

Silisyum Karbür Esaslı Seramik Köpük Filtre Üretimi

*¹Fatih Çalışkan, ²Fehmi Yılmaz, ¹Zafer TATLI

Sakarya Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü
Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İmalat Mühendisliği Bölümü

Özet

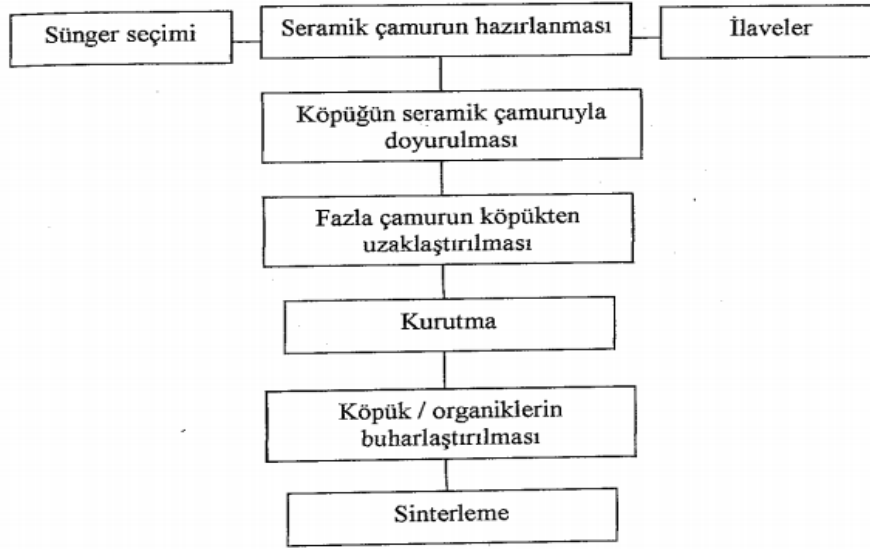
Bu çalışmada ergimiş metal filtrasyonunda kullanılmak üzere poliüretan köpük(PUF) kullanılarak replikasyon yöntemiyle silisyum karbür esaslı seramik filtre üretimi amaçlanmıştır. Farklı toz boyutlarında SiC içeren seramik çamurun reolojik özelliklerini iyileştirmek amacıyla bentonit, bağlayıcılık ve köpük formu destekleyici olarak PMMA (Takilon İngiltere, Toz boyutu:-32 µm), FDL-L5(Üçgen Pigmentler ve Polimer Katlılar A.Ş. İstanbul) ilavesi yapılmıştır. Yaş mukavemet açısından en uygun toz karışım oranlarının %80 SiC, %10 Bentonit, %10 FDL-L5 (ağ.) ve %85 SiC, %10 Bentonit, %5 PMMA (ağ.) kompozisyonları olduğu saptanmıştır. Hazırlanan prekürsörler; 1200-1400°C arasında sinterlenmiş ve optimum sinterleme sıcaklığı olarak 1350°C olduğu gözlenmiştir. Sinterleme numunelerinin karakterizasyonunda Makro Stereo Mikroskop ve Optik Mikroskopla incelemeler yapılmıştır. Sinterleme sonrası numunelerde oluşan optimum gözenek yapısı Makro Stereo mikroskopya yardımıyla incelenerek 460-951 µm arasında olduğu ölçülmüştür. Ağsı yapı ayrıca Optik Mikroskopla da incelenmiş ve gözenek duvar kalınlığı optimum boyutunun 200-250µm olduğu ölçülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Seramik Köpük, Döküm Filtresi, Silisyum Karbür, Polimerik Sünger, Replikasyon Yöntemi

1. Giriş

Gözenekli seramikler ihtiva ettiği şekle göre iki genel kategoride sınıflandırılabilir. Bunlar bal peteği şekilli (honeycomb) seramikler ve köpük (foam) seramiklerdir. Köpük seramikler birbirleriyle temas halindeki açık boşlukların sürekli bir seramik bağ ile bağlanmasından oluşan üç boyutlu gözenekli malzemelerdir [1]. Bal peteği şekilli seramikler ise presleme ya da ekstrüzyon yöntemiyle üretilen iki boyutlu gözenekli malzemelerdir. Köpük seramikler üretim yöntemlerine göre açık ya da kapalı gözenek yapılarında elde edilmektedir. Uygulama alanları da bu gözenek yapılarına bağlı olarak değişmektedir [2]. Demir metallerinin filtrasyonunda 140 milyon filtre/yıl, alüminyum dökümde 20 milyon filtre/yıl ve çelik dökümde 2 milyon filtre/yıl olmak üzere filtre malzemesi olarak gözenekli seramiklerin kullanımı artarak devam etmektedir [3]. Ülkemizde döküm üretim tonajları her geçen yıl artmakta, buna paralel olarak sıvı metal filtre tüketimi de artmaktadır. Günümüzde kaynaklı tamirlerine izin verilmeyen yada bir hayli zor olan uçak ve otomotiv sanayilerine yönelik çoğu hassas parçaların üretilmesinde en çok kullanılan seramik filtreler köpük filtrelerdir. Köpük filtreleri diğer filtrelerden ayıran en önemli özellik yüksek filtrasyon verimidir [8]. Köpük filtreler, potadan kalıba gönderilen sıvı metal akışını kontrol ederek, sıvı metal içindeki metalik olmayan parça ya da kalıntıları filtre etme görevini yerine getirirler. Böylece daha temiz döküm parçalarının üretilmesi mümkün olmakta hatalı ürün oranları önemli ölçüde aşağılara çekilebilmektedir. Gözeneklerin iri olması dökümü yapılan sıvı metal kütlesini parçaladığından akışı nispeten kolaylaştırmakta, döküm sıvısının filtre içinde

dolambaçlı akışı safsızlıkların giderilmesi durumunu güçlendirmektedir. Köpük seramik üretim yöntemlerinin başlıcaları; polimer sünger metodu(replikasyon yöntemi), direk köpükleştirme ve karbon preformların CVD/CVI (Chemical Vapour Deposition/Chemical Vapour Infiltration) yöntemleriyle kaplanmasıdır [1, 2]. Günümüzde köpük seramiklerin üretiminde en yaygın olarak kullanılan yöntem replikasyon prosesidir. Proses akım şeması Şekil 1’de verildiği gibidir.



Şekil 1. Replikasyon prosesinin akım şeması

Replikasyon yöntemiyle üretilen köpük seramik filtrelerin en yaygın kullanım alanları; ergimiş metal ve sıcak gaz filtreleri, petro kimya endüstrisinde kullanılan katalitik destekler ve dizel motor egzoz filtreleridir [4]. Dökme demir uygulamalarında SiC filtreler yaygın olarak kullanılmaktadır[5]. Köpük seramik üretiminde SiC’nin tercih edilme nedeni düşük ısıl genleşme katsayısı, termal iletkenlik ve mekanik mukavemet özellikleridir[4]. Silisyum karbür yüksek sertlik, mükemmel yüksek sıcaklık sürünme direnci, yüksek ısıl iletkenlik, yarı iletken özellikler ve mükemmel oksidasyon/korozyon direnci özelliklerine sahiptir. Ayrıca SiC’nin mekanik özellikleri karşılaştırmalı olarak Tablo 1’de verilmiştir.

Tablo 1. Silisyum Karbür, Alumina, Zirkonyum, Magnezyumun mekanik özelliklerinin karşılaştırılması

	Silisyum Karbür	Alumina	Zirkonyum	Magnezyum
Gözenek Yoğunluğu	8-40	8-40	8-40	8-40
Porozite	80-90	80-90	80-90	80-90
Çalışma Sıcaklığı	1500	1100	1700	1700
Eğilme Direnci	0.8	0.6	0.8-1.0	0.8-1.0
Basma Direnci	0.9	0.8	1.0-1.2	1.0-1.2
Termal Şok Direnci	6	6	6	6

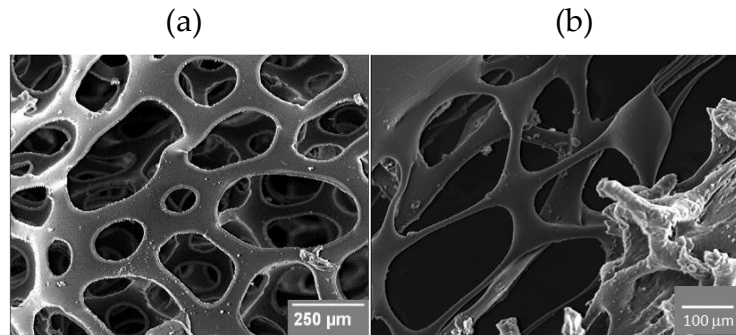
2. Deneysel Çalışma

2.1. Reçete Oluşturma

Silisyum karbür esaslı köpük seramik filtre üretiminde iskelet yapıyı teşkil edecek polimer malzemesi olarak Ersan Endüstriyel Sünger Ürünleri Sanayi Tic. Ltd. Şti. 'den temin edilen 10-20 PPI (Inc basına düşen por) gözenek yoğunluğundaki poliüretan süngerler kullanılmıştır. Seramik yapıyı teşkil edecek hammaddeler -100µm inceliğe kadar seramik bilyalı değirmende öğütülerek uygun olarak karıştırılmıştır. Ayrıca nihai ürün etkisini incelemek amacıyla -32µm ve -100µm toz boyutlarındaki SiC içerisine ayrı ayrı %10 artan miktarlarda Bentonit ve köpük yapıyı destekleyici olarakta FDL-L5 (Üçgen Pigmentler ve Polimer Katlılar A.Ş. İstanbul) ve PMMA (Takilon İngiltere, Toz boyutu:-32 µm) ilavesi yapılmıştır.

2.2. Şekillendirme

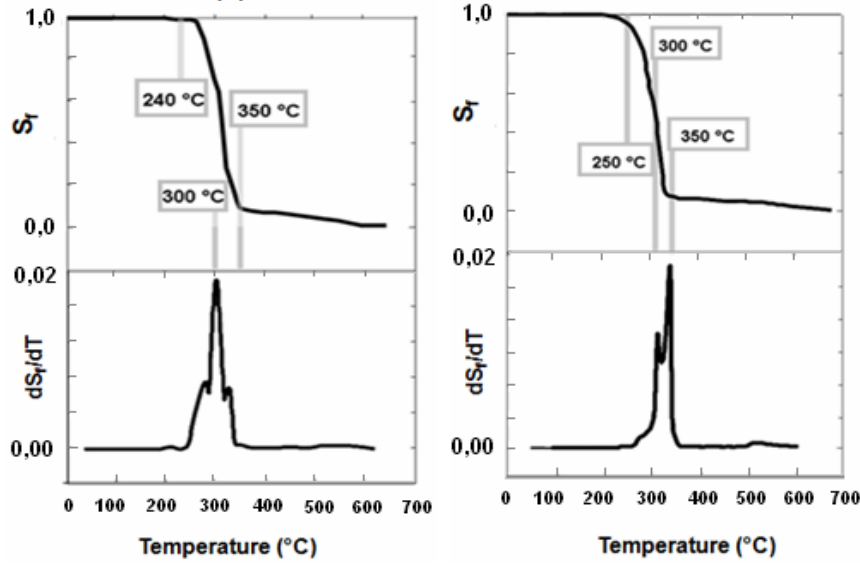
Literatürde seramik köpük filtre üretimiyle ilgili yapılmış çalışmalar da seramik çamur içerisindeki katı madde miktarının büyük önem arz ettiği deney sonuçlarından anlaşılmıştır. SiC esaslı filtre malzemesi üretiminde seramik çamurdaki katı madde miktarı arttığında mukavemet değerlerinin önemli derecede arttığı görülmüştür [6,7]. Bu bulgulardan yola çıkarak replikasyon yöntemiyle polimer sünger yüzeyine kaplanacak en yüksek katı madde içerikli seramik solüsyon eldesi; %80 SiC (Bunun %80 ni -32 µm %20 si ise -100 µm toz boyutundadır) ve %10 Bentonit %10 FDL-L5 , %85 SiC (Bunun %80 ni -32 µm ,%20 si ise -100 µm toz boyutundadır). % 10 Bentonit %5 PMMA oranlarındaki hammadde karışımları farklı katı/su oranlarında karıştırılarak sulu solüsyonlar haline getirilmiştir. SiC esaslı çamurun akışkanlığı yine SiC karbür oranının yüksek olmasından dolayı fazla olduğundan kaplama kalınlığının azalmasına neden olduğu gözlemlenmiştir. SiC esaslı hazırlanmış olan bu solüsyonla daldırma yöntemiyle polimer sünger üzerine kaplama yapılarak filtre numuneler elde edilmiştir. Kaplama kalınlığını arttırmak amacıyla aynı reçeteyle hazırlanmış solüsyona sünger belli periyotlarla tekrar (2 veya 3 kez) daldırılmıştır. Poliüretan süngerin SEM altındaki incelemelerinde aşağıdaki görüntüler elde edilmiştir. Görüntülerde poliüretan süngerin oda sıcaklığındaki ve 400 C 'deki SEM fotoğrafları verilmektedir [9].



Şekil 2. Poliüretan süngerin; (a)SEM görüntüsü, (b)400 C ye kadar ısıtıldıktan sonraki SEM görüntüsü [9].

2. 3. Sinterleme

Sinterleme prosesinde poliüretan süngerin seramik yapıyı tahrip etmeden yapıdan uzaklaştırılması için uygulanacak ısıtma rejiminin belirlenmesinde A.B Sifontes ve arkadaşlarının yazdığı makale analizindeki DTA-TG analizi verileri dikkate alınmıştır [9].



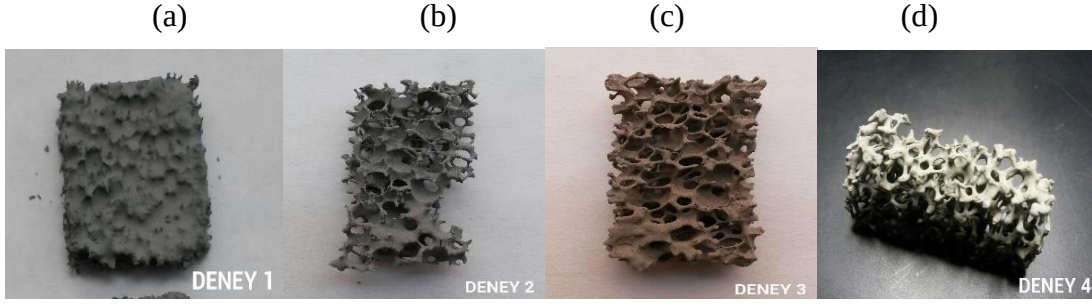
Şekil 3. Poliüretan süngerin DTA-TG analizi [9]

DTA analizinde reaksiyonların 240°C’de başlayıp 600°C’e kadar devam ettiği ve 400°C civarında süngerin oksijen ile yanma reaksiyonu neticesinde en fazla ağırlık kaybının gerçekleştiği TGA analizi ile tespit edilmiştir (Şekil 3). Bu verilerden polimer esaslı süngerin yapıyı tahrip etmeden uzaklaştırılması için söz konusu sıcaklıklarda yavaş ısıtma hızıyla ısıtılması gerektiği düşünülmüştür. Sinterleme işlemleri seramik tüplü (PTF 14 model fırında) 4°C/dk ısıtma hızında 600°C’ye kadar ve bu sıcaklıkta 15 dk bekletilip 10°C/dk ısıtma hızında 1350°C ye kadar ısıtılarak ve bu sıcaklıkta 1 saat süre bekletilerek gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sonrası elde edilen nihai ürünler (Şekil a, b, c) resmedilmiştir.

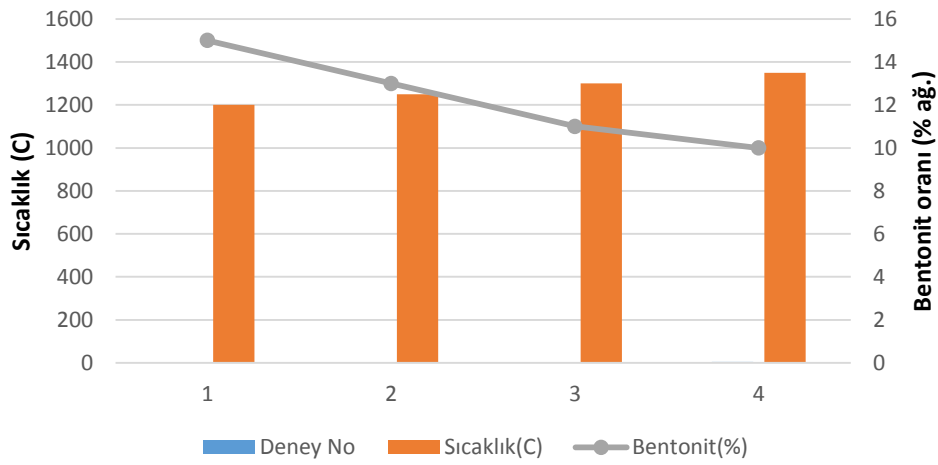
Sıcaklığa bağlı olarak bentonit miktarının değişimi Tablo 2’de verilmiştir. Aynı şekilde en iyi filtre formun elde edildiği kompozisyon ve bu kompozisyondaki bentonit miktarı Şekil 6’te grafik olarak analiz edilmiştir.

Tablo 2. Bağlayıcı ve Sıcaklık ilişkisi

Deney No	Sıcaklık (°C)	Bentonit (%)
1	1200	15
2	1250	13
3	1300	11
4	1350	10

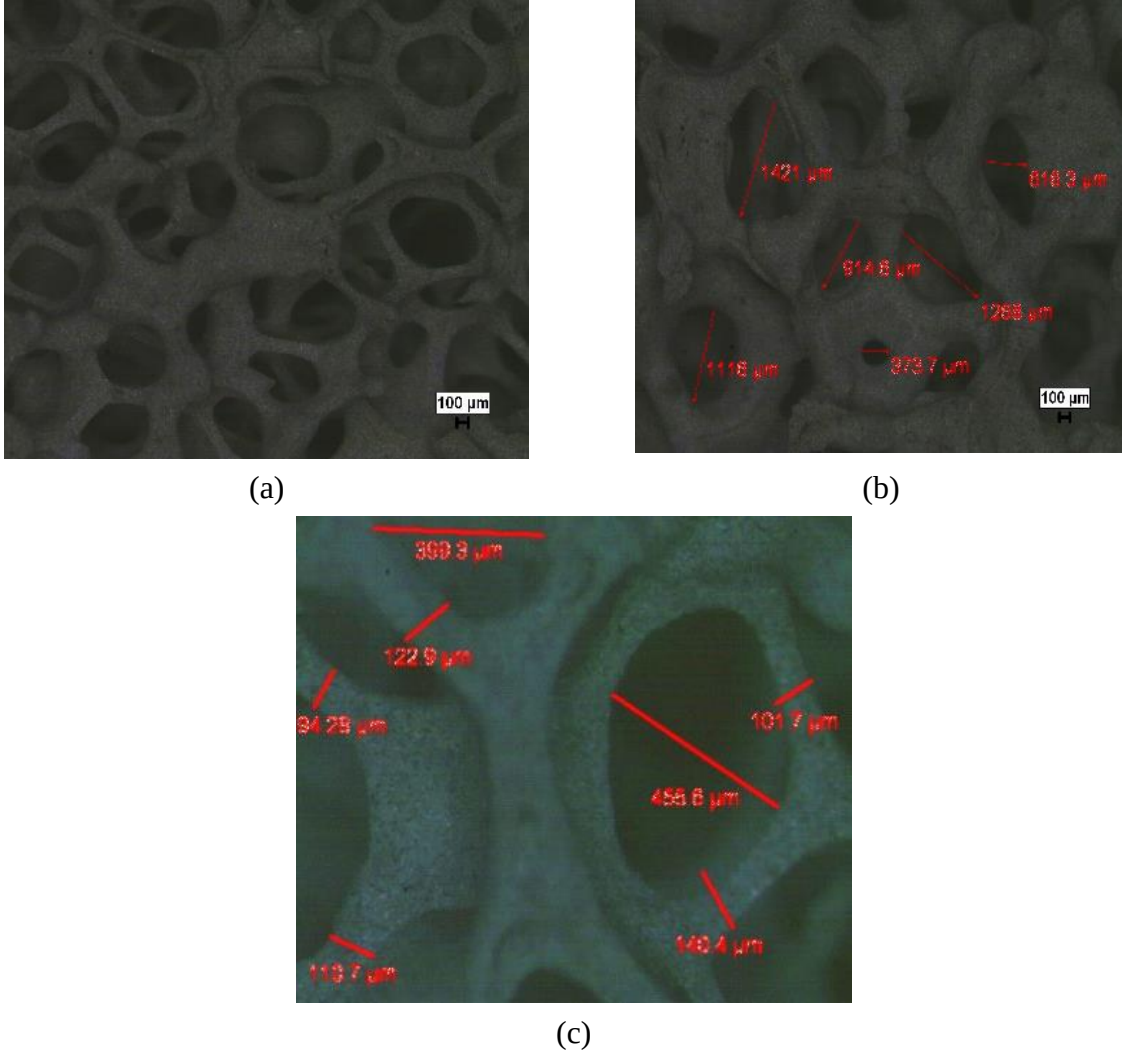


Şekil 5. Deney Numunelerinin sinterleme sonrası görüntüleri; (a):Deney 1, (b):Deney 2, (c):Deney 3, (d):Deney 4



Şekil 6. Bağlayıcı ve Sıcaklık ilişkisini gösteren grafik

Yukarıdaki (Şekil 6) grafiğe göre en iyi karışım verilenlerden de anlaşıldığı üzere %10 bentonit miktarıyla 1350°C’de sinterlenen numunede gözlemlenmiştir. Çamurun süngere kaplama miktarı arttıkça süngerin uzaklaştırılmasından sonra yapının şeklini daha iyi koruduğu belirlenmiştir. Yani süngerde biriken çamur miktarı arttıkça yap şeklini koruyabilmektedir böylece en uygun filtre form üretilmiş olmaktadır.



Şekil 4. Sinterleme sonrası filtre form görüntüleri; (a):10PPI, (b):10PPI, (c):20PPI

4. Sonuçlar

Bu çalışmada polimerik sünger yöntemi ile silisyum karbür esaslı seramik filtre üretimi amaçlanmıştır. SiC esaslı farklı kompozisyonlardaki seramik çamurlara reolojik özelliklerini geliştirmek ve bağlayıcılığını arttırmak için katılan bentonit ve köpük formu destekleyici olarak FDL-L5, PMMA kullanılmıştır. Yapılan deneysel çalışmaların sonucunda bentonitin filtre üretiminde kullanılabilir bir bağlayıcı olduğu görülmüş, ilave edilen FDL-L5'nin PMMA'ya göre daha iyi köpük form yapıcı olduğu belirlenmiştir.

Kaynaklar

- [1] Woyansky J. S., Scott C. E., Minnear W. P., "Processing of Porous Ceramics", American Ceramic Society Bulletin, Vol.71, No.11, 1992
- [2] Colombo P., "Ceramic Foams: Fabrication, Properties and Applications", Dipartimento Di Scienza Dei Materiali E Chimica Applicata, Universita Di Bologna, Viale Risorgimento 2, I-40136 Bologna, Italy
- [3] Jaunich H., Aneziris C.G., Hubalkova J., "Innovative Filter And Feeder Approaches For Advanced Metal Casting Technologies", Interceram Refractories Manual, 18-21, 2004
- [4] ROJAS, P.C, Piderit, G.J. ve Toro, P., Development of Open-Pore Silicon Carbide Foams, Key Engineering Materials, 132-136, 1731-34, (1997)
- [5] Gören, R., Özşarç, U. Ve Merssoğlu, M., Metalik Sıvıların Temizlenmesinde İleri Süreç : Filtrasyon - 1, Metalurji, Şubat/112, 27-30, (1998)
- [6] F.A. Costa Oliveira, S. Dias, M. Fátima Vaz, J. Cruz Fernandes, "Behaviour of Open-cell Cordierite Foams Under Compression", Journal of the European Ceramic Society 26 (2006) 179–186
- [7] Zhu X., Jiang D., Tan S., "The Control of Slurry in The Processing of Reticulated Porous Ceramics", Material Research Bulletin 37, 541-553, 2002.
- [8] Gören, R., ve Marşoğlu, M., Metalik Eriyiklerin Temizlenmesinde Filtreler ve Köpük Filtre Üstünlükleri, Metal Malin, Ocak 56-64 (1998)
- [9] Sifontes, A.B., Urbina, M., Fajardo, F., Preparation of alumina foams of high surface area employing the polyurethane sponge replica method Lat. Am. Appl. Res. Vol.40 no:2 Bahia Blanca abr.2010
- [10] Colombo, P. , "Ceramic foams: fabrication, properties and applications", *Key Eng. Mater*, 206-213, 1913-1918 (2002).
- [11] Saggio-Woyansky, J., C.E. Scott and W.P. Minnaer, "Processing of porous ceramics", *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 71, 1674-1682 (1992).
- [12] Zuercher, S., K. Pabstand G. Schaub, "Ceramic foams as structured catalyst inserts in gas-particle filters for gas reactions. Effect of backmixing", *Appl. Catal. A: Gen.*, 357, 85-92 (2009).
- [13] Twigg, M.V. and J.T. Richardson, "Fundamentals and applications of structured ceramic foam catalysts", *Ind. Eng. Chem. Res.*, 46, 4166-4177 (2007).