteminde kullanımı kolaydır.</li> <li>•İstenen boyutlarda kesilebilir.</li> <li>•Köpük ve hücresele filtrelere oranla ekonomiktir.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Gözenekleri en büyük boyutlu filtreler olduklarından eleme verimleri düşüktür.</li> <li>•Distorsiyon problemleri nedeniyle ergime sıcaklığı düşük metaller için uygun olup, uygulama alanları sınırlıdır.</li> </ul>
Hücresele Filtreler	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Sabit hücre geometrileri nedeniyle güvenli, homojen ve türbülansız akış karakteristiklerine sahiptirler.</li> <li>•Distorsiyon problemleri yoktur.</li> <li>•Yüksek sıcaklık dayanımına ve kimyasal kararlılığa sahiptirler.</li> <li>•Gözeneklilikleri yüksektir.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Göreceli olarak pahalı olmaları nedeniyle az sayıda fakat yüksek kalitede parçaların dökümünde ekonomik olurlar.</li> <li>•Hücresele yapıları nedeniyle sıvı akışının başlatılması ve akışın sürekli kılınması zordur.</li> <li>•Eleme verimleri genelde köpük filtrelerden daha düşüktür.</li> </ul>
Köpük Filtreler	<ul style="list-style-type: none"> <li>•En yüksek gözeneklilik yüzdesine sahiptirler.</li> <li>•Üç boyutlu gözenek temasları nedeniyle sıvıların akışlarını dolambaçlı yaparak safsızlıkların elenme ortamlarını artırırlar.</li> <li>•Kimyasal ve derin yatak filtrasyon özelliğine sahip tek filtrelerdir.</li> <li>•Eleme verimi en yüksek filtrelerdir.</li> <li>•Düşük ısı kütle nedeniyle sıvı akışını başlatılabilirliği sağlamaktadırlar.</li> <li>•Üç boyutlu gözenekleri nedeniyle gaz kaçışına olanak tanırırlar.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Pahalıdır.</li> <li>•Keskin köşeleri, ince ağları dolayısıyla kırılıp ufalanma ve dolayısıyla eriyik kirletme potansiyelleri vardır.</li> <li>•Tıkalı gözenekleri veya filtrasyon sırasında gözeneklerin tıkanma riski nedeniyle, akış sürekliliği ve filtre ömrü bakımından olumsuzluklara neden olabilirler.</li> </ul>

## 2.1. Filtre Seçimi

Döküm uygulamalarında uygun filtrenin hangisi olacağına karar vermek arzulanan döküm kalitesi ile doğrudan ilişkilidir [3]. Çizelge 2.2’de çeşitli seramik filtrelerin kimyasal yapıları, fiziksel tanımları ve uygulama alanları verilmiştir.

Çizelge 2.2. Döküm amaçlı kullanılan seramik filtreler [7]

Filtre Malzemeleri	Kimyasal Yapı	Fiziksel Tanım	Uygulama Alanları
Çekirdek Filtreler	% 62 SiO <sub>2</sub> % 35 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Delik sayısı ve boyutları; % gözeneklilik	Küresel ve lamel grafitli dökme demirler
Refrakter Örgü Filtreler	SiO <sub>2</sub> fiber ve Cam elyaf Dokuma	Birim alandaki delik sayısı (kare şeklindeki delikler)	Genelde demirdışı alaşımlar, özel olarak da alüminyum döküm sanayi ve dökme demirler
Hüresel Filtreler	Müllit I Müllit II ZrO <sub>2</sub> spinel Alümina	Birim alandaki hücre sayısı (csi), kare, yuvarlak ve üçgen hücreler	Alüminyum ve hafif alaşımlar, demirdışı alaşımlar, dökme demir ve demir esaslı alaşımlar, yüksek ve düşük alaşımlı çelikler
Köpük Filtreler	Alümina Alümina bazlı PSZ ZTA SiC	Birim uzaklıktaki gözenek sayısı (ppi), % gözeneklilik	Alüminyum gibi nispeten düşük ergime sıcaklıklı metallere, çelik ve süper alaşımlar gibi yüksek ergime sıcaklıklı alaşımlara kadar geniş bir aralıktaki metalik malzemeler

Filtre seçiminde dikkate alınması gereken kriterler [3];

- Filtre türü,
- Filtre ve gözenek boyutları,
- Metalik sıvının akıcılığı,
- Metalik sıvının temizliği,
- Filtrasyondan beklenen verimdir.

Çizelge 2.3’de köpük filtrelerin yaygın uygulama alanları verilmektedir.

Çizelge 2.3. Köpük filtrelerin yaygın uygulama alanları [1]

Filtre Kompozisyonu	Maksimum Kullanım Sıcaklığı	Isıl Şok Dayanımı	Mekanik Dayanımı	Uygulama Alanları
Alümina (Kimyasal Bağlı)	1425 °C	İyi (< 815) Zayıf (> 815)	Zayıf	Alüminyum, bakır bazlı alaşımlar, çinko, düşük ergime sıcaklıklı pirinç, bronz ve kalay.
Alümina (Sinterlenmiş)	1090°C 1650°C (filtre ön ısıtması)	İyi (< 1090) Zayıf (> 1090)	Mükemmel	Alüminyum, nikel bazlı Al-Ni , kurşun ve magnezyum bazlı alaşımlar.
Zirkonya Alümina PSZ (Sinterlenmiş)	1700°C	Mükemmel	Mükemmel	Paslanmaz çelikler, nikel ve kobalt bazlı alaşımlar, süper alaşımlar ve magnezyum alaşımları.
SiC (Kimyasal Bağlı)	1590°C	Mükemmel	İyi	Dökme demirler, bakır bazlı alaşımlar.

Dökme demir eriyiklerinin filtrasyonunda kullanılacak olan filtrenin alüminyumun filtrasyonunda kullanılacak olan filtrelerden bazı farklılıklarının olması gerekir. Yüksek bir filtrasyon hızında çalışırken bu filtrelerin kalıp dolduruluncaya kadar yüksek sıcaklığa (1350-1500 °C) dayanması gerekir [8].

Filtre kesit alanı ve gözenek sayısı arttıkça filtrasyon verimi artmaktadır. Viskozitesi yüksek olan alaşımların filtreden geçirilmesi zordur. Yüksek ergime sıcaklıklarına sahip metallerin yüksek kalitede dökümü için, hücresel ve köpük filtrelerin kullanılması gerekmektedir [3].

Filtre seçiminde dikkat edilecek diğer önemli hususlar; filtrelerin öncelikle döküm başlangıcındaki ani sıcaklık farklarına dayanabilmesi, tüm döküm süreci boyunca şeklini koruyabilmesi, kalıp malzemesiyle genleşme uyumu içinde olmasıdır [3].

## 2.2. Filtrelerin Yerleřtirilmesi

Filtreler, temiz metal eriyiklerinin yolluklara aktarılmasını saęlamak amacıyla havřa ya da potalara yerleřtirildięi gibi, yolluk kesiti iinde eriyik akıřına dik, paralel ve belli aılarda yerleřtirilebilmektedir [3].

Yolluk sistemlerinin tasarımı ve filtre pozisyonları ok nemlidir. Metalik sıvıların akıř hızlarının yolluk sistemleri ile kontrol edilmesi bařarılı filtrasyon iin n gereksinimdir. Yolluk sistemlerinin tasarımında dikkat edilmesi gereken bir dięer husus, safsızlıkların filtre ile temasının olabildięince geciktirilmesidir. Bu sayede hem ikincil bir flotasyon olanaęı saęlanmış hem de filtre mr artırılmıř olmaktadır [3].

Filtre byklę iin genel kural; “ filtresiz eriyik akıř hızının % 90-95’ini saęlayabilecek filtre/yolluk (kesit alanı) oranının ” saęlanmasıdır. Bu kural, filtrenin tıka grevi grmeden filtrasyona olanak saęlaması aısından nemlidir [3].

Filtrelerin yerleřtirilmesinde dikkat edilecek nemli hususlar [3]:

Yksek verimde filtrasyon, filtrelerin kalıp bořluęuna olabildięince yakın yerleřtirildięi pozisyonda elde edilir. Filtrelerdeki bařarı genelde uygun yolluk tasarımları ile elde edilebileceęinden, kalıp bořluęundan uzakta yerleřtirilen bir filtre iin filtrasyon veriminden bahsederken, verimin filtreden mi yoksa uygun dizayn edilmiř yolluktan mı daha ok etkilendięini tespit etmek zordur.

Eriyik filtreyi by-pas edecek řekilde yerleřtirilmelidir. Bu amala yolluk sisteminde filtrelerin dıřarıya tařırıldıęı tasarımlar yapılmalıdır. Bu, aynı zamanda kpk filtrelerin  boyutlu aę yapısından dolayı gaz ıkıřına olanak tanır.

Eriyięin filtreden geiři srekli sıcak metalin saęlanması ve filtrenin ıslatılabilmesi ile mmkndr. Bu nedenle, likids-solids eęrileri

geniş, düşük akıcılığa sahip eriyiklerin, filtreden akışı için bazen filtre öncesi sıcak metal havuzları gerekebilmektedir.

Çekirdek filtreler, düşey yolluk tepe bölgelerinde kullanıldığında eriyik geçişi sırasında girdap oluşturdıklarından yüzeyde elenen safsızlıklar tekrar döküm içine emilmektedir. Bu filtreler düşey yolluk tabanlarında ya da özellikle teğet/açılı şekilde yatay yolluklara yerleştirilmelidir.

### **2.3. Köpük Filtrelerde Filtrasyon Süreci**

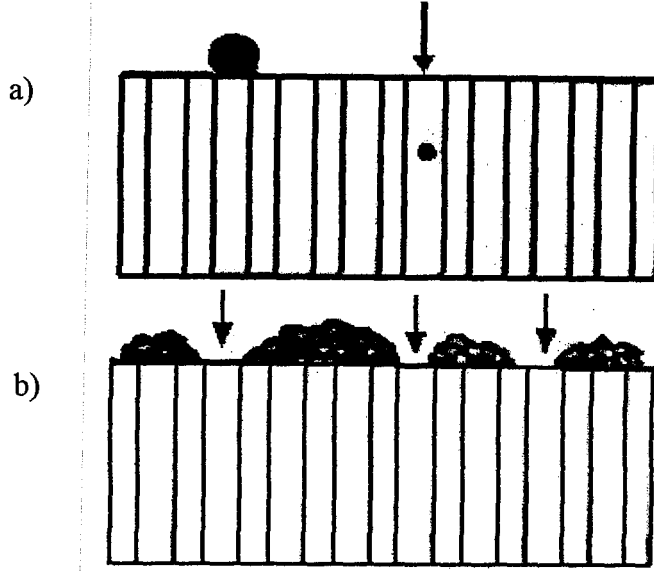
Köpük filtreleri diğer filtrelerden üstün kılan en önemli özellikleri yüksek filtrasyon verimleridir. Yüksek gözeneklilikleri, metalik sıvı kütlesini parçaladığından akışı nispeten kolaylaştırmakta, sıvının filtreden dolambaçlı akışı safsızlıkların elenme ortamını artırmaktadır [1].

Seramik filtreler sıvı yapısındaki safsızlıkları iki temel mekanizma ile gidermektedir. Bunlar fiziksel eleme ve derin yatak filtrasyonudur [1].

#### **2.3.1. Fiziksel eleme**

Filtre gözeneklerinden daha iri olan safsızlıklar, filtrenin temas yüzeylerinde fiziksel olarak süzülür. Filtrenin yüzeylerinde elenen safsızlıklar zamanla bir kek tabakası oluşturup ikincil bir filtre görevi görür. Her ne kadar bu kek tabakası daha küçük safsızlıkların elenmesinde bir avantaj olarak görünse de filtrasyon uygulamalarında bu kek tabakasının oluşumu istenmez. Oluşan kekler filtreden geçen sıvı miktarını azalttığından dolayı filtre ömrünü olumsuz yönde etkilemektedir [1].

Şekil 2.1. de fiziksel eleme mekanizmaları görülmektedir. Çekirdek, örgü ve hücrel filtreler fiziksel eleme mekanizmalı filtrelerdir [1].



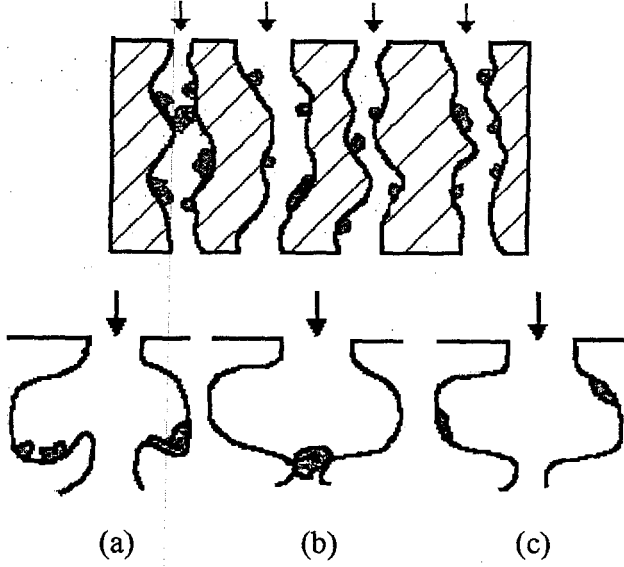
Şekil 2.1. Fiziksel eleme mekanizmaları a) fiziksel süzme b) kek filtrasyonu [1]

### 2.3.2. Derin yatak filtrasyonu

Filtre gözeneklerinden daha küçük safsızlıklar filtre medyası içinde çeşitli ortamlarda elenir. Bu tür küçük parçacıkların elenmesi için tek filtre alternatifi köpük filtrelerdir. Köpük filtrelerin dolambaçlı akış yollarında safsızlıklar, ani yön değişimlerini karşılayamaz ve filtre hücresi içinde sıvı ve parçacık hız dağılımları gibi etkenlerle filtrenin çatlak ve çukur bölgelerinde çökme ve yığılma, efektif gözenek aralıklarında sıkışma ve yüzey kuvvetleriyle yüzeye tutunma şeklinde elenir. Metalik sıvılar bu filtrelerin içinde akarken gözeneklerin birbirleriyle dolambaçlı ortamlarında sürekli yön değiştirerek ilerler. Sıvıların dolambaçlı akışları, safsızlıkların temas halinde olacağı filtre yüzey ve ortamlarını arttırmaktadır. Safsızlıklar filtrelerin dar ve çukur bölgelerinde fiziksel olarak süzülürken, diğer taraftan metalik olmayan safsızlıklar ısı ve yüzey enerjileri sayesinde sıvı tarafından ıslatılmayan yüzeylerde kimyasal etkilerle tutulur. Filtre yüzeylerine zayıf olarak tutunan bir kısım safsızlıklar, sıvının sürüklenme etkisiyle taşınırlar bile çok sayıdaki gözenek ortamında fiziksel olarak

elenmektedir. Köpük filtreler genellikle oksit yüzeylere sahip olduklarından, oksit safsızlıkların kimyasal tutunma ile (yüzey kuvvetleri ile) elenme oranı yüksektir [1].

Şekil 2.2.'de köpük filtrelerdeki filtrasyon mekanizmaları görülmektedir.

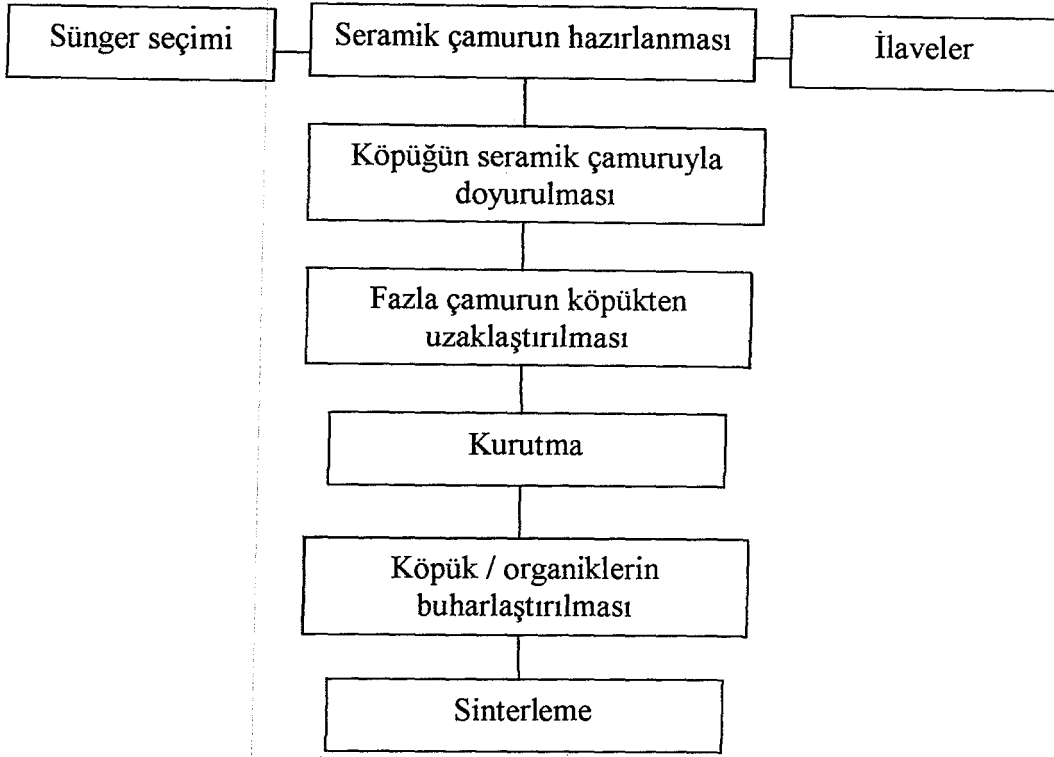


Şekil 2.2. Derin yatak filtrasyonu a) çatlak ve çukurlarda birikme, b) efektif aralıklarda sıkışma, c) yüzeyde kimyasal tutunma [1]

## 2.4. Köpük Filtre Üretimi

Gözenekli seramikler genelde iki tür teknik kullanılarak üretilmektedir. Birinci yöntemde polimerik bir sünger hazırlanan seramik çamuruyla doyurulur. Daha sonra bu polimerik sünger pişirilir. Polimerin yanması sonucunda gözenekli bir seramik yapı elde edilir. Polimerik sünger kullanarak filtre üretim yöntemi ile genelde açık hücreli (ağsı) yapılar üretilmektedir. İkinci yöntemde ise istenen seramik yapıyı oluşturacak olan bileşenleri de içeren reaktantlar kullanılarak oluşturulan gazdan köpük malzemesi üretilir. Polimer taşıyıcı altlık yakıldığında geride gözenekli bir yapı kalır. Bu yöntem hem açık hücreli (ağsı) hem de kapalı hücreli (köpük) yapıya sahip malzemelerin üretiminde kullanılmaktadır [9].

### 2.4.1. Polimerik Sünger Metodu



Şekil 2.3. Polimerik sünger metodunun basamakları [9]

#### 2.4.1.1. Polimerik süngerin seçimi

Ağsı seramik üretiminde kullanılacak çok çeşitli sünger malzemeleri vardır. Sünger malzemesinin gözenek boyutu sinterleme sonrasında ürünün gözenek boyutunu belirlemektedir. Genelde gözenek boyutları 2-25 gözenek/cm (doğrusal) aralığında değişmektedir. Süngerin sıcak preslenmesiyle hücre yoğunlukları artırılabilir. Dikkat edilmesi gereken bir diğer husus da süngerin esnekliği ya da istenen şekli alabilme kabiliyetidir [9].

Filtrelerin gözeneklilikleri üç boyutlu ve çeşitli yönelimlerle birbirine bağlı şekilde sürekli bir dizin oluştururlar. Gözenekler, yuvarlak polihedral hücreler halindedir. Filtredeki gözeneklilik inç ya da cm uzaklıktaki gözenek sayısı ile tanımlanır [10].

Seramik malzeme için gerekli olan sinterleme sıcaklığının altında bir sıcaklıkta sünger malzemesinin yanması sağlanabilir. Bu özellikleri taşımakta

olan köpük malzemelerinden bazıları poliüretan, selüloz, polivinil klorit, polisitrin ve latekstir. Poliüretan oldukça düşük bir yumuşama sıcaklığına sahiptir ve bu özelliği dolayısıyla da kullanımı yaygındır. Seramik çamur ile doyurulmuş köpük malzemesi, süngerin yanmasını sağlamak amacıyla ısıtıldığında poliüretan köpük hızlı bir şekilde yumuşar ve yanar. Böylece sinterlenmemiş olan yapıya zarar verebilecek olan termal gerilmeler de hafifletilmiş olur [9].

Rojas ve arkadaşlarının [2] açık gözenekli yapıya sahip SiC köpük üretimi ile ilgili olarak gerçekleştirdikleri çalışmada altlık malzemesi olarak poliüretan köpük (PUF) (Faval Şirketi) kullanılmıştır. PUF'un hücre boyutu 5 ile 50 ppi arasında değişmektedir. Termal bozunma bölgesini belirlemek amacıyla PUF'un termal analizi yapılmıştır. Malzemenin havada üç basamakta bozunduğu ve piroliz işleminin tam olarak 600 °C'de tamamlandığı belirlenmiştir [2].

Genelde kullanılan polimerik süngerlerin genişliği 10 ile 100 cm, kalınlığı ise 1 ile 10 cm arasında değişebilmekte ve polimerik süngerlere istenen şekil sonradan verilebilmektedir [9].

#### **2.4.1.2. Seramik çamurun hazırlanması**

Seramik çamur seramik malzemeler, su ve ilaveler kullanılarak hazırlanmaktadır. Hazırlanmak istenen ürünün özelliklerine bağlı olarak kullanılacak olan seramik malzemeler seçilmektedir. Örneğin metal filtrasyonunda kullanılacak olan filtrelerin üretiminde kullanılacak seramik malzemelerin metalin kimyasal etkilerine karşı dirençli olması ve yüksek sıcaklık mukavemeti göstermesi gerekmektedir. Bu amaçla demir metalinin filtrasyonu için silisyum karbür tercih edilmektedir. Zirkon oksit, müllit, talk, silisyum dioksit, alümina, magnezyum oksit, titanyum dioksit ve kalsine killer bir dizi farklı uygulama alanı için ağısı yapı üretiminde kullanılmakta olan diğer seramik malzemelerdir. Seramik çamurunda genel olarak oksitler, borürler, nitrürler, karbürler, silisitler veya mineraller kullanılabilir [9].

Kullanılmakta olan seramik malzemelerin tane boyutu 10 µm'den küçüktür. Bununla beraber 45 µm'nin altındaki tozlar da kullanılmaktadır. Çamurda taşıyıcı

olarak genellikle su kullanılmaktadır. Kullanılmakta olan suyun miktarı % 10 ile % 40 arasında değişmektedir [9].

#### **Bağlayıcı :**

Kullanılan bağlayıcı kuruma sonrasında yapıya mukavemet kazandırır ve süngerin buharlaşması sırasında topaklanmanın meydana gelmesini önler. Genelde kullanılmakta olan bağlayıcılar potasyum ya da sodyum silikat, alüminyum ortofosfat ve magnezyum ortoborattır. Bu bağlayıcıların çoğu 1960'larda ve 1970'lerde geliştirilmiştir. Ağsı seramik proseslerle ilgili olarak yapılmış olan çalışmalar beraberinde bağlayıcı sistemlerinin geliştirilmesini getirmiştir. Ergiyik metal filtrasyonu için hazırlanan ağsı seramiklerde fosfat bağlayıcılarla ilgili olarak karşılaşılmakta olan en önemli sorunlardan biri kimyasal etkilere karşı duyarlı olan kalıntı fosfat varlığıdır [9]. Fosfat bağlayıcıların kullanılmasının en önemli sakıncalarından biri de filtrasyon sıcaklığında çevreye zararlı etkisi olan fosfor pentaoksit oluşturmasıdır [11].

Brockmeyer [12] patentinde ergimiş alüminyumun filtrasyonunda kullanılmakta olan ağsı alümina üretiminde bir jel alümina hidrate bağlayıcının kullanımı anlatılmaktadır. Bu bağlayıcı kullanılarak elde edilen yapı kimyasal etkilere karşı fosfat bağlayıcı kullanılarak elde edilen yapıdan daha karardır. Ayrıca bu bağlayıcı ağsı seramiğin yaş mukavemetini de arttırmaktadır [12].

1989 tarihli Brockmeyer ve arkadaşlarının [13] patentinde demirli metallerin filtrasyonu için hazırlanan ağsı silisyum karbürü bağlayıcı olarak koloidal silika katıldığı anlatılmaktadır. Bağlayıcılık ve tiksotropik özellik kazandırmakta olan koloidal silika % 10-50 oranında su içerir ve tane boyutunun 1 µm'den küçük olması istenir. Demir ergiyiği fosfat bağlayıcılara göre koloidal silika bağlayıcıdan kaynaklanan kalıntı safsızlıklara karşı daha az duyarlıdır. Ayrıca kullanılan koloidal silika bağlayıcının seramik filtrenin demir eriyiğince ıslatılmasını kolaylaştırdığı belirlenmiştir.

#### **Reolojik ilaveler :**

Seramik çamurunun tiksotropik özellik göstermesi istenir [9,18,19]. Polimerik sünger malzemesi seramik çamuruyla doyurulduğunda seramik çamurun süngerin boşluklarını doldurmak ve ağsı iç yüzeyini homojen bir şekilde kaplamak için belli bir akıcılığa sahip olması gerekir. Bunun ardından hemen

çamurun statik koşullar altında sünger içinde kalabilmesi için tekrar yeterli bir vizkozite kazanması gerekmektedir. Tikotropik özelliği geliştirmek için bentonit veya kaolin gibi reolojik özellikleri etkileyen bazı ilavelerin yapılması gerekmektedir [17]. Bu ilavelerin miktarı toplam çamur miktarının % 0,1'i ile % 12'si arasında değişmektedir [9]. 1982 tarihli Brockmeyer [14] patentinde ağsı alüminada ağırlıkça % 1 ile % 3 arasında değişen oranlarda montmorillonit kullanımından bahsedilmektedir. Brockmeyer [14] ağsı alümina için tiksotropiyi geliştirmenin yanısıra oluşan alümina yapısının mukavemetini de arttırdığından dolayı bentonit yerine montmorillonitin tercih edilmesinin daha yararlı olduğunu açıklamaktadır.

#### **Köpük önleyiciler :**

Çamurun köpüklenmesini önlemek amacıyla köpük önleyiciler kullanılmaktadır. 1975 tarihli Ravault patentinde [15] köpük önleyici ilavelerin kullanımıyla yapıda köprü ya da pencere oluşturma eğiliminin azaltıldığı anlatılmaktadır. Bu kapalı yapı elde edilen ürünün geçirgenliğinin düşmesine neden olur. Ravault [15] köprü ya da pencere oluşturma eğilimini önlemek için ağırlıkça % 0,1 oranında silisyum veya düşük moleküler ağırlığa sahip alkol kullanılmasının faydalı olacağını anlatmaktadır.

#### **Flokülant ilaveleri :**

Çamurun sünger malzemesine yapışmasını arttırmak amacıyla flokülasyon sağlayıcı ilaveler kullanılabilir [9]. Ravault'nun patentinde [16] seramik tanelerinin bölgesel olarak flokülasyonunu geliştirmek amacıyla ağırlıkça % 0,005'den % 1'e değişen oranlarda poli(etilenamin) kullanılmaktadır.

#### **Air-setting agents :**

Air-setting agents seramik çamurun katılaşmasına ya da pişirim öncesinde seramik çamurunun bağlanmasına yardımcı olmak amacıyla kullanılmaktadır. Yaygın olarak kullanılmakta olan katılaştırma ilavesi ağırlıkça % 2,5 ile % 25 arasında değişen oranlarda kullanılmakta olan alüminyum ortofosfattır [14]. Bunun yanısıra magnezyum ortoborat ve alüminyum hidroksiklorit de kullanılabilir [9].

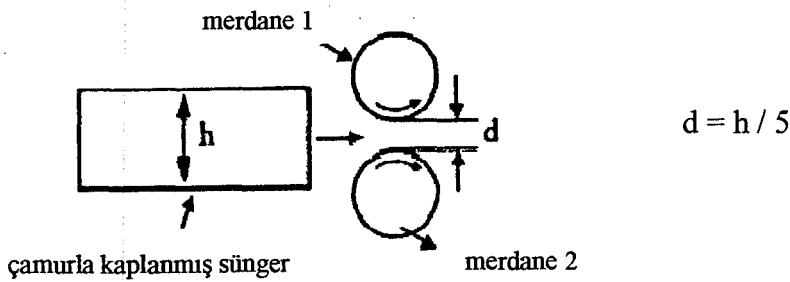
#### 2.4.1.4. Süngerin çamura daldırılması

Polimerik sünger seçilip seramik çamur hazırlandıktan sonraki aşama polimerik sünger malzemesinin çamurla doyurulması aşamasıdır. Genel olarak içindeki havayı uzaklaştırmak için süngere bir basınç uygulanır, sünger çamura daldırılır, daha sonra genişmesine müsaade edilir. Çamur, süngerin açık hücrelerine infiltre olur. Bu noktada istenen yoğunluğa ulaşabilmek için basma/genleşme basamağı tekrarlanabilir [9]. Yarwood ve arkadaşlarınca [17] hazırlanmış olan patentte süngere basma kuvveti uygulamak için mekanik bir pompa kullanılabileceği anlatılmaktadır.

#### 2.4.1.5. Fazla çamurun süngerden uzaklaştırılması

Köpük malzemesine çamur infiltre edildikten sonraki aşama süngerin içindeki çamurun % 25 ile % 75 arasında değişen miktarını süngerden uzaklaştırmaktır. Bu amaçla kullanılmakta olan teknikler çamurla doyurulmuş olan süngerin tahtadan levhalar arasında sıkıştırılmasından daha gelişmiş yöntemlerden olan santrifüj veya preset merdanelerden geçirme yöntemlerine kadar değişiklik göstermektedir. Bu aşamada sünger hala daha esnek bir yapıda olduğundan dolayı şekillendirilebilmektedir. Burada verilen şekil sinterleme işlemi gerçekleştirilinceye kadar korunmalıdır [9].

Zhu ve ark. [18] fazla çamuru yapıdan uzaklaştırmak için süngeri merdanelerin arasından geçirmiştir (Şekil 2.3).



Şekil 2.3. Preset merdaneler ile fazla çamurun uzaklaştırılması [19]

Merdanelerin arasındaki mesafenin sünger kalınlığının % 20'si olması gerektiği ve süngeri merdanelerin arasından iki kez geçirmenin optimum olduğu saptanmıştır [18].

#### **2.4.1.6. Kurutma**

Fazla çamur yapıdan uzaklaştırıldıktan sonra seramik partiküllerinin sünger üzerine çökmesini sağlamak amacıyla kurutma işlemi yapılması gerekir. Kurutma işlemi havada, bir fırında ya da mikrodalga ile gerçekleştirilebilir. Eğer kurutma havada yapılırsa kurutma süresi 8 ile 24 saat arasında değişir. Kurutma işlemi fırında yapılacak olursa fırın sıcaklığına bağlı olarak kurutma süresi de değişir [9].

Azumi [11] silisyum karbür/alümina esaslı köpük filtrelerin 180-190 °C'de 1 saat kurutulduğunu belirtmektedir.

#### **2.4.1.7. Polimerik süngerin yakılması**

Kurutulmuş olan ağsı yapı hava ortamında 350 ile 800 °C aralığında değişen bir sıcaklığa ısıtılır. Seçilen sıcaklığa bağlı olarak 15 dakikadan 6 saate değişen bir süre bu sıcaklıkta beklenerek çamur içerisinde bulunan organiklerin uzaklaşması ve polimerik süngerin buharlaşması sağlanır. Bazı durumlarda bu işlemin inert bir atmosfer altında gerçekleştirilmesi tercih edilmektedir. Bu işlem için seçilecek olan sıcaklık kullanılmakta olan polimerik süngerin bozunum sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir. Bu basamakta ısıtma hızının düşük olması ve kontrollü bir ısıtmanın yapılması gerekmektedir. Isıtma hızının yüksek olması durumunda süngerdeki ani ağırlık kaybı sonucunda yapıda çökmeler meydana gelir. Bu basamak sinterleme işlemiyle birleştirilebilir ancak genelde kurutma ve sinterleme işlemlerinin ayrı ayrı yapılması durumunda daha iyi bir ağsı yapı kontrolü sağlamak mümkün olmaktadır [9].

#### 2.4.1.8. Seramiğin sinterlenmesi

Son basamak seramik ağı sinterlenmesidir. Bu basamakta ağı seramik yapının korunabilmesi için ısıtma işleminin kontrollü olarak yapılması gerekmektedir. Sinterleme sıcaklığı 1000° ile 1700 °C aralığında değişir. Seçilecek olan sinterleme sıcaklığı, sinterleme süresi, fırın atmosferi, başlangıç malzemelerinin türüne ve elde edilmek istenen özelliklerin neler olduğuna bağlı olarak değişiklik göstermektedir [9]. Azumi [11] silisyum karbür/alümina esaslı filtrelerin en az 1150 °C'de, tercihen 1200-1300 °C'lerde sinterlendiğini belirtmektedir.

#### 2.4.2. Mukavemet

Gözenekli seramikler özellikle de polimerik sünger metoduyla üretilen seramikler ağı yapıları ve yüksek gözeneklilikleri dolayısıyla düşük mukavemete sahiptir. Polimerik sünger metoduyla üretim yapılırken organik sünger yandıktan sonra geriye çok ince duvarlı ağı bir seramik yapı kalır ki bu yapı, üzerinde çeşitli işlemlerin gerçekleştirilmesine ya da üzerine bir yük gelmesine dayanabilecek durumda değildir. Filtrasyon uygulamaları için malzemenin yeterli ve güvenilir bir mukavemet özelliğine sahip olması çok büyük önem taşımaktadır. Ayrıca bu uygulamalarda kullanılan ağı seramik yapı ısı şoklara, yüksek sıcaklığa, korozif etkiye sahip sıcak metal ya da gazlara dayanıklı olmalıdır [9].

##### 2.4.2.1. Fiberler

Mukavemeti arttırmak için başvurulan en bildik yöntemlerden biri yapının fiber ilavesiyle takviye edilmesidir. Fiberler hem polimerik sünger hem de köpük yönteminde kullanılabilir. Genelde fiberler seramik çamuruna ya da kimyasal karışıma ilave edilir ve bunlar sistemde kimyasal olarak ya da mekanik olarak dağıtılır [9].

Washbourne patentinde [20] lityum-alüminyum-silikat ağı seramiğinde alüminasilikat fiberlerinin kullanımını anlatmaktadır. Washbourne ağı seramik

yapıda inç başına 10 gözenek olduğu durumda boyu 1 mm'den küçük olan fiberlerin kullanılmasını önermektedir. Fiberler bir dört bileşenli bir amonyak bileşiği kullanılarak veya düşük moleküler ağırlığa sahip poli(akrilik) asit kullanılarak sistemde dağıtılır. Bu dağıtma işleminden sonra yüksek hızda bir karıştırma işlemi yapılır. Baz ilave edilmesiyle çözelti jelleşir ve karıştırma işlemi yapıldıktan sonra fiberler tam olarak dağıtılmış olarak sistemde tutulur. Polimerik bir süngerli fiber içeren bir çamurla doyumak oldukça zordur. Bu nedenle, bu işlem için infiltrasyon esnasında vakum uygulanması ya da çamurun süngerin içine püskürtülmesi gerekmektedir.

Blome patentinde [21] alümina-krom ağısı seramiğinin mukavemetini iyileştirmek için alüminasilikat fiberlerin ilave edildiğini belirtmektedir. % 5 fiber ilavesi yapıldığında basma mukavemeti 2 MPa iken fiber ilave edilmediği durumda basma mukavemeti 1 Mpa'dır. Brockmeyer patentinde [14] de alüminasilikat fiberlerin kullanımı anlatılmaktadır. Bu patente seramik çamuruna alüminasilikat fiberler % 1 ile % 3 oranında değişen miktarlarda polimerik sünger seramik çamuruyla doyurulmadan önce katılmaktadır. Hargus ve arkadaşları [22] patentlerinde aynı amaçla cam yünü, karbon, grafit, zirkonya, silisyum karbür, alümina veya alüminasilikat fiberlerin mukavemeti arttırmak için sisteme katıldıklarını belirtmektedirler.

Wu ve Messing [23] tarafından yapılan çalışmada köpük yöntemiyle hazırlanan silika yapıların mukavemet ve tokluk değerlerini arttırmak amacıyla sisteme silisyum karbür viskerler ilave edilmiştir. Viskerler silika solüne ilave edilmiş ve 8 saat öğütme yapılarak sistemde dağılmaları sağlanmıştır. Wu ve Messing [23] hacimce % 20 oranında silisyum karbür visker ilavesinin yalnızca seramik matrisin mukavemetini arttırmakla kalmadığını aynı zamanda da kuruma esnasında meydana gelen çatlamları ve büzölmeleri azalttığını bulmuştur.

#### **2.4.2.2. Mukavemet artırıcı işlemler**

Gözenekli seramiklerin mukavemetini arttırmak için fiber ilave etmenin dışında da çeşitli yöntemler bulunmaktadır [9].

Yanma öncesinde bir ilave kullanılarak polimerik sünger kısmi olarak uzaklaştırılabilmekte ve hacimce polimer miktarı azaldıkça seramiğin paketlenme davranışı iyileşmektedir. Sinterleme sonrasında yapının mukavemeti artmaktadır. Bu amaçla kullanılan ve köpükle tepkimeye giren ilavelere örnek olarak monoetilen glikol, sterik asit, oleik asit ve monoetanolamin verilebilir [24].

Mukavemeti arttırmak amacıyla süngeri seramik çamuruyla doyurmadan önce çok çeşitli işlemlerin yapılması mümkündür. Polimer süngere bir yapıştırıcı püskürtülerek seramik çamuruna da organik fiberler ilave edilebilir. Yapıştırıcı, süngerin çamur tarafından ıslatılmasına yardımcı olurken organik fiberler, çamur içindeki seramik partiküllerin floküle olmasını sağlamaktadır. Bu işlemler sonucunda daha kalın ve polimerik süngeri daha homojen bir şekilde kaplayan bir seramik yapı elde edilmektedir. Bunun pekçok avantajı olabilir. Bunlardan en önemlisi de elde edilen ağısı seramiğin mukavemetinin artmasıdır [22].

### 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

#### 3.1. Materyal

##### 3.1.1. Kullanılan Tozlar

###### 3.1.1.1. Çizelge 3.1'de belirtilen filtrelerde kullanılan tozlar

Bu tez çalışmasında  $\alpha$ -SiC (ortalama tane boyutu 2  $\mu\text{m}$ ),  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$  (tane boyutu 10  $\mu\text{m}$ ), tozları kullanılmıştır.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tozu ortalama tane boyutunun istenen değer olan 100  $\mu\text{m}$ 'nin altına indirilmesi amacıyla kuru öğütme ile 10 dakika öğütülmüştür. Bu toz çizelge 4.1.'de verilen, 1 ve 2 numaralı kompozisyonlarda kullanılmıştır. 3 numaralı kompozisyonda kullanılan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tozu ise tane boyutlarını 1 saat eksenele değirmende sulu öğütmeye tabi tutulmuştur. Her iki öğütme sonucunda  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tozunun tane boyut analizi lazer difraksiyonu prensibi ile çalışan Mastersizer 2000 G marka Tane Boyut Dağılımı cihazı ile ölçülmüştür.

###### 3.1.1.2. Koloidal silika içeren filtrelerde (Çizelge 3.2) kullanılan tozlar

Koloidal silika içeren filtrelerde ortalama tane boyutu 2  $\mu\text{m}$  olan  $\alpha$ -SiC tozu ve tane boyutu < 1  $\mu\text{m}$  olan  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  tozları kullanılmıştır. Ağırlıkça % 30 (ortalama tane boyutu 0,01  $\mu\text{m}$ ) silika ve ağırlıkça % 50 (ortalama tane boyutu 0,02  $\mu\text{m}$ ) silika içeren koloidal silikalar kullanılmıştır.

##### 3.1.2. Kullanılan Deflokülan ve İlaveler

Deflokülan olarak özellikle SiC ve  $\text{Al}_2\text{O}_3$  içeren sistemlerde tercih edilen Darvan-7S kullanılmıştır.

Çamura tiksotropik özellik kazandırmak amacıyla bentonit, plastiklik ve bağlayıcılık kazandırmak amacıyla poli(etilen glikol) (peg) ve bağlayıcı olarak Rikabond ilavesi yapılmıştır.

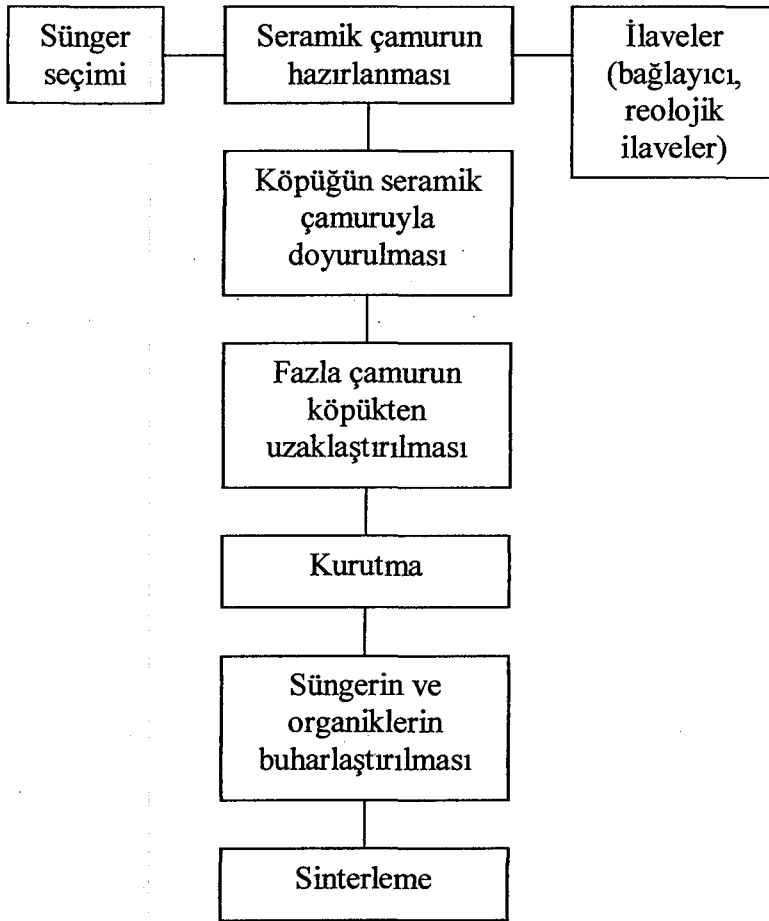
Koloidal silika içeren numunelerde ise çamur kompozisyonuna bentonit ve peg ilave edilmiş, koloidal silikanın bağlayıcı etkisinden dolayı rikabond kullanılmamıştır.

### 3.1.3. Polimerik Sünger

Kullanılan sünger malzemesi poli(üretan) olup gözenekliliği 10-20 gözenek/inch'dir. 2,5 x 2,5 x 2 cm boyutlarındaki süngerler kullanılmıştır. Süngerin termogravimetrik (TG) analizi yapılmış, analiz sonucuna göre düşük ısıtma hızları ile sünger yakılarak uzaklaştırılmıştır.

### 3.2. Yöntem

Bu çalışmada; seramik köpük filtre üretiminde polimerik sünger yöntemi kullanılmıştır.



Şekil 3.1. Polimerik sünger yönteminin basamakları [9]

Koloidal silika içermeyen filtreler (Çizelge 3.1) için üç ayrı kompozisyonda silika miktarı sabit tutulmak üzere silisyum karbür, alümina miktarları, ilave malzeme miktarları değiştirilerek ürün üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Bağlayıcı ve reolojik ilaveler çamurun içerdiği toz miktarı üzerinden hesaplanarak eklenmiştir.

Çizelge 3.1. Deney parametreleri

Kompozisyon	Numune	İlaveler	Sinterleme sıcaklığı
% 60 SiC % 30 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % 10 SiO <sub>2</sub>	1 <sub>A</sub> <sup>s</sup>	% 2 Bentonit	#
	1 <sub>B</sub>	% 3 PEG	#
	1 <sub>C</sub>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG	1150 °C, 1 saat
			1300 °C, 1 saat
1 <sub>D</sub>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG, % 5 Rikabond	1300 °C, 1 saat	
% 66 SiC % 24 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % 10 SiO <sub>2</sub>	2 <sub>A</sub>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG, % 5 Rikabond	1350 °C, 1 saat
	2 <sub>B</sub>	% 2 Bentonit, % 3 PEG, % 5 Rikabond	1350 °C, 1 saat
% 75 SiC % 15 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % 10 SiO <sub>2</sub>	3 <sub>A</sub>	% 1,5 Bentonit, % 3 peg, % 5 Rikabond	1350 °C, 1 saat
	3 <sub>B</sub>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG, % 8 Rikabond	1350 °C, 1 saat

1<sub>A</sub><sup>s</sup>: Katı içeriği hacimce % 35, diğer kompozisyonlardaki katı oranı % 40

# : Numuneler süngerin uzaklaştırılmasından sonra çökmüştür.

Koloidal silika içeren filtreler (Çizelge 3.2) için silika miktarı, sinterleme sıcaklığı ve bentonit miktarı değiştirilerek ürün üzerindeki etkileri araştırılmıştır.

Çizelge 3.2. Koloidal silika içeren filtreler için deney parametreleri

Kompozisyon	Numune	İlaveler	Sinterleme sıcaklığı
% 66 SiC % 24 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % 10 SiO <sub>2</sub>	4 <sub>A</sub>	% 2 Bentonit, % 3 PEG	1350 °C, 1 saat
			1400 °C 1 saat
	4 <sub>B</sub> <sup>#</sup>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG	1400 °C, 1 saat
% 66 SiC % 19 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % 15 SiO <sub>2</sub>	5 <sub>A</sub>	% 2 Bentonit, % 3 peg	1350 °C, 1 saat
			1400 °C 1 saat
	5 <sub>B</sub> <sup>#</sup>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG	1400 °C, 1 saat

# : Çamurun hacimce katı oranı % 45'dir (diğerlerinde % 40).

### 3.2.1. Seramik Çamur Hazırlama

#### 3.2.1.1. Deflokülan çözeltisinin hazırlanması

Kullanılacak toz miktarı üzerinden ağırlıkça % 0,2 deflokülan içeren çamurlar için katı oranı sabit kalmak üzere su-deflokülan çözeltisinin içerdiği deflokülan miktarı da sabittir. Örnek olarak hacimce % 40 katı içeren çamur için hazırlanacak çözelti % 0,44 deflokülan, bu çözelti ile hazırlanan çamur ise toz miktarı üzerinden % 0,2 deflokülan içermektedir.

Saf su içerisine gerekli miktardaki Darvan-7S ilave edilip 15 dk manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır.

### 3.2.1.2. pH ayarları

Kullanılan deflokülantın en iyi toz dağılımını sağladığı pH değeri 9 olduğundan dolayı deflokülant çözeltisinin pH'ı Merck marka pH kağıdı ile ölçülmüş ve çamurun pH'ının 9 olması için çözeltiliye NaOH ilavesi yapılmıştır. Her kompozisyon için hazırlanan çamur numunelerinin pH'ı değerleri aynı metot ile belirlenmiştir.

### 3.2.1.3. Tozların ilave edilmesi ve karıştırma

#### Koloidal silika içermeyen filtreler (Çizelge 3.1):

pH ayarı yapılmış deflokülant çözeltisinden tartılarak içerisine sırasıyla silika, alümina ve silisyum karbür cam aparatla karıştırılarak ilave edilmiştir. Çamur Fritsch marka Eksenel Değirmene boşaltılmış ve içerisine toplam toz miktarının 1,8 katı zirkonya bilya ilave edilmiştir. Çamur, ısınma probleminden dolayı, eksenel değirmende 15 dk çalıştırılıp 15 dk dinlendirilerek toplam 150 dk karıştırılmıştır.

Çizelge 4.1.'de verilen 1<sub>A</sub> kodlu numune dışındaki tüm çamurlar hacimce % 40 katı oranındadır. 1<sub>A</sub><sup>S</sup> kodlu % 40 katı içeren çamur için katı miktarı üzerinden % 2 bentonit iki kademeli olarak ilave edilmiştir. Karıştırma sonucunda çamurun viskozitesinin şekillendirme prosesinin uygulanamayacağı kadar yükseldiği gözlemlendiğinden katı oranı % 35'e düşürülmüştür.

1<sub>A</sub> ve 1<sub>B</sub> kodlu numunelere, çamur 90 dk karıştırıldıktan sonra bentonit veya peg ilavesi yapılmış ardından çamur 60 dk daha karıştırılmıştır. 1<sub>C</sub> kodlu numuneye bentonitin homojen karışmaması dolayısıyla değirmen çalıştırılmadan önce bentonit ilavesi yapılmış, çamur değirmende 90 dk karıştırılmış daha sonra peg ilavesi yapılarak 60 dk daha değirmen çalıştırılmıştır.

1<sub>D</sub>, 2<sub>A</sub>, 2<sub>B</sub>, 3<sub>A</sub>, 3<sub>B</sub> kodlu numunelerde ise çamur bentonitle birlikte 90 dk, peg ilavesinden sonra 30 dk ve rikabond ilavesinden sonra 30 dk karıştırılmıştır.

Çamurların reolojik ölçümleri viskozimetrenin okuyabileceği en yüksek değerden (30.000 poise'den) yüksek olduğundan reolojik ölçümler yapılamamıştır.

### **Koloidal silika içeren filtreler (Çizelge 3.2):**

Çamurun hacimce katı oranının sağlanabilmesi için koloidal silikanın içerdiği silikanın yoğunluk hesabı karışımlar kuramından hareketle hesaplanmıştır. Kompozisyonun içerdiği silika miktarını karşılayacak miktarda koloidal silika ve toz miktarının ağırlıkça % 0,2 katı deflokülant içeren deflokülant su çözeltisi cam bir aparatla karıştırılmıştır.

İçerisine alumina tozu ardından silisyum karbür tozu cam aparatla karıştırılarak ilave edilmiştir. Bentonit ilavesinden sonra çamur değirmene yüklenmiş ve 90 dk 300 devir/dk hızla karıştırılmış ardından çamura peg ilave edilmiştir. 60 dk daha değirmen (ısınma problemi dolayısı ile 15 dk çalıştırılıp 15 dk dinlendirilerek) çalıştırılmıştır.

Çizelge 3.2’de verilen 4<sub>B</sub> ve 5<sub>B</sub> kodlu çamurlarda kompozisyonun içerdiği katı oranı hacimce % 40’dan % 45’e çıkarıldığında yüksek viskozite dolayısıyla yapılan ilave bentonit miktarı azaltılmıştır (% 2’den % 1,5’e).

Çamurların reolojik ölçümleri viskozimetrenin okuyabileceği en yüksek değerden (30.000 poise’den) yüksek olduğundan reolojik ölçümler yapılamamıştır.

#### **3.2.2. Süngerin çamura daldırılması ve fazla çamurun uzaklaştırılması**

Değirmenden alınan çamura polimerik sünger daldırılmış, süngere çamur içindeyken basma uygulanıp genleşmesine müsaade edilmiş, bu basamak üç kez tekrar edilerek süngerin tamamen çamurla kaplanması sağlanmıştır. Çamurdan çıkarılan sünger iki paralel levha arasında, basınç uygulanarak kalınlığının 1/5’ i kadar sıkıştırılmıştır [19]. Bu basamak iki kez tekrar edilerek kapalı gözeneklerin açılması sağlanmıştır [18].

Polimerik süngerlerin çamurla kaplama (emdirme) öncesinde ve sonrasında (yaş) ağırlıkları belirlenmiş ve polimerik süngerde biriken çamur miktarı aşağıdaki eşitlik kullanılarak tespit edilmiştir.

$$\% \text{Kaplama} = (\text{Son ağırlık} - \text{İlk ağırlık}) / \text{İlk ağırlık} \quad [25] \quad (3.1)$$

Birinci emdirmeden sonra polimerik süngerde biriken çamur miktarını artırabilmek için; emdirme işlemi sulandırılan çamurun kuru numuneden geçirilmesi ve hava üflenerek fazla çamurun uzaklaştırılması ile numunelere yeniden emdirme işlemleri uygulanmıştır. Emdirme-kurutma işlemlerinin sonucunda süngerde biriken toz miktarı Eşitlik 3.1.' den hareketle hesaplanmıştır.

### **3.2.3 Kurutma ve Süngerin Uzaklaştırılması**

Numuneler oda sıcaklığında 1 saat ve 110 °C'lik etüvde 12 saat kurutulmuştur.

Polimerik süngerin termogravimetrik analizine göre belirlenen kontrollü bir ısı işlem uygulanarak numunelerdeki süngerin uzaklaştırılması amaçlanmıştır. Süngerin ve organiklerin uzaklaştırılması için Reta marka laboratuvar tipi fırın kullanılarak 650 °C'ye çıkılmıştır. İşlem sonucunda numunelerdeki ağırlık kaybı belirlenerek işlemin başarılı olduğu tespit edilmiştir.

### **3.2.4. Sinterleme**

Sinterleme laboratuvar tipi Carbolite marka tüp fırında, argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir. 10 °C/dk hızla sinterleme sıcaklığına çıkılmış, bu sıcaklıkta 1 saat beklenmiş ve 10 °C/dk hızla 25 °C'ye inilmiştir.

1400 °C'de yapılan sinterlemelerde ise ısıtma ve soğutma hızı 5 °C/dk'dır.

### **3.2.5. Taramalı elektron mikroskopuyla mikroyapı tayini**

Parlatılan numuneler vakum ortamında altın ile kaplanmış daha sonra iletken bir bant ile numune tutucuya yapıştırılmıştır.

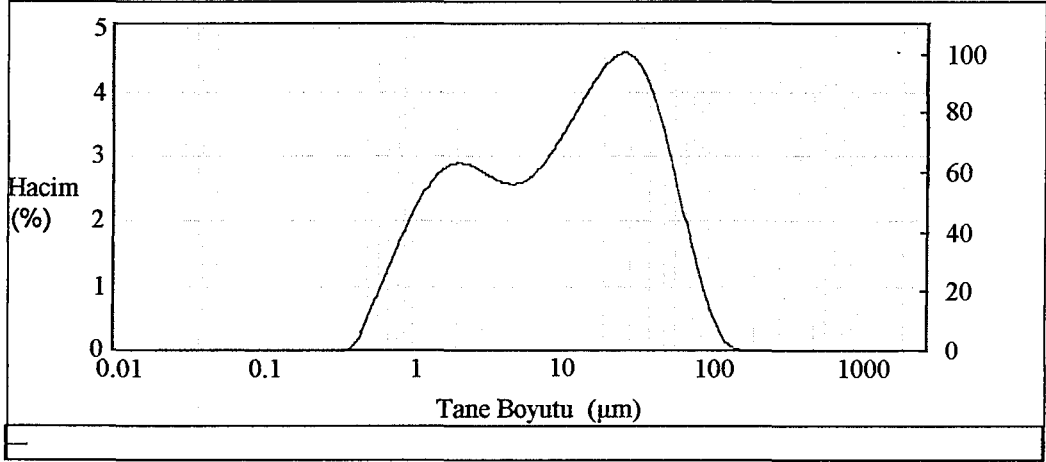
Mikroyapısal analizler Camscan S4 serisi taramalı elektron mikroskopu (SEM) kullanılarak yapılmıştır. Mikroyapı görüntüleri ikincil elektron ve geri yansıyan elektronlarla görüntüleme yöntemleri ile elde edilmiştir.

### **3.2.6. X Işınları Difraktometresi ile Karakterizasyon**

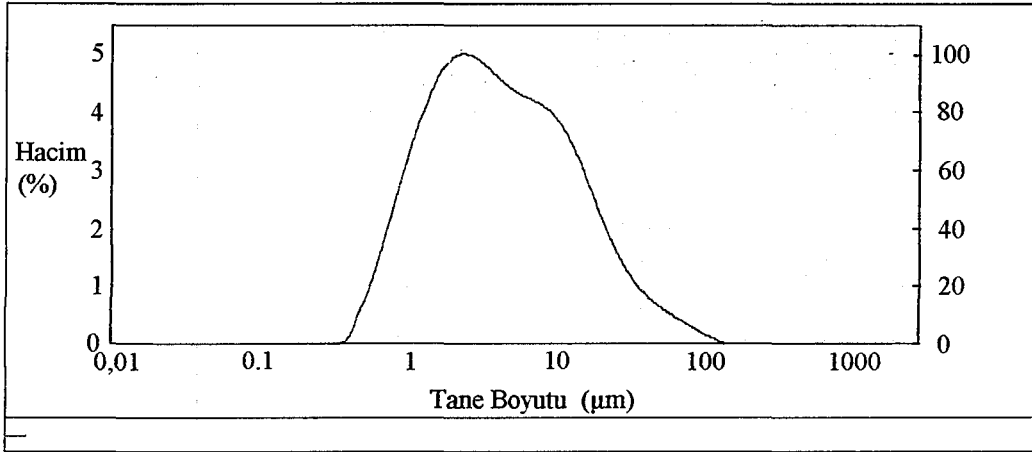
Toz haline getirilen numunelere Rigaku Rint 2200-H serisi X-Işınları Difraktometresi ile  $\text{CuK}\alpha_1$  ışınması ile faz analizi yapılmıştır. Numuneler 10-50° 2 $\theta$  açısı aralığında taranmışlardır.

#### 4. SONUÇLAR VE YORUM

$Al_2O_3$  tozunun kuru ve yaş öğütme sonucunda elde edilen tane boyut dağılımları sırasıyla Şekil 4.1. ve Şekil 4.2.'de verilmiştir.



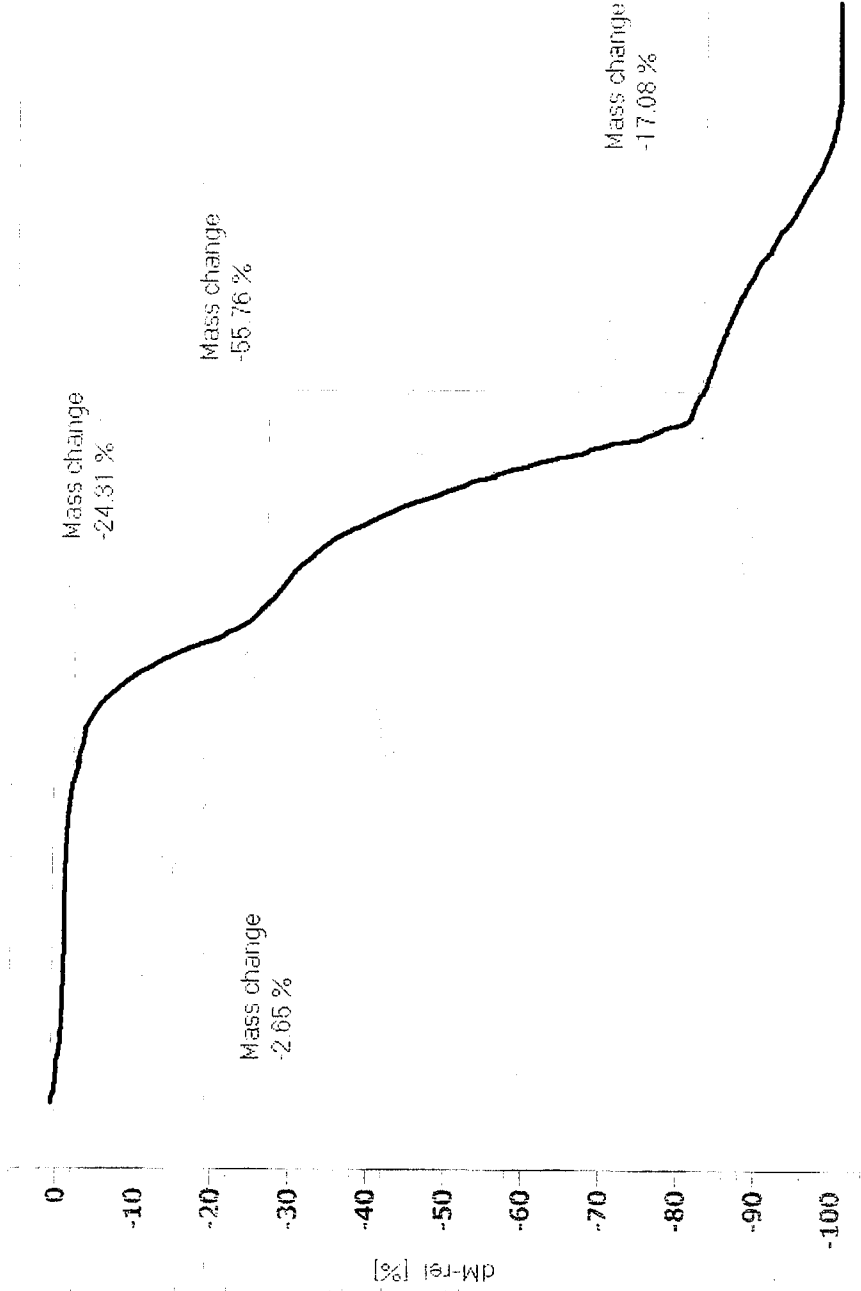
Şekil 4.1. Kuru öğütme ile öğütülmüş alüminanın tane boyut dağılımı ( $d_{0,5}$ : 15  $\mu m$ ,  $d_{0,9}$ : 75  $\mu m$ )



Şekil 4.2. Yaş öğütme ile öğütülmüş alüminanın tane boyut dağılımı ( $d_{0,5}$ : 4  $\mu m$ ,  $d_{0,9}$ : 20  $\mu m$ )

Kuru öğütme sonucunda alümina tanelerinin % 90'ı 75  $\mu m$ 'nin altına indirilebilmiş (Şekil 4.1), yaş öğütmede ise tanelerin % 90'ı 20  $\mu m$ 'nin altına indirilmiştir (Şekil 4.2). Alümina için yaş öğütme verimi kuru öğütmeye göre yüksektir.

Süngerin termogravimetrik analizi (TG) (Şekil 4.3.) sonucunda havada üç basamakta bozunduğu, 0-320 °C aralığında % 27, 320-450 °C aralığında % 56 kütle kaybına uğradığı ve 650 °C' de tamamen yandığı belirlenmiştir.



Şekil 4.3. Polimerik süngerin termogravimetrik analizi

#### 4.1. İlavelerin Filtre Özelliklerine Olan Etkisi

Çizelge 4.1. Deney parametreleri

Kompozisyon	Numune	İlaveler	% Kaplama*	Çamur Emdirme Sayısı	% Kaplanan Toz**	Sinterleme sıcaklığı
% 60 SiC % 30 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % 10 SiO <sub>2</sub>	1 <sub>A</sub> <sup>s</sup>	% 2 Bentonit	6,8	1	4,1	#
	1 <sub>B</sub>	% 3 PEG	6,5	2	9,4	#
	1 <sub>C</sub>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG	8,1	2	10,3	1150 °C, 1 saat
						1300 °C, 1 saat
1 <sub>D</sub>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG, % 5 Rikabond	8,9	2	12,1	1300 °C, 1 saat	
% 66 SiC % 24 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % 10 SiO <sub>2</sub>	2 <sub>A</sub>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG, % 5 Rikabond	8,7	5	10,8	1350 °C, 1 saat
	2 <sub>B</sub>	% 2 Bentonit, % 3 PEG, % 5 Rikabond	9,2	3	10	1350 °C, 1 saat
% 75 SiC % 15 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % 10 SiO <sub>2</sub>	3 <sub>A</sub>	% 1,5 Bentonit, % 3 peg, % 5 Rikabond	11,8	2	12,7	1350 °C, 1 saat
	3 <sub>B</sub>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG, % 8 Rikabond	11,6	3	20,9	1350 °C, 1 saat

% Kaplama\* : Süngerin çamurla kaplanması (1. emdirme) sonrasında % kaplama miktarını belirtmektedir.

% Kaplanan Toz\*\* : Yeniden emdirme işlemleri sonucunda süngerde biriken toplam toz miktarını belirtmektedir.

1<sub>A</sub><sup>s</sup> : Katı içeriği hacimce % 35, diğer kompozisyonlardaki katı oranı % 40

# : Numuneler süngerin uzaklaştırılmasından sonra çökmüştür.

#### 4.1.1. % 60 SiC, % 30 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub> Kompozisyonu

Bu kompozisyon Çizelge 4.1.'de 1 numaralı kompozisyon olarak adlandırılmaktadır.

Seramik köpük filtre üretiminde çamurun, emdirme esnasında süngeri homojen bir şekilde kaplayacak akışkanlığa sahip olması, sünger çamurdan çıkarıldığında ise viskozite kazanması ve sünger içinde kalabilmesi gerekmektedir. Bu amaçla tiksotropik özelliği geliştirmek için bentonit veya kaolen gibi bazı ilavelerin yapılması gerekmektedir [9]. 1<sub>A</sub> kodlu numunede çamura % 2 bentonit ilave edilmiş, Çamurun katı oranı hacimce % 40'dan % 35'e düşürülürerek şekillendirme sağlanmıştır. Bu çamurun % kaplama miktarı 6,8 olarak bulunmuştur.

Süngerin uzaklaştırılması sonucunda numunenin toz halinde çöktüğü gözlenmiştir (Şekil 4.4). Çökmenin nedeni çamurun yeterince kaplanmaması ve/veya tek başına bentonit ilavesinin yapının ayakta kalması için yeterli olmaması olabilir.

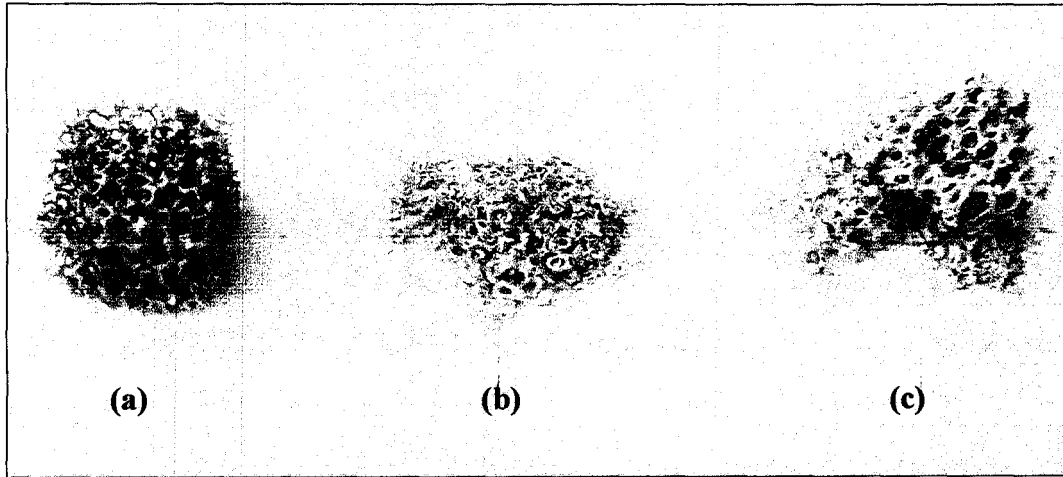
1<sub>B</sub> kodlu numunede ise poli(etilenglikol)'ün bağlayıcı özellik gösterip göstermeyeceğini anlamak amacıyla çamura % 3 poli(etilenglikol) (peg) ilave edilmiş, çamurun süngere emdirilmesi sonucunda % kaplama miktarı 6,5 olarak bulunmuştur. Bu değer 6,8'e göre biraz daha düşük olduğundan, çamurun süngere kaplanmasında peg'in bentonite göre daha az etkili olduğu söylenebilir. Bunun nedeni çamurun tiksotropisinin yeterince iyi olmaması olabilir. Bentonit ve Peg süngere kaplanma miktarı bakımından birbirine benzemektedir. Fakat bentonit içeren çamur % 35 katı içermektedir ve bu nedenden dolayı kaplanma miktarı peg'li (% 40 katı içeren) çamurla benzer değerde bulunmuş olabilir. Bir kez % 3 peg içeren çamur emdirilmiş numunenin (Şekil 4.5.a) süngeri uzaklaştırıldığında yapının toz halinde çöktüğü görülmektedir (Şekil 4.5.b).

Bu çökmenin nedeni süngerde biriken çamur miktarının yeterli olmaması olabileceğinden, süngerde biriken çamur miktarını artırabilmek için, daha önceden çamurla kaplanmış ama süngeri uzaklaştırılmamış numune kurutulduktan sonra numuneye ikinci bir emdirme işlemi uygulanmıştır. Numunenin süngeri uzaklaştırıldığında, bir kez çamur emdirilen numuneye göre yapıdaki çökmenin azaldığı görülmüştür (Şekil 4.5.c). Buradan süngerin uzaklaştırılması sonucunda

yapının ayakta kalması için, süngerde biriken çamur miktarının artmasının olumlu etkisinin olduğu fakat tek başına kullanıldığı durumda poli(etilen glikol)'un bu sistem için bağlayıcılık özelliği göstermediği söylenebilir.



Şekil 4.4. 1<sub>A</sub> kodlu (% 60 SiC, % 30 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, %10 SiO<sub>2</sub>), % 2 bentonit içeren numune, 1 kez çamur emdirilmiş



Şekil 4.5. 1<sub>B</sub> kodlu (% 60 SiC, % 30 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, %10 SiO<sub>2</sub>), % 3 Peg içeren filtrelerin fotoğrafları

- (a) süngeri uzaklaştırılmadan önce
- (b) 1 kez çamur emdirilmiş ve süngeri uzaklaştırılmış
- (c) 2 kez çamur emdirilmiş ve süngeri uzaklaştırılmış

1c kodlu çamurda % 1,5 bentonit ve % 3 peg birarada kullanılmıştır. Şekillendirme sonucunda süngerde biriken çamur miktarı % 8,1 olarak hesaplanmıştır. Buna göre, peg ve bentonitin birarada kullanılması süngerde biriken çamur miktarını artırmıştır. Bir kez çamur emdirilen numunenin süngeri uzaklaştırıldıktan sonra dağıldığı fakat çökmeye rağmen, şeklini koruyabilen bölgelerin de olduğu görülmüştür (Şekil 4.6.a). Bentonit ve peg içeren çamur, diğer bir numuneye yeniden emdirilmiş ve bu ikinci emdirme işleminden sonra numunenin süngeri uzaklaştırılmıştır. Numunenin şeklini koruduğu fakat az miktarda köşe kırıklarının olduğu görülmüştür (Şekil 4.6.b). Buradan süngerde biriken çamur miktarının artırılmasının, yapının şeklinin korunmasında olumlu etkisinin olduğu fakat yapının yeterince mukavim olmadığı görülmüştür.

Brockmeyer ve ark. [26] SiC esaslı köpük filtre üretiminde katı içeriği % 66 SiC, % 24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 9 kolloidal silika ve % 1 montmorillonit olan çamur kullanmışlardır. Burada kolloidal silikanın kullanılmasının amacı bağlayıcılık ve tiksotropik özelliğin kazandırılmasıdır. Kolloidal silikanın tane boyutu 1 µm 'nin altında olduğundan yoğunlaşmayı da artırmaktadır. Sinterleme işlemi 1150 °C'de 1 saat beklenmesi ile gerçekleştirilmiştir.

Yukarıda bahsedilen rejime göre uygulanan sinterleme sonrasında yapının halen yeterince mukavim olmadığı anlaşılmıştır. Filtre yüzeyinde yer yer görülen çatlaklar, yoğunlaşmanın tam olarak sağlanmadığına işaret ettiğinden sinterleme sıcaklığı 1300 °C'ye çıkartılmıştır.

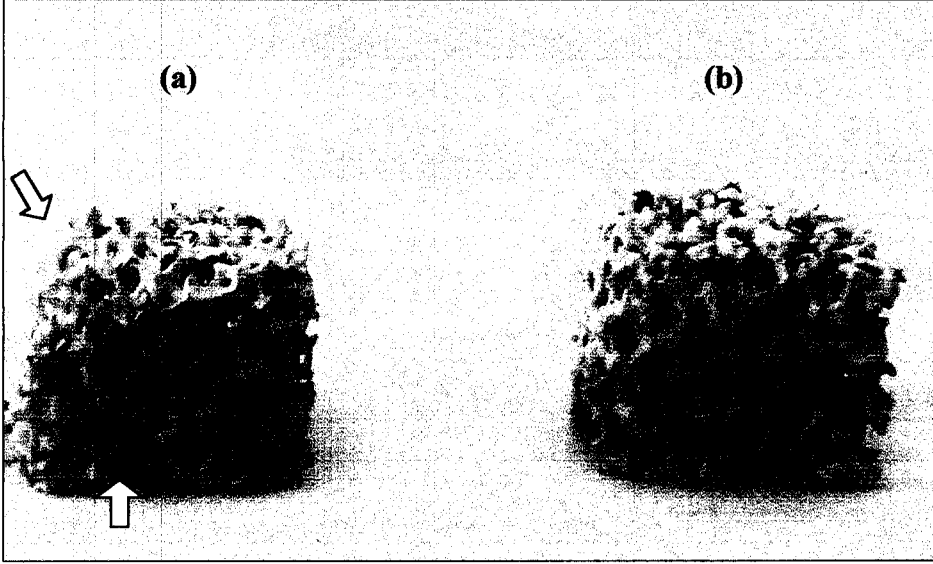


Şekil 4.6. 1<sub>C</sub> kodlu (% 60 SiC, % 30 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, %10 SiO<sub>2</sub>), % 1,5 bentonit, % 3 peg içeren numune  
(a) Bir kez çamur emdirildikten sonra süngeri uzaklaştırılmış  
(b) İki kez çamur emdirildikten sonra süngeri uzaklaştırılmış

(Oklar köşe kırıklarının olduğu yere işaret etmektedir.)

1<sub>D</sub> kodlu hacimce % 40 katı içeren çamurda, şekillendirme esnasında süngerde biriken çamur miktarını artırabilmek ve süngerin uzaklaştırılması sonrasında yapıda meydana gelebilecek çökmeyi engelleyebilmek amacıyla bağlayıcı olarak rikabond kullanılmıştır.

Şekillendirme işlemi sonucunda % kaplama miktarı 8,9 olarak bulunmuştur. Dolayısıyla rikabondun süngerde biriken çamur miktarını artırdığı anlaşılmaktadır. Bu değer, bu kompozisyon için elde edilen en yüksek değerdir. Bu ilavelerle % kaplama oranı 6,5'lardan 9'lara kadar çıkarılabilmektedir. Numune süngeri uzaklaştırdıktan sonra ayakta kalmış ve ardından 1300 °C'de 1 saat sinterlenmiştir. Sinterleme sonrasında yapıda herhangi bir çökme gözlenmemiştir (Şekil 4.7). Ayrıca, numuneye elle dokunulduğunda köşe kırıklarının meydana gelmediği tespit edilmiştir.

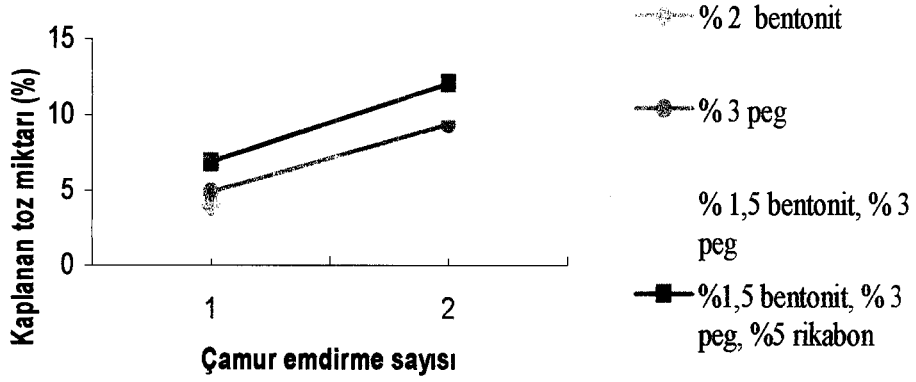


Şekil 4.7. % 60 SiC, % 30 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, %10 SiO<sub>2</sub> başlangıç kompozisyonuna sahip numunelerin fotoğraf görüntüleri  
(a) 1<sub>C</sub> kodlu rikabondsuz numune  
(b) 1<sub>D</sub> kodlu rikabondlu numune

(Oklar yapıdaki kırılmaları göstermektedir.)

Şekil 4.7.'de rikabondun süngerin uzaklaştırılması ve sinterleme işlemleri sonunda yapının mukavemetine olumlu etkisi görülmektedir. Şekil 4.7.(a)'da filtre yüzeyinde görülen çatlakların Şekil 4.7.(b)'de görülmemesi, rikabondlu numunedeki yoğunlaşmanın daha fazla olduğuna işaret etmektedir. Buradan rikabondun SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub> içeren seramik filtre üretiminde kullanılabileceği sonucunu çıkarabiliriz.

1<sub>A</sub> kompozisyonu dışında her numuneye iki kez çamur emdirme işlemi uygulanmıştır. Bu işlemler sonunda süngerde biriken toz miktarının değişimi ve yapının mukavemetine olan etkisi araştırılmıştır. Şekil 4.8'de çamur emdirme sayısı ile süngerde biriken toz miktarının değişimi verilmektedir.



Şekil 4.8. % 60 SiC, % 30 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub> ve farklı ilaveler içeren kompozisyonlar için emdirme sayısı ile süngere kaplanan toz miktarının değişimi

Şekilde görüldüğü gibi emdirme sayısı birden ikiye çıkartıldığında süngerde biriken toz miktarı % 5'lerden % 10'lara çıkmaktadır. Süngerde biriken toz miktarının artması ile birlikte ürünün mukavemetinde de artış olduğu, numunelerdeki çökme ve kırılmaların azaldığı görülmektedir.

#### 4.1.2. % 66 SiC, %24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> % 10 SiO<sub>2</sub> Kompozisyonu

Bu kompozisyon Çizelge 3.1.'de 2 numaralı kompozisyon olarak adlandırılmaktadır.

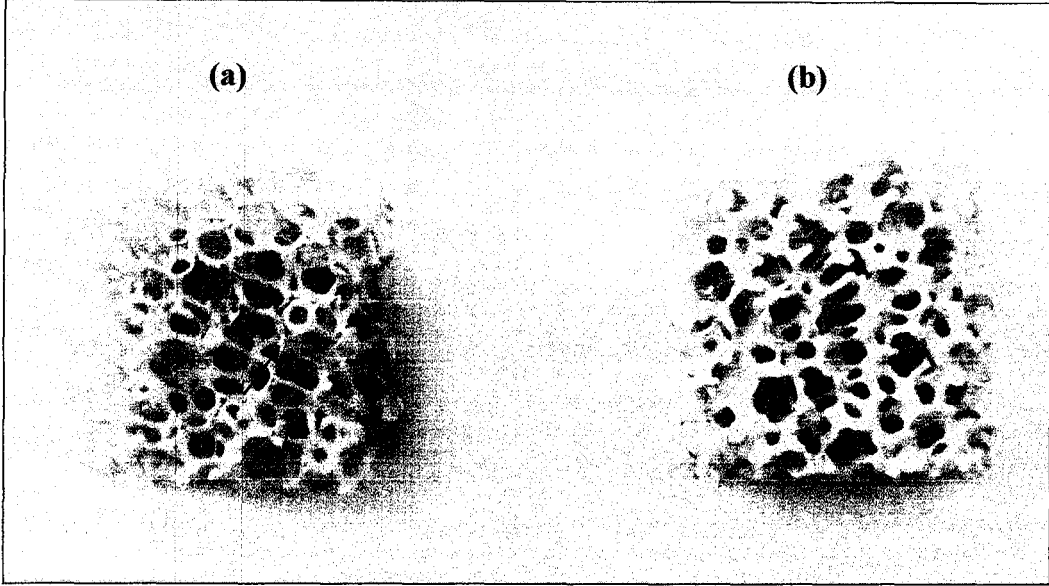
2<sub>A</sub> kodlu numunede % 1,5 bentonit, 2<sub>B</sub> kodlu numunede % 2 bentonit kullanılarak bentonit miktarının ürün üzerindeki etkisi araştırılmıştır.

Birinci emdirme sonucunda % kaplama miktarları % 1,5 bentonit içeren numune için 8,7, % 2 bentonit içeren numune için 9,2 olarak bulunmuştur. Bentonitin çamura tiksotropik özellik kazandırmasından dolayı bentonit miktarı arttırıldığında, süngerde biriken çamur miktarı artmaktadır. Fakat bentonit miktarı arttırıldığında yüksek tiksotropiden dolayı fazla çamurun uzaklaştırılması güçleşmektedir.

2<sub>A</sub> kodlu numuneye 4 kez, 2<sub>B</sub> kodlu numuneye ise 2 kez yeniden emdirme işlemi uygulanmıştır. Bu işlemler sonucunda filtrelerde, süngerlere % kaplanan toz miktarları benzer (% 10,8 ve % 10) olmasına karşın % 1,5 bentonit içeren numunede yapının hala ince olduğu görülmektedir (Şekil 4.9.a).

Süngerin uzaklaştırılmasının ardından her iki numunede de çökme olmamasına karşın, filtre köşelerine dokunulduğunda % 1,5 bentonit içeren (2<sub>A</sub>) filtrede az miktarda köşe kırıklarının oluştuğu görülmektedir (Şekil 4.9.a).

Filtreler 1350 °C'de 1 saat sinterlenmiş, sinterleme sonrasında herhangi bir çökme gözlenmemiştir. Şekil 4.9'da 2<sub>A</sub> ve 2<sub>B</sub> kodlu numuneler görülmektedir.



Şekil 4.9. % 66 SiC, % 24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub> içeren 2<sub>A</sub> ve 2<sub>B</sub> kodlu numuneler

(a) % 1,5 bentonit içeren numune (2<sub>A</sub>)

(b) % 2 bentonit içeren numune (2<sub>B</sub>)

Oklar süngerin uzaklaştığı yerleri göstermektedir.

Sinterleme sonrasında % 1,5 bentonit içeren numunede süngerin uzaklaştığı kanallar açıkça görülebildiğinden ve dokunulduğunda yapıda kırıklar oluşması, numunedeki yoğunlaşmanın tam olarak sağlanamadığına işaret etmektedir (Şekil 4.9.a). Bu yoğunlaşmanın, bentonitin tane boyutundan (< 2 µm) kayanaklandığı düşünülmektedir. Çamurla daha homojen kaplanmış olmasının da etkisiyle % 2 bentonit içeren numunenin mukavemetinin daha yüksek olduğu görülmektedir (Şekil 4.9.b).

SiC miktarı arttıkça bentonit ilavesinin miktarının da artması gerektiği görülmektedir. Bentonit miktarı arttıkça yoğunlaşma artmakta, dolayısıyla mukavemet artmaktadır. Ayrıca, bentonit miktarı arttıkça çamur süngere daha iyi

kaplanmaktadır. Her ne kadar kapalı gözenek miktarında artış var gibi görünse de çamurun uzaklaştırılması yöntemi geliştirilerek iyileştirici çalışmalar yapılabilir.

#### 4.1.3. % 75 SiC, % 15 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub> Kompozisyonu

Bu kompozisyon Çizelge 3.1.'de 2 numaralı kompozisyon olarak adlandırılmaktadır.

Birinci emdirme sonucunda % kaplama miktarları % 5 rikabond içeren numune ve % 8 rikabond içeren numune için benzer (11,8 ve 11,6) değerlerdedir. Rikabond miktarındaki artış çamurun süngere kaplanmasını az da olsa zorlaştırmıştır. Bunun nedeni rikabondun viskoziteyi düşürmesi olabilir.

% 5 rikabond içeren numuneye ikinci bir çamur emdirme uygulanmıştır. % 8 rikabond içeren numuneye ise iki kez daha çamur emdirilmiş ve bu işlem sonucunda numunedeki kapalı gözenek sayısının arttığı görülmüştür (Şekil 4.10.).

Süngerin uzaklaştırılmasından sonra 3<sub>A</sub> kodlu numunede köşe kırıklarının olduğu, 3<sub>B</sub> kodlu numunede ise herhangi bir çökmenin olmadığı görülmektedir (Şekil 4.10.).

Her iki numune de 1350 °C'de 1 saat sinterlenmiş, sinterleme sonrasında herhangi bir çökme gözlenmemiştir.

Şekil 4.10.'da % 5 ve % 8 rikabon içeren numuneler görülmektedir.

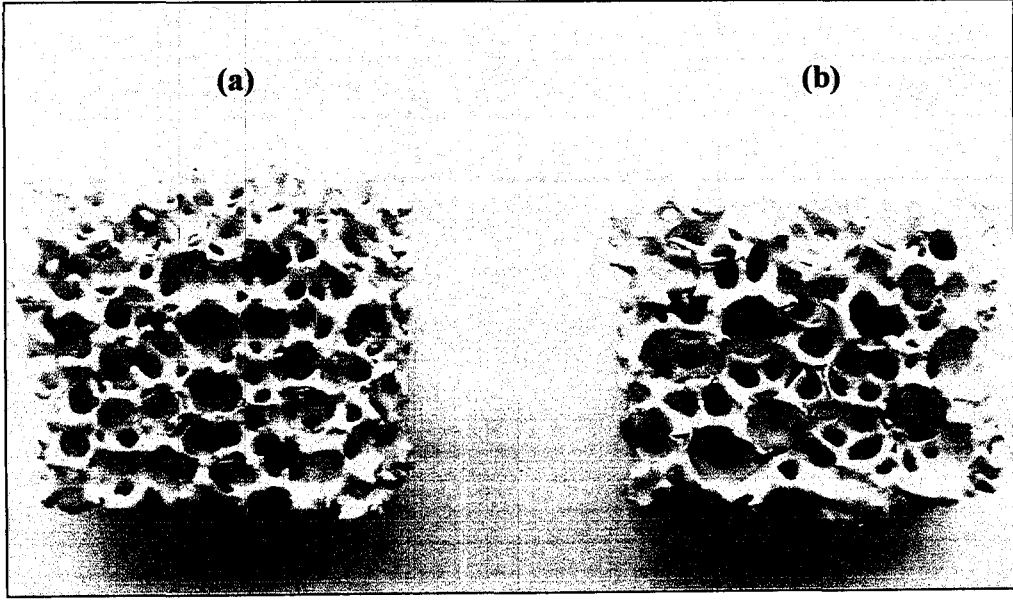
## 4.2. Rikabond ve Kolloidal Silika İçeren Filtrelerin Karşılaştırılması

% 66 SiC, %24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> % 10 SiO<sub>2</sub> başlangıç kompozisyonundaki rikabond ile hazırlanan 2<sub>B</sub> (Çizelge 4.1) ve aynı başlangıç kompozisyonundaki kolloidal silika ile hazırlanan 4<sub>A</sub> ((1350 °C) Çizelge 3.2) kodlu iki filtrenin de % kaplama (9,2 ve 10) ve % kaplanan toz (10, 11) miktarları benzerdir.

Çamur emdirme sonucunda rikabondlu filtrede kapalı gözenekler daha fazla gibi görünse de çamur uzaklaştırma yöntemi geliştirilerek (mekanik bir sistemle, örneğin merdaneler arasından geçirme ile) kapalı gözenekler azaltılabilir.

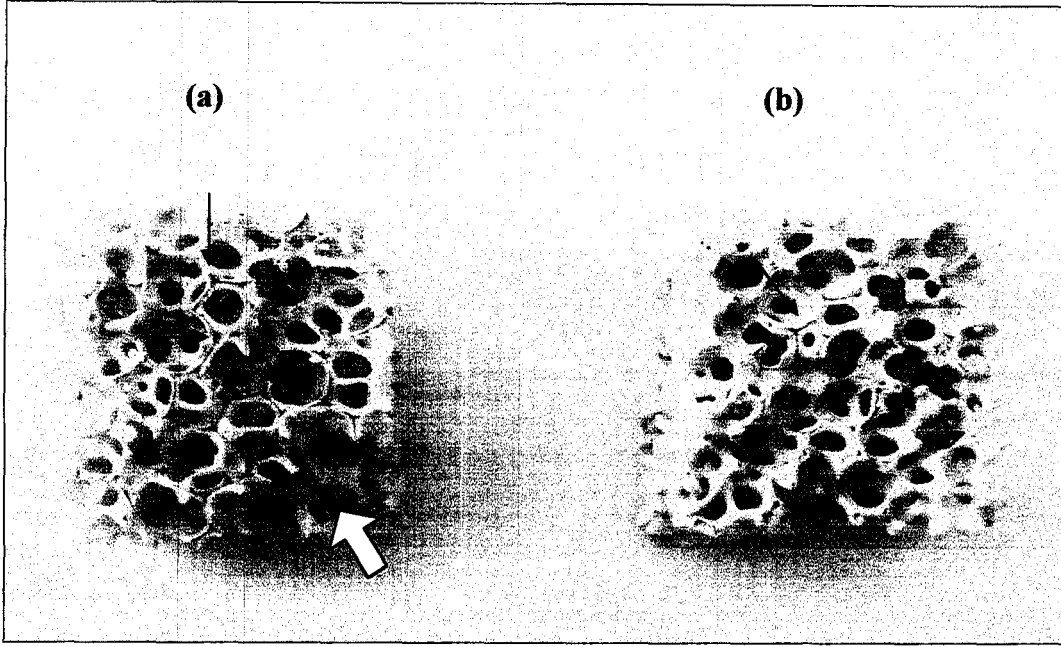
Numunelerde süngerin uzaklaştırılmasının ardından herhangi bir çökme görülmemektedir(Şekil 4.11). Her iki numune de 1350 °C'de sinterlenmiştir. Sinterleme sonrasında da numunelerde çökme görülmemektedir(Şekil 4.11).

Rikabond ve koloidal silika ile hazırlanan numunelerin mukavemetlerinin benzer olduğu söylenebilir.



Şekil 4.11. % 66 SiC, % 24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub> içeren 2<sub>B</sub> ve 4<sub>A</sub> kodlu numuneler

- (a) Rikabond ile hazırlanan filtre (2<sub>A</sub>)
- (b) Koloidal silika ile hazırlanan numune (4<sub>A</sub>)



Şekil 4.10. % 75 SiC içeren  $3_A$  ve  $3_B$  kodlu numuneler  
(a) % 5 rikabond içeren numune ( $3_A$ )  
(b) % 8 rikabond içeren numune ( $3_B$ )  
(Oklar köşe kırıklarını ve süngerin uzaklaştığı yerleri göstermektedir.)

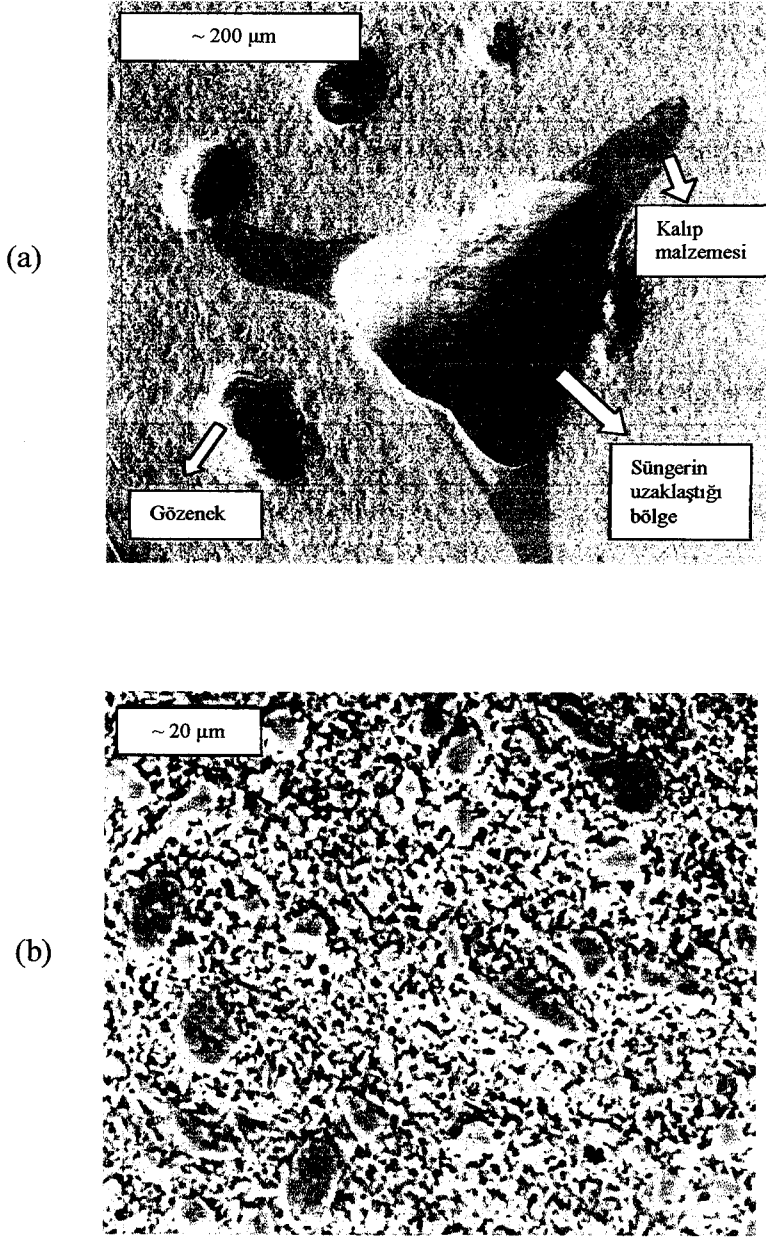
Rikabond miktarındaki artış süngerin uzaklaştırılmasından sonra yapıda meydana gelen çökmeyi engellemektedir (Şekil 4.10). Fakat sinterleme sonrasında her iki numunede özellikle de % 5 rikabond içeren numunede, süngerin uzaklaştığı yerler yüzeyde kanallar halinde görüldüğünden, yoğunlaşmanın tam olarak sağlanamadığı düşünülmektedir. Rikabond miktarının artırılması yoğunlaşmada artışa neden olmuştur fakat yine de tam olarak yoğunlaşma sağlanamamıştır. Numunelere elle dokunulduğunda % 8 rikabond içeren numunede kırılmaların çok daha az oluşu, bunu doğrulamaktadır.

SiC miktarı arttıkça, mukavemetin iyileştirilmesi amacıyla rikabond miktarının artırılması gerekmektedir. Her ne kadar rikabond kullanıldığında kapalı gözenek miktarında artış var gibi görünse de (Şekil 4.10.b) çamurun uzaklaştırılması yöntemi geliştirilerek iyileştirici çalışmalar yapılabilir.

### 4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri

#### 4.3.1. Rikabond ile hazırlanan filtreler

Şekil 4.12'de 1<sub>D</sub> kodlu (Çizelge 4.1) (% 60 SiC, % 30 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub>) içeren filtrelerin SEM görüntüleri verilmektedir.

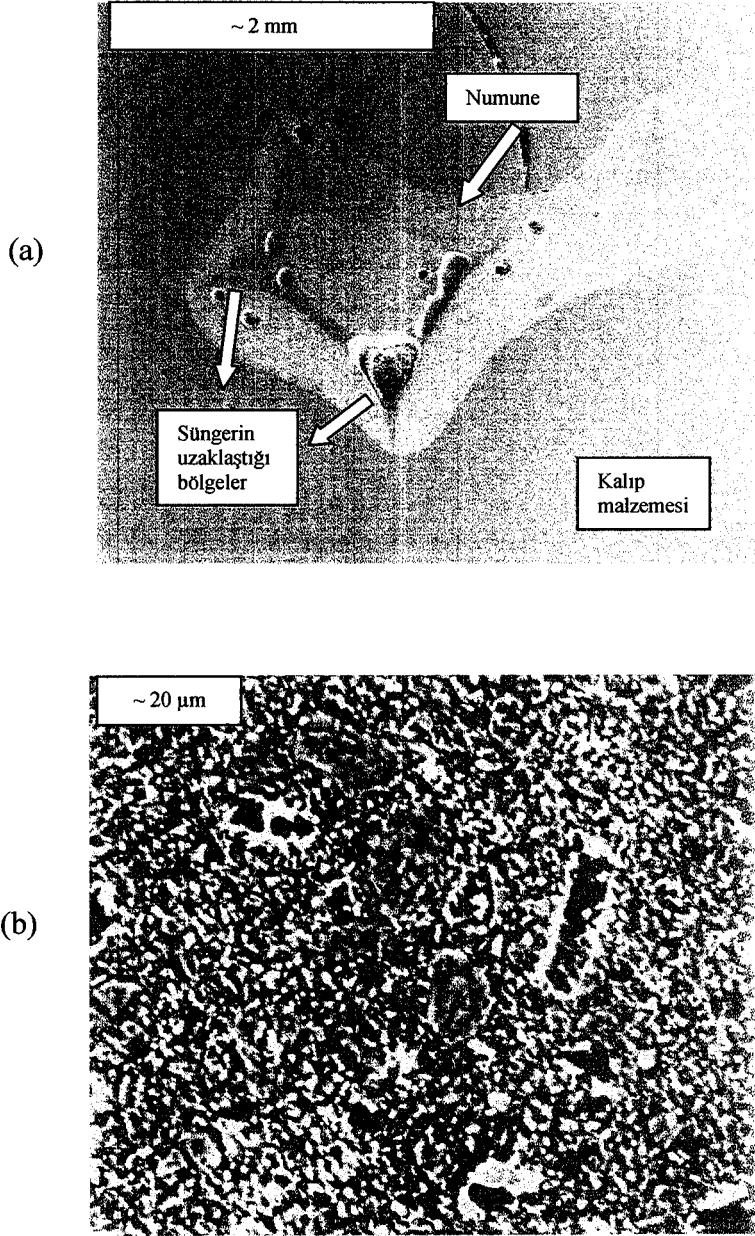


Şekil 4.12. 1<sub>D</sub> kodlu filtrenin SEM görüntüleri

(a)SE × 220 büyütme

(b)BSE × 1260 büyütme

Şekil 4.13'de 2<sub>B</sub> (Çizelge 4.1) kodlu (% 66 SiC, % 24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub>) içeren filtrenin SEM görüntüleri verilmektedir.

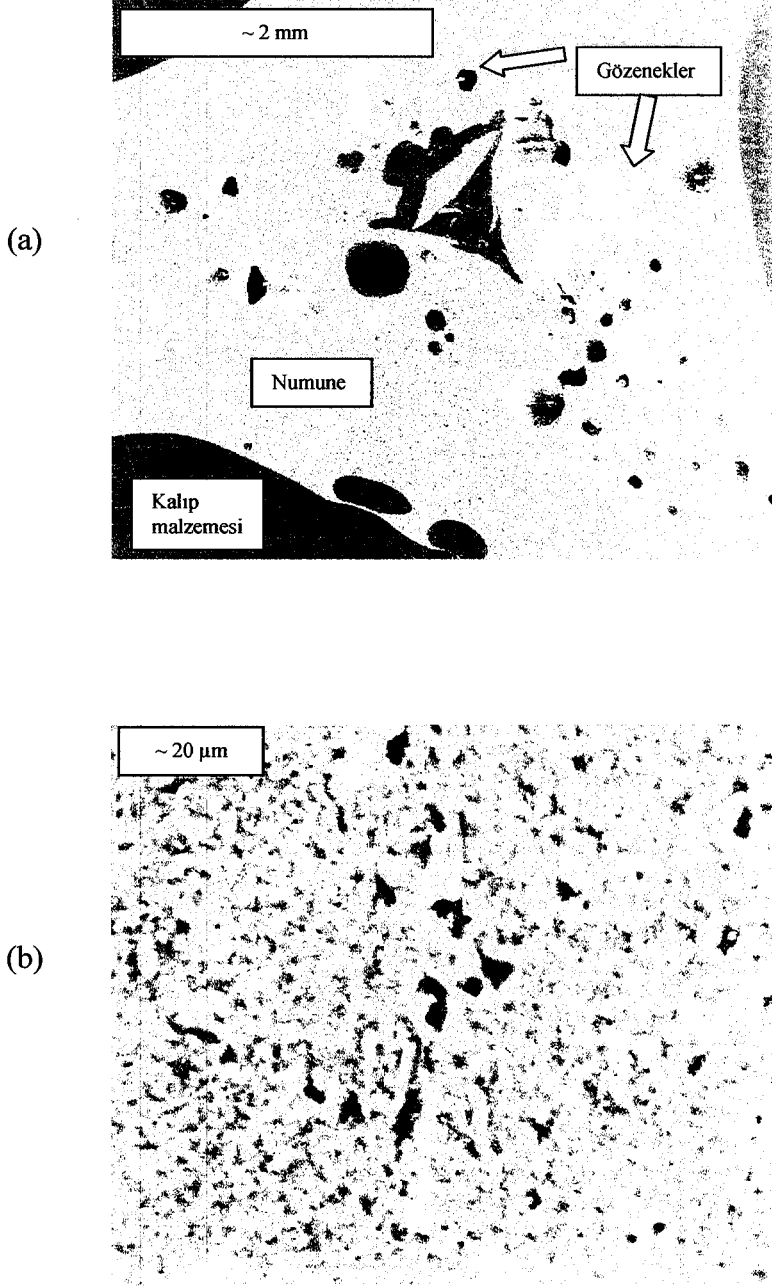


Şekil 4.13. 2<sub>B</sub> kodlu filtrenin SEM görüntüleri

(a) SE × 30 büyütme

(b) BSE × 1230 büyütme

Şekil 4.14'de 3<sub>B</sub> (Çizelge 4.1) kodlu (% 75 SiC, % 15 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub>) içeren filtrenin SEM görüntüleri verilmektedir.



Şekil 4.14. 3<sub>B</sub> kodlu filtrenin SEM görüntüleri

(a) SE × 55 büyütme

(b) BSE × 1250 büyütme

Şekil 4.12.(a), 4.13(a) ve 4.14(a)'da görüldüğü gibi her üç kompozisyonda da gözeneklerin bulunması yapıda yoğunlaşma tam olarak sağlanamadığını göstermektedir. SiC miktarı % 66'dan % 75'e çıkarıldığında sinterleme ilavesi olarak yapıya katılan  $Al_2O_3$  ve  $SiO_2$  miktarlarının azalması ile yapıdaki yoğunlaşma azalmıştır (Şekil 4.12.(a) ve Şekil 4.14(a)).

### 4.3.2. Koloidal silika ile hazırlanan filtreler

Çizelge 4.2. Koloidal silika içeren filtreler için deney parametreleri

Kompozisyon	Numune	İlaveler	% Kaplama*	Çamur Emdirme Sayısı	% Kaplanan Toz**	Sinterleme sıcaklığı
% 66 SiC % 24 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % 10 SiO <sub>2</sub>	4 <sub>A</sub>	% 2 Bentonit, % 3 PEG	10	3	11	1350 °C, 1 saat
	4 <sub>B</sub> <sup>#</sup>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG	9	3	14	1400 °C, 1 saat
% 66 SiC % 19 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % 15 SiO <sub>2</sub>	5 <sub>A</sub>	% 2 Bentonit, % 3 peg	10	3	11	1350 °C, 1 saat
	5 <sub>B</sub> <sup>#</sup>	% 1,5 Bentonit, % 3 PEG	9	3	14	1400 °C, 1 saat

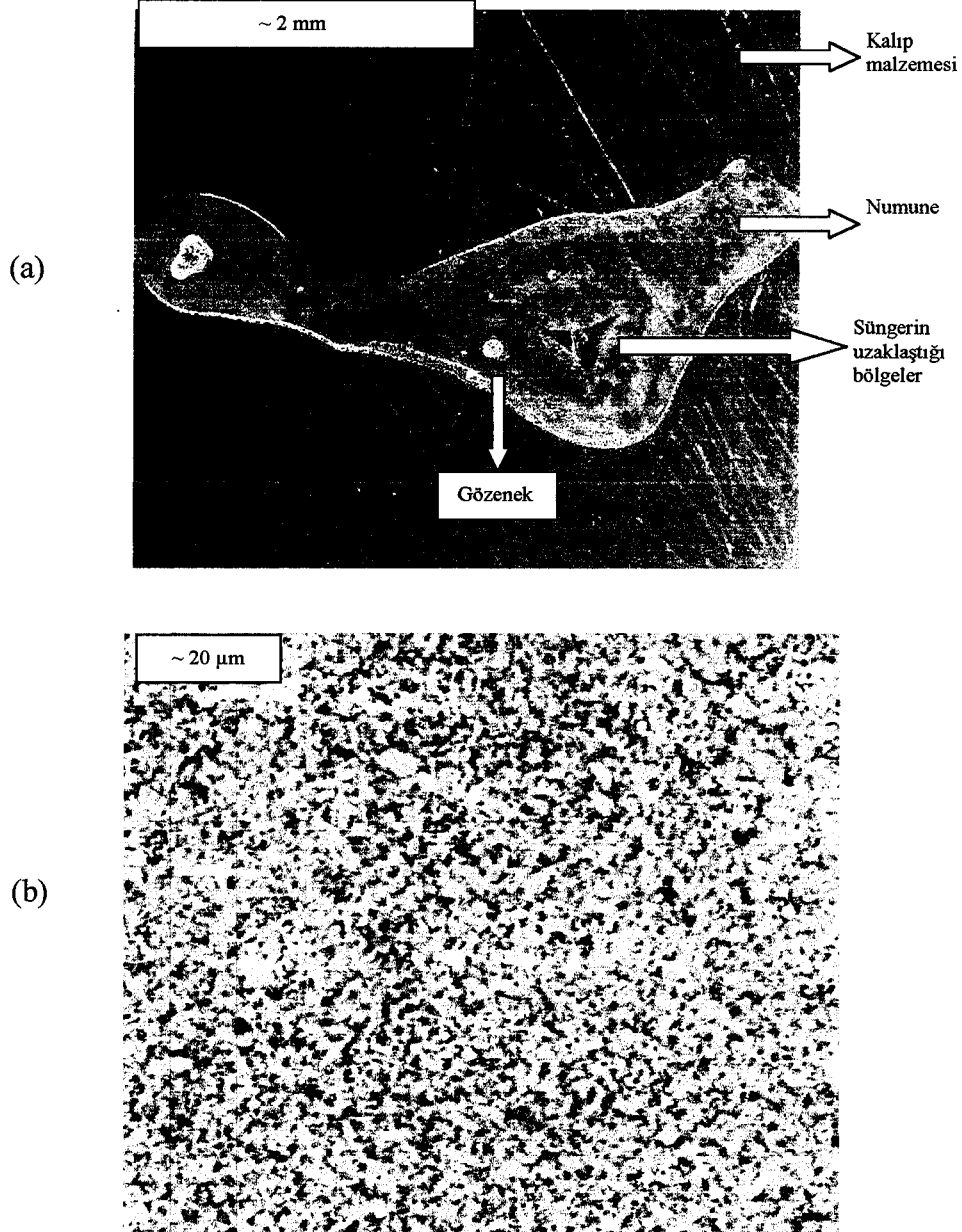
% Kaplama\* : Süngerin çamurla kaplanması (1. emdirme) sonrasında % kaplama miktarını belirtmektedir.

% Kaplanan Toz\*\* : Yeniden emdirme işlemleri sonucunda süngerde biriken toplam toz miktarını belirtmektedir.

# : Çamurun ağırlıkça katı oranı % 45'dir (diğerlerinde % 40).

#### 4.3.2.1. % 66 SiC, % 24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub> kompozisyonu

Şekil 4.15'de Çizelge 4.2'de 4<sub>A</sub> (% 66 SiC, % 24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub>) olarak belirtilen 1350 °C'de sinterlenen ve % 2 bentonit içeren filtrenin SEM görüntüleri verilmektedir.

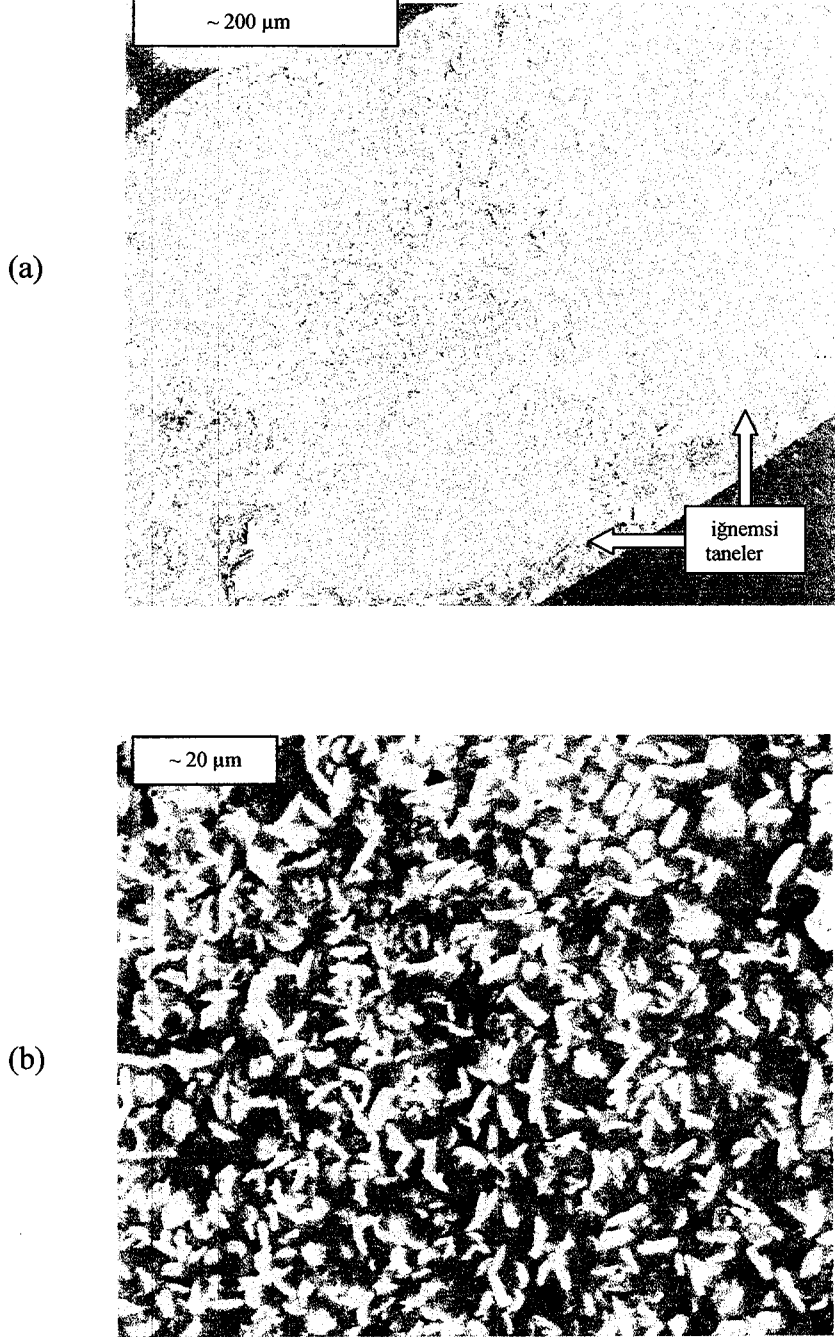


Şekil 4.15. 4<sub>A</sub> (1350 °C) kodlu filtrenin SEM görüntüleri

(a) SE × 30 büyütme

(b) BSE × 1230 büyütme

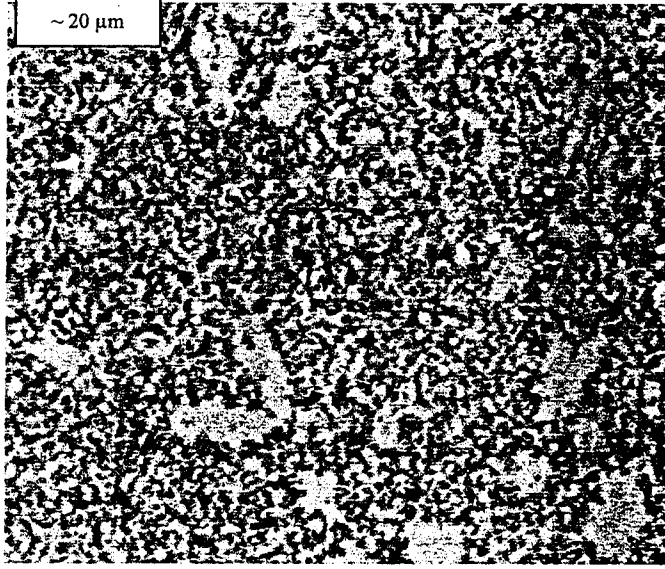
Şekil 4.16'da Çizelge 4.2'de 4<sub>A</sub> (% 66 SiC, % 24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub>) olarak belirtilen 1400 °C'de sinterlenen ve % 2 bentonit içeren filtrenin SEM görüntüleri verilmektedir.



Şekil 4.16. 4<sub>A</sub> (1400 °C) kodlu filtrenin SEM görüntüleri

- (a) SE ×220 büyütme  
(b) SE × 1250 büyütme

Şekil 4.17’de Çizelge 4.2’de 4<sub>B</sub> (% 66 SiC, % 24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub>) olarak belirtilen, 1400 °C’de sinterlenen ve % 1,5 bentonit içeren filtrenin SEM görüntüleri verilmektedir.

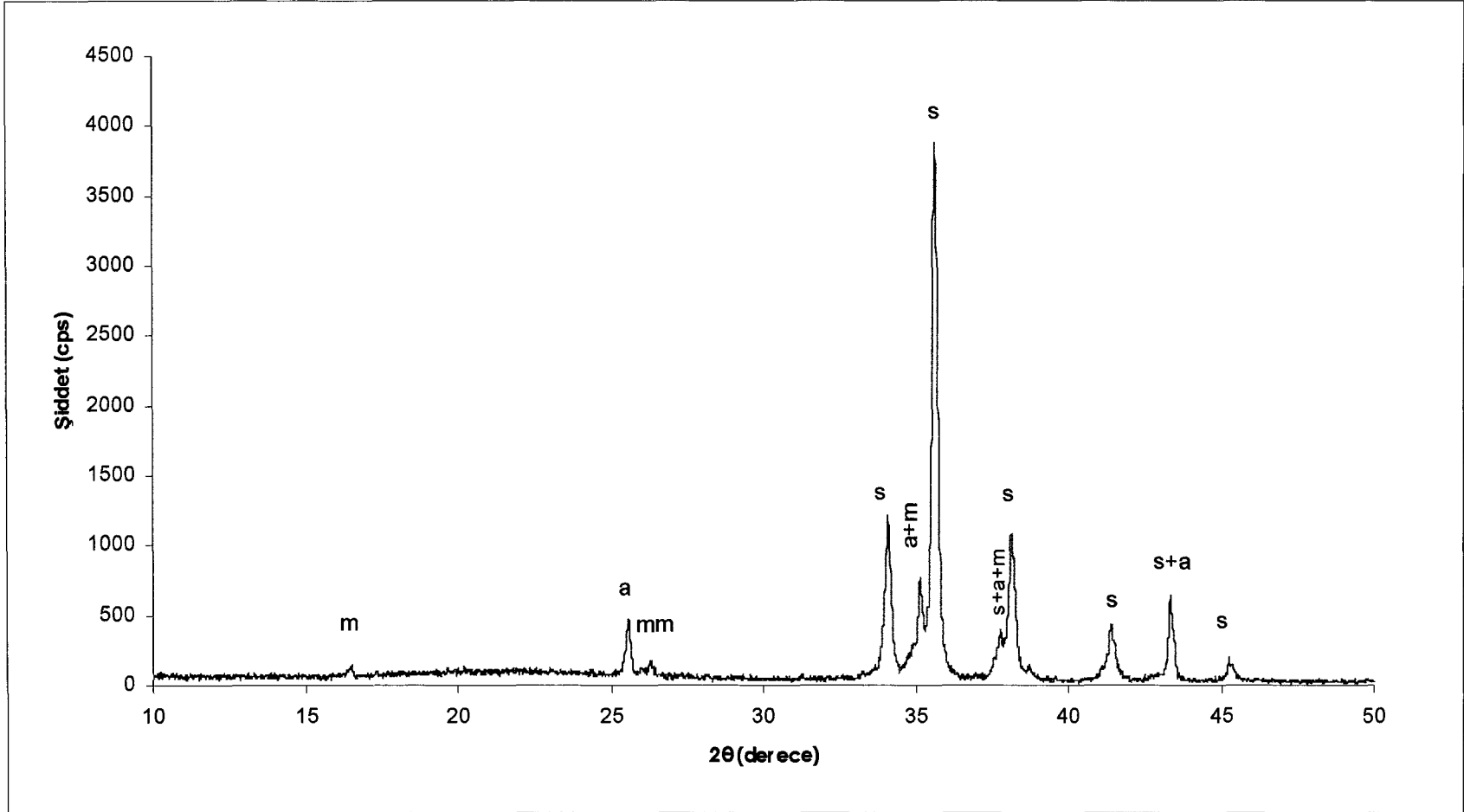


Şekil 4.17. 4<sub>B</sub> (1400 °C) kodlu filtrenin SEM görüntüsü (SE×1250 büyütme).

1400 °C’de (5 °C/dk hızla) sinterlenen 4<sub>A</sub> kodlu filtrede (Şekil 4.16.a) bölgesel olarak gelişmiş iğnesel taneler görülmektedir. Bu filtreye yapılan XRD analizi sonucunda iğnemsiz tanelerin müllit olduğu belirlenmiştir (Şekil 4.18).

Şekil 4.15.b’de görüldüğü gibi 1350 °C’de sinterlenen 4<sub>A</sub> kodlu filtrede ise iğnemsiz taneler oluşmamıştır. İğnemsiz tanelerin oluşmamasının nedeni camsı fazın oluşması ve tanelerin gelişimi için bu sıcaklığın yeterli olmaması ve/veya ısıtma hızının yüksek olması (10 °C/dk) olabilir.

Şekil 4.17’de görülen 4<sub>B</sub> kodlu filtrede ise (1400 °C’de (5 °C/dk hızla) sinterlenmesine rağmen) yeni bir fazın oluşmaya başladığı fakat iğnemsiz tanelerin oluşmadığı görülmektedir. Bu filtrede diğer iki filtreden farklı olarak ilave bentonit miktarı azaltılmıştır (% 2’den % 1,5’e), bunun sonucu olarak da sıvı faz daha az gelişmiş ve diğer numunede (4<sub>A</sub>, 1400 °C) görülen iğnemsiz taneler oluşmamıştır.

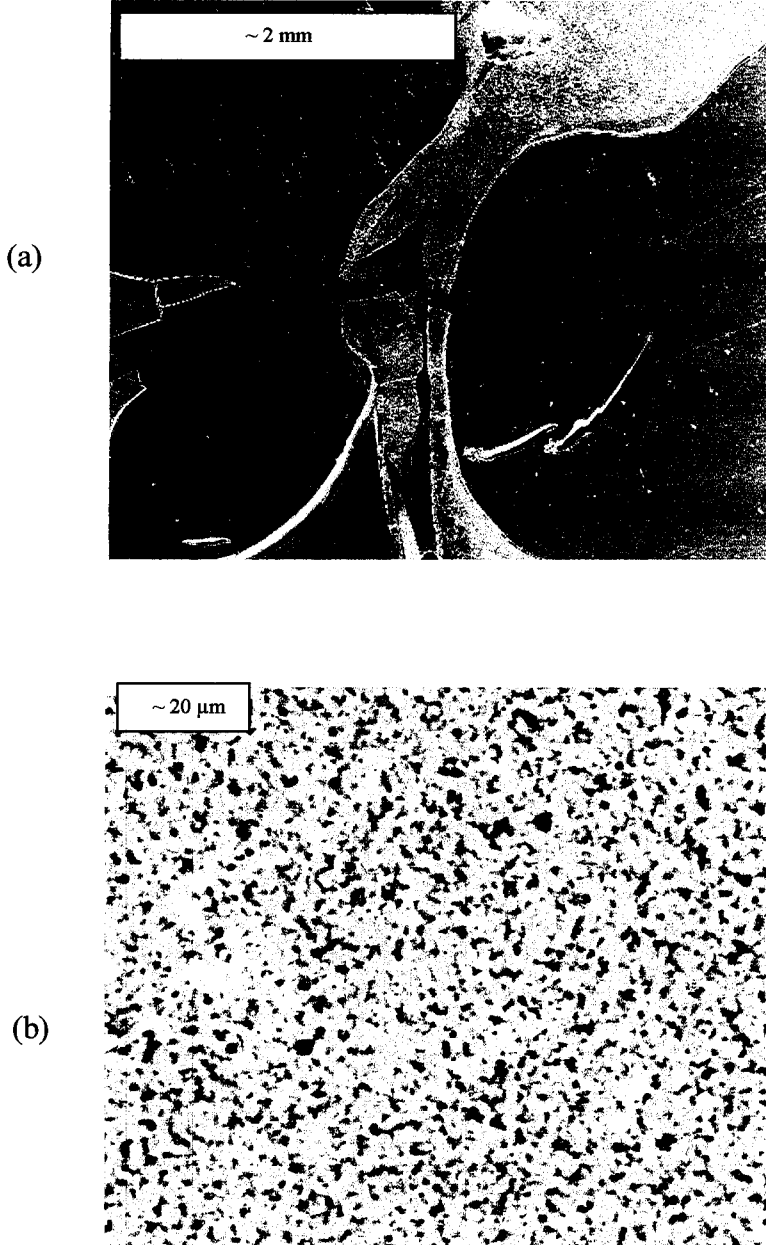


Şekil 4.18. 4<sub>A</sub> (1400 °C) numunesinin X-Işınları Difraktometresi (XRD) sonucu

(m:müllit, s:silisyum karbür, a:alümina)

#### 4.3.2.2. % 66 SiC, % 19 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 15 SiO<sub>2</sub> kompozisyonu

Şekil 4.19'da Çizelge 4.2'de 5<sub>A</sub> (% 66 SiC, % 19 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 15 SiO<sub>2</sub>) olarak belirtilen 1350 °C'de sinterlenen ve % 2 bentonit içeren filtrelerin SEM görüntüleri verilmektedir.

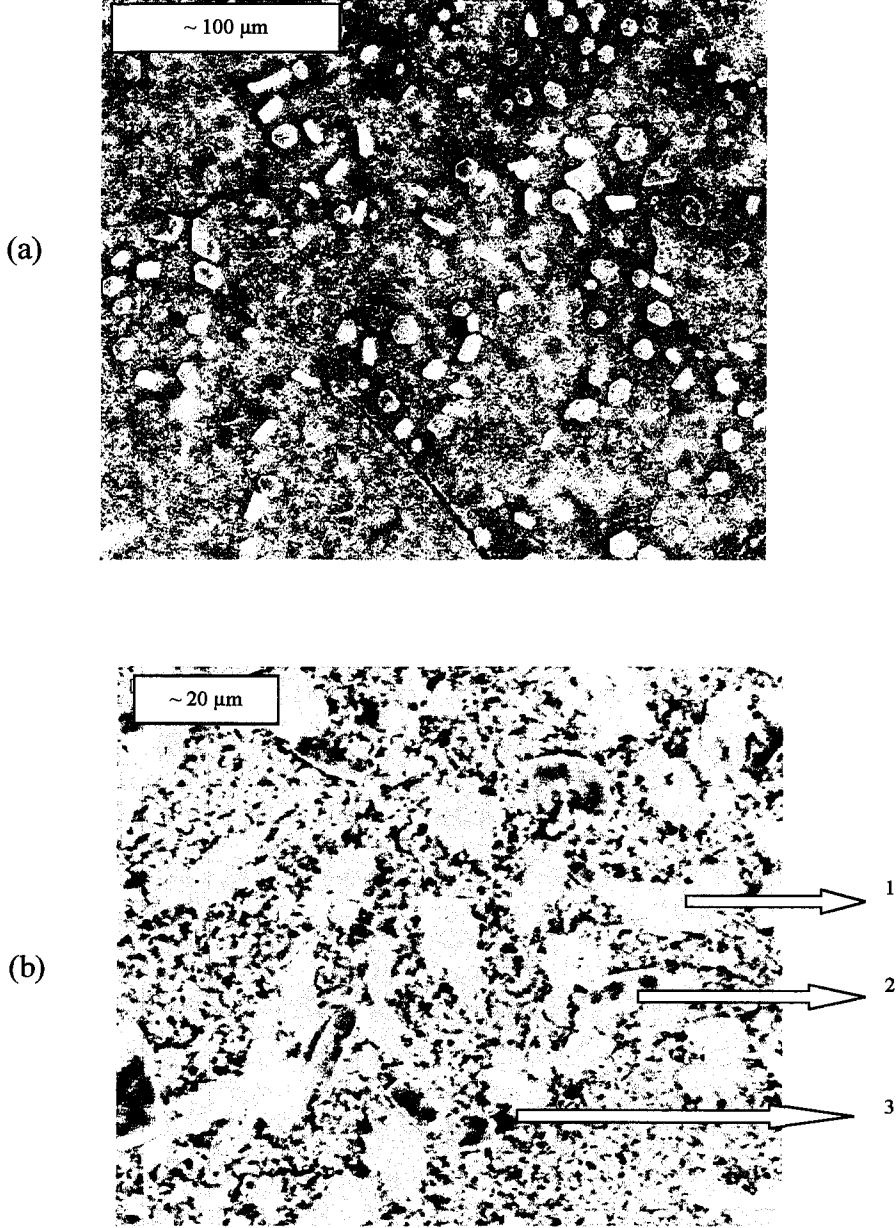


Şekil 4.19. 5<sub>A</sub> (1350 °C) kodlu filtrenin SEM görüntüleri

(a) SE × 30 büyütme

(b) BSE × 1230 büyütme

Şekil 4.20'de Çizelge 4.2'de 5<sub>A</sub> (% 66 SiC, % 19 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 15 SiO<sub>2</sub>) olarak belirtilen 1400 °C'de sinterlenen ve % 2 bentonit içeren filtrenin SEM görüntüleri verilmektedir.

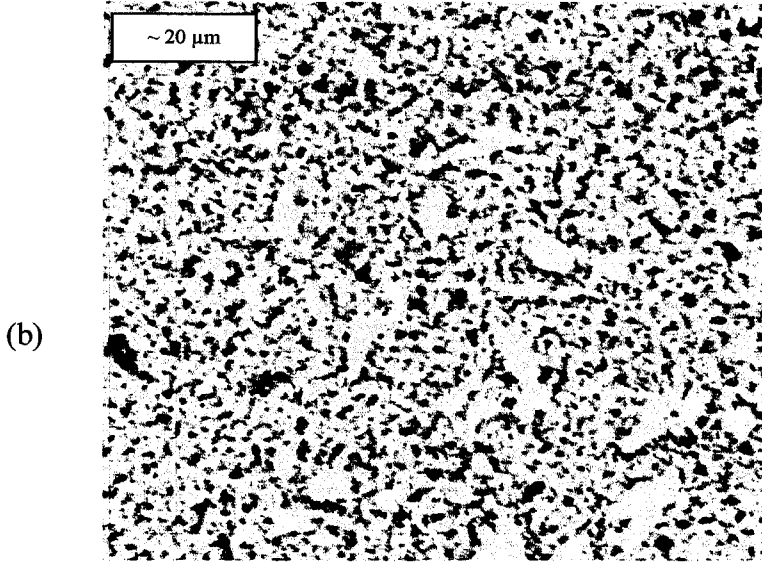
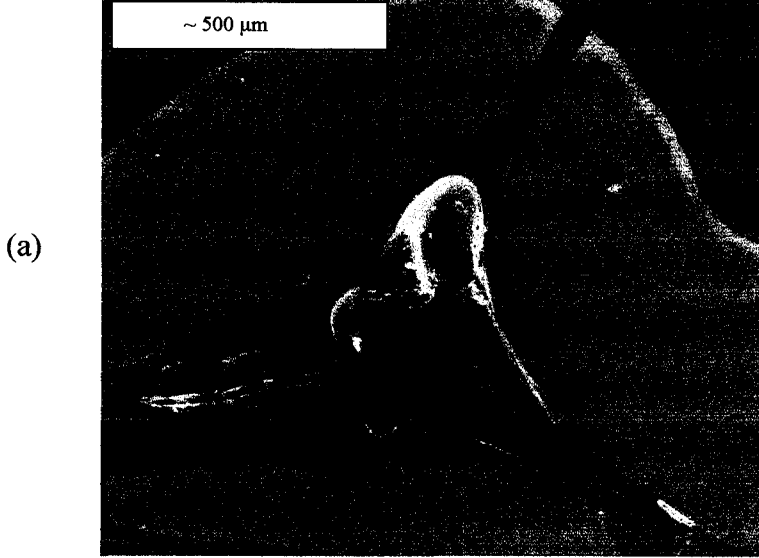


Şekil 4.20. 5<sub>A</sub> (1400 °C) kodlu filtrenin SEM görüntüleri

(a) SE × 420 büyütme

(b) BSE × 1230 büyütme

Şekil 4.21’de Çizelge 4.2’de 5<sub>A</sub> (% 66 SiC, % 19 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 15 SiO<sub>2</sub>) olarak belirtilen 1400 °C’de sinterlenen ve % 1,5 bentonit içeren filtrenin SEM görüntüleri verilmektedir.



Şekil 4.21. 5<sub>B</sub> (1400 °C) kodlu filtrenin SEM görüntüleri

- (a) SE × 100 büyütme
- (b) BSE × 1250 büyütme

Şekil 4.20.b'de görülen 5<sub>A</sub> (Çizelge 4.2.) filtresinde farklı fazların oluşmuş olduğu ve iğnemsiz tanelerin oluşmaya başladığı görülmektedir. Şekil 4.20.b'deki bu tanelerin yapılan Enerji Saçınımlı X Işınları analizi (EDX) ile müllit olabileceği düşünülmüştür (Çizelge 4.3). XRD analizi sonucunda bu tanelerin müllit olduğu belirlenmiştir. Şekil 4.22'de 5A (1400 °C) numunesinin XRD analizi sonucu verilmektedir.

Çizelge 4.3. 5<sub>A</sub> (1400 °C) kodlu filtrenin EDX analizi

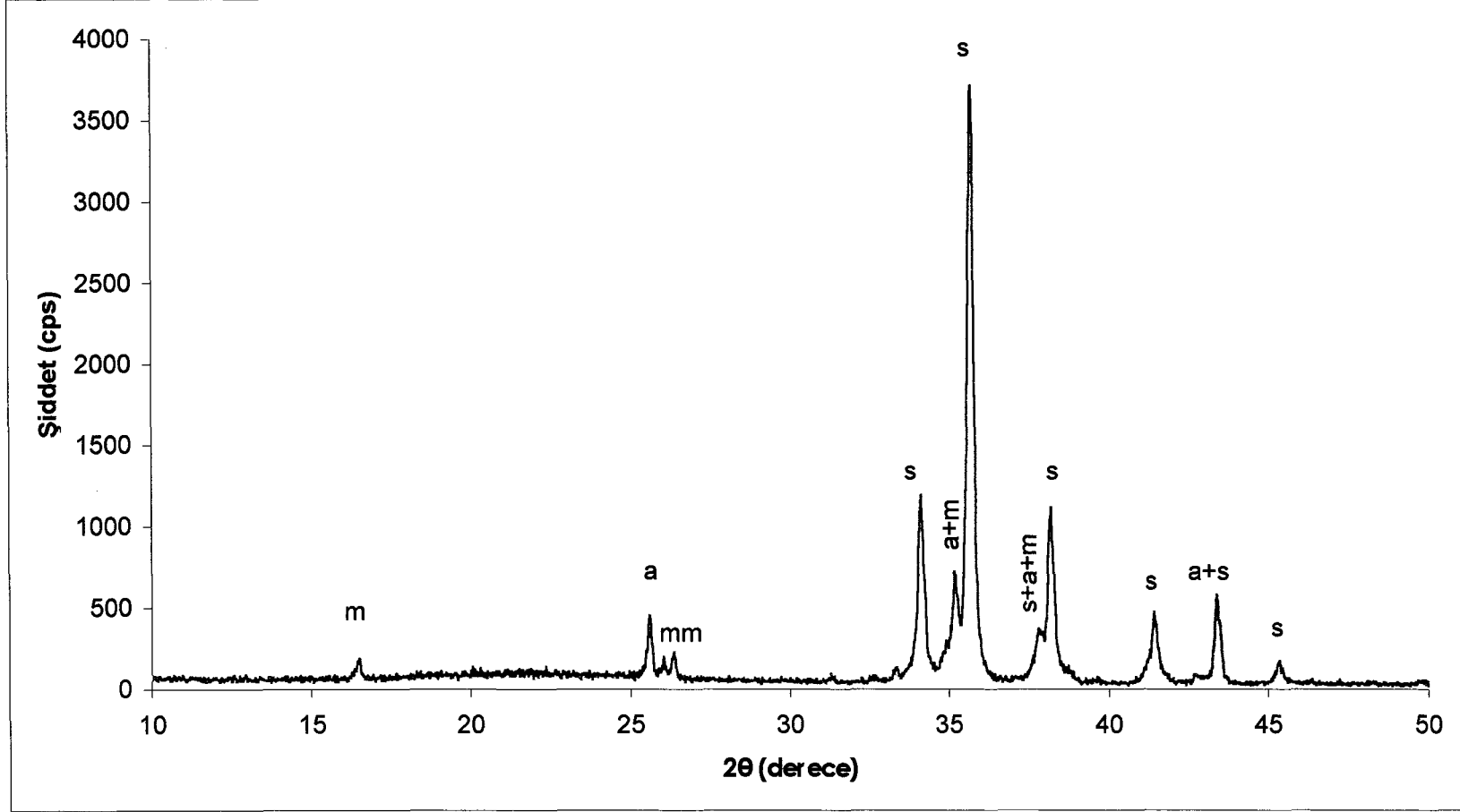
Element	1 (gri bölge)	2 (tane)	3 (siyah nokta)
C	-9	12	27
O	39	30	9
Al	5	8	3
Si	65	50	61

Şekil 4.20.b'de görülen 5<sub>A</sub> (Çizelge 4.2) filtresi ve Şekil 4.16.b'de görülen 4<sub>A</sub> (Çizelge 4.2) filtrelerinin her ikisinde de ağırlıkça aynı oranda (% 66) SiC, ilave olarak % 2 bentonit kullanılmış ve iki filtre de aynı rejimle (5 °C/dk hızla) 1400 °C'de sinterlenmiştir. Bu iki filtrenin tek farkı sinterleme ilavelerinin (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>) miktarlarıdır. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ SiO<sub>2</sub> oranı 4<sub>A</sub> kodlu filtrede 24/10 iken 5<sub>A</sub> kodlu filtrede 19/15'dir.

Silika miktarının artırılması ile Şekil 4.20.b'de görülen 5<sub>A</sub> (Çizelge 4.2) filtresindeki camsı faz 4<sub>A</sub>'dakine (Şekil 4.16.b) göre daha fazla (geniş alanlarda) oluşmuştur. Bunun sonucu olarak da iğnemsiz müllit taneleri geç oluşmasına rağmen daha kolay büyüebilmiştir (Şekil 4.20.b).

5<sub>A</sub> kodlu (Şekil 4.19.b) 1350 °C'de (10 °C/dk hızla) sinterlenen ve % 2 bentonit içeren numunede ise iğnemsiz taneler oluşmamıştır. İğnemsiz tanelerin oluşmamasının nedeni tanelerin gelişimi için bu sıcaklığın (1350 °C) yeterli olmaması ve/veya ısıtma hızının yüksek olması (10 °C/dk) olabilir.

5<sub>B</sub> kodlu filtrede (Şekil 4.21) 1400 °C'de (5 °C/dk hızla) sinterlenmesine rağmen aynı kompozisyona sahip olan diğer filtrelerden (5<sub>A</sub>-1350 °C ve 5<sub>A</sub>-1400 °C'den) (Şekil 4.19 ve Şekil 4.20) farklı olarak % 1,5 bentonit kullanılmıştır. 1400 °C'de sinterlenen numunede görülen iğnemsiz taneler (Şekil 4.20.b) bu filtrede görülmemektedir (Şekil 4.21). Bunun nedeni daha az (% 1,5) bentonit kullanımı dolayısıyla sıvı fazın daha az gelişmiş olması olabilir.



Şekil 4.22. 5<sub>A</sub> (1400 °C) numunesinin X-Işınları Difraktometresi (XRD) sonucu  
(m:müllit, s:silisyum karbür, a:alümina)

## 5. GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada polimerik sünger yöntemi ile SiC esaslı köpük filtre üretimi amaçlanmıştır.

SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve SiO<sub>2</sub> içeren; farklı kompozisyonlardaki seramik çamurlara reolojik özellikleri geliştirmek için katılan bentonit, bağlayıcılık özelliği kazandırmak için katılan rikabondun (plastikleştirici-peg) ve koloidal silikanın süngerin yakılarak uzaklaştırılması sonrasında malzemenin yaş mukavemetine olan etkisi araştırılmaya çalışılmıştır.

Çamura tiksotropik özellik kazandırılması amacıyla bentonit kullanılmış; fakat çamurun tiksotropik olmasının çamurun süngere kaplanması ve süngerin uzaklaştırıldıktan sonra mukavemetin sağlanması için yeterli olmadığı görülmüştür(Şekil 4.4). Bunun nedeninin çamurun süngere yapışmaması olabileceği düşünülmektedir. İlk aşamada peg tek başına kullanılmış ve bu sistem için pegin bağlayıcılık etkisi olmadığı anlaşılmış ve daha sonraki denemelerde çamura plastiklik kazandırmak amacıyla kullanılmıştır.

Bentonit ve peg'in birlikte ilave edildiği durumda ise çamurun süngere kaplanma miktarında artış (% 6,5'lerden 8'lere) görülmüştür. Bentonitin çamura tiksotropik özellik kazandırdığından dolayı süngerde biriken çamur miktarını artırdığı, peg'in ise plastiklik kazandırarak çamurun viskozitesini artırdığı ve dolayısıyla süngerde biriken çamur miktarını artırdığı düşünülmektedir. Süngerin uzaklaştırılmasından sonra yapının köşelerdeki çökmeler dışında şeklini koruduğu görülmüştür (Şekil 4.5). Süngerde biriken çamurun artması mukavemette artışa neden olmuştur fakat yapının mukavemetinin çökmelerden dolayı yeterince iyi olmadığı düşünülmektedir. Bentonit ve peg yapının mukavemetini artırsa da çökmeler engellenememiştir. Buradan peg'ün bu sistem için bağlayıcılık göstermediği ve farklı bir bağlayıcı kullanılması gerektiği söylenebilir.

Rikabond çamurun süngere kaplanma miktarını (% 8,1'den % 8,9'a) artırmıştır (Çizelge 4.1). Rikabondun bağlayıcılık özelliğini göstermiş, süngerde daha fazla toz birikmesine neden olmuştur ayrıca filtreler süngerin uzaklaştırılması ve sinterleme sonrasında mukavemetlerini korumuşlardır (Şekil 4.7).

Rikabond, SiC esaslı seramik köpük filtre üretiminde kullanılabilir fakat bunun kesinlik kazanması için rikabondlu filtrenin işletme şartlarında denenmesi gerekmektedir.

Kolloidal silika tane boyutu  $1 \mu\text{m}$  'nin altındaki  $\text{SiO}_2$ 'nin su içerisinde (kolloidal dispersiyon) dağıtılmasıyla üretilmektedir.

Kolloidal silikanın pahalı (20 €/kg) oluşu maliyeti artırmaktadır. Rikabond ise kolloidal silikaya göre daha ucuz olmasından dolayı (4,5 €/kg) daha düşük maliyetli üretime imkan vermektedir. Ancak işletme şartlarında, ürün bazında yapılan hesaplamalar sonucunda bu konuda kesin veriler elde edilebilecektir.

Çamurun süngere kaplanma miktarı arttıkça süngerin uzaklaştırılmasından sonra yapının şeklini daha iyi koruduğu belirlenmiştir. Yani süngerde biriken çamur miktarı arttıkça yapı şeklini koruyabilmektedir. Ayrıca çamurun süngere yeniden kaplanması ile süngerdeki toz miktarı artırılabilen ve yapı ayakta kalabilmektedir (Şekil 4.8).

SiC miktarı % 66'ya artırıldığında bentonitin ve % 75'e çıkarıldığında ise rikabondun yeterli olmadığı ve yapıda köşe kırıklarının oluştuğu görülmüştür. SiC % 66 oranında kullanıldığında bentonit miktarı artırılmış ve mukavemette belirgin bir artış sağlanabilmiştir. SiC % 75 oranında kullanıldığında ise, rikabondun artırılması mukavemeti arttırmıştır (Şekil 4.10).

Rikabond içeren filtrelerde (Çizelge 4.1), yaş mukavemetler açısından en iyi sonuçlar; % 60 SiC, % 30  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , % 10  $\text{SiO}_2$  kompozisyonu (1<sub>D</sub>) için % 1,5 bentonit ve % 5 rikabond (Şekil 4.7.b); % 66 SiC, % 24  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , % 10  $\text{SiO}_2$  kompozisyonu (2<sub>B</sub>) için % 2 bentonit ve % 5 rikabond (Şekil 4.9.b); % 75 SiC, % 15  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , % 10  $\text{SiO}_2$  kompozisyonu (3<sub>B</sub>) için % 1,5 bentonit ve % 8 rikabond (Şekil 4.10.b) ilavesi ile elde edilmiştir.

Üç farklı kompozisyon için rikabond içeren en iyi sonucun elde edildiği üç yapının (1<sub>D</sub>, 2<sub>B</sub>, 3<sub>B</sub>) 1350 °C'de yapılan sinterleme sonrasında Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile mikroyapısal analizleri yapılmış ve filtre yapılarında gözeneklerin olduğu (Şekil 4.12, Şekil 4.14.ve Şekil 4.16). belirlenmiştir. Bu her üç numunede de yeterince sinterlemenin sağlanamadığını göstermektedir. Fakat sinterleme sıcaklığı artırılıp ısıtma hızı azaltılarak üretilen filtrelerde yoğunlaşmanın daha yüksek olacağı düşünülmektedir.

% 66 SiC, % 24 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 10 SiO<sub>2</sub> kompozisyonu için rikabondlu ve koloidal silikalı numuneler karşılaştırıldığında yaş mukavemetlerinin benzer olduğu görülmüştür (Şekil 4.11).

Silisyum karbür esaslı seramik köpük filtre üretiminde yaygın olarak kullanılan koloidal silikanın kullanıldığı denemelerde (Çizelge 4.2) farklı sinterleme ilavesi miktarları ile (farklı Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> oranlarında) iki ayrı kompozisyonda sinterleme sıcaklıkları ve farklı ilave (bentonit) miktarları ile filtrenin mikroyapısındaki değişiklikler incelenmiştir.

% 2 bentonit ilavesi ile ve 1400 °C'de yapılan sinterleme sonucunda hem % 10 SiO<sub>2</sub> hem de % 15 SiO<sub>2</sub> içeren filtrelerde iğnemsî taneciklerin oluştuğu belirlenmiştir (Şekil 4.16.b ve Şekil 4.20.b). Bu filtrelere yapılan X-Işınları Difraktometresi analizi (XRD) sonucunda bu taneciklerin müllit olduğu görülmüştür (Şekil 4.18 ve Şekil 4.22).

Kompozisyonun içerdiği silika miktarı arttıkça yapıda camsı fazın daha fazla ama daha geç oluştuğu, bunun sonucu olarak da müllit taneciklerinin büyüdüğü görülmüştür. İlave bentonit miktarının artırılması ile (% 1,5'dan % 2'ye) sistemde sıvı faz oluşum sıcaklığının düşmesi ve oluşan sıvı faz miktarının artması sonucunda iğnemsî müllit tanelerinin daha kolay geliştiği düşünülmektedir. İğnemsî yapısı dolayısıyla müllit oluşumunun mukavemet üzerinde olumlu etkisinin olabileceği düşünülmektedir.

## 6. ÖNERİLER

Bundan sonraki seramik köpük filtre çalışmalarında fazla çamurun uzaklaştırılması ve yeniden çamur emdirme yöntemleri geliştirilerek çamurla daha homojen kaplanmış kapalı gözenekleri daha az olan filtreler üretilbilir.

Farklı alanlarda kullanılmak üzere; daha ucuz malzemelerle köpük filtreler üretilerek maliyet düşürülebilir.

Farklı por boyutlarına sahip olan süngerler ile filtreler hazırlanabilir. Yine farklı por boyutlarındaki süngerler kullanılarak fonksiyonel aşamalı malzemeler (FGM) üretilbilir.

## KAYNAKLAR

- [1] GÖREN, R., ve MARŞOĞLU, M., *Metalik Eriyiklerin Temizlenmesinde Filtreler ve Köpük Filtre Üstünlükleri*, Metal Makina, Ocak, 56-64 (1998).
- [2] ROJAS, P.C., PIDERIT, G.J. ve TORO, P., *Development of Open-Pore Silicon Carbide Foams*, Key Engineering Materials, 132-136, 1731-34, (1997).
- [3] GÖREN, R., ÖZSARAÇ, U. ve MARŞOĞLU, M., *Metalik Sıvıların Temizlenmesinde İleri Süreç: Filtrasyon – I*, Metalurji, Şubat/112, 27-30, (1998).
- [4] KOMEYA, K., ve MATSUI, M., *High Temperature Engineering Ceramics*, Materials Science and Technology (Ed: Cahn, R.W., Haasen, P. and Kramer, E.J.), VCH Publishers Inc., 11 (Volume Ed: Swain, M.), (1994).
- [5] GÖREN, R., Öz Saraç, U. ve Marşoğlu, M., *Metalik Sıvıların Temizlenmesinde İleri Süreç: Filtrasyon –II* , Metalurji, 120, 15-18, (1999).
- [6] SHEPPARD, L. M., *Ceramic Foams for Metal Filtration*, Ceram. Bull., 70 [7], s.1149-1150, (1991).
- [7] GÖREN, R., GÖKTAŞ, A.A. ve MARŞOĞLU, M., *Metalik Eriyiklerin Filtrasyonunda Seramik Döküm Filtreler*, Metalurji, 102,61-63, (1996).
- [8] HOFMANN, F., TRAPP, H. G., RIETZSCHER, R., OTTO, J., KAETTLITZ, W., TRİNKİ, G., *Ceramic filter and method for using same*, U.S. 4713180 (1987).
- [9] SAGGIO-WOYANSKY, J., SCOTT, C.E. ve MINNEAR, W.P., *Processing of Porous Ceramics*, Am. Ceram. Soc. Bull., [71] 11, 1674-1682 (1992).
- [10] HACK, J.A., CLARC, H. ve CHILD, N., *The Filtration of Steel Castings*, The Foundrymen, April, 183-188 (1990).
- [11] AZUMI, S., *Ceramic foam filters*, E.P. 0412673 A2 (1990).

- [12] BROCKMEYER, J. W., *Process for preparing a ceramic foam*, U.S. 4610832 (1986).
- [13] BROCKMEYER, J. W., AUBREY, L. S. ve DORE, J. E., *Ceramic foam filter and process for preparing same*, U.S. 4885263 (1989).
- [14] BROCKMEYER, J. W., *Ceramic foam filter*, U.S. 4343704 (1982).
- [15] RAVAULT, F. E.G., *Manufacture of porous ceramic materials*, U.S. 3907579 (1975).
- [16] RAVAULT, F. E.G., *Production of porous ceramic materials*, U.S. 4004933 (1977).
- [17] YARWOOD, J. C., DORE, J. E. ve PREUSS, R. K., *Ceramic foam filter*, U.S. 3962081 (1976).
- [18] ZHU, X., JIANG, D. ve TAN, S., *The control of slurry rheology in the processing of reticulated porous ceramics*, Materials Research Bulletin, **37**, 541-553, (2002)
- [19] ZHU, X., JIANG, D. ve TAN, S., *Preparation of silicon carbide reticulated porous ceramics*, Materials Science and Engineering, A323, 232-238, (2002).
- [20] WASHBOURNE, C., *Catalyst carriers*, U.S. 3972834 (1976).
- [21] BOLOME, J., *Molten metal filter*, U.S. 4265659 (1981).
- [22] HARGUS, P., MULA, J. ve REDDEN, M., *Process for forming a ceramic foam*, U.S. 4866011 (1989).
- [23] WU, M. ve MESSING, G., *SiC-whisker-reinforced cellular SiO<sub>2</sub> composites*, J. Am. Ceram. Soc. **73** [11], 3497-99 (1990).
- [24] RAVAULT, F. E.G., *Production of porous ceramic materials through the use of foam attacking agents*, U.S. 3845181 (1974).
- [25] COLOMPO, P., *Ceramic foams: fabrication, properties and applications*, Key Eng. Mat., 206-213, 1913-18 (2002).
- [26] BROCKMEYER, J. W., AUBREY, L. S. ve DORE, J. E., *Ceramic foam filter*, U.S. 4975191 (1990).