D. ALTAN, 2023



T.C.
NİĞDE ÖMER HALİSDEMİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KATI OKSİT YAKIT PİLLERİ İÇİN METALİK OLMAYAN ELYAF TAKVİYELİ CAM-SERAMİK SIZDIRMAZLIK MALZEMELERİNİN PERFORMANSLARININ İNCELENMESİ

DERYA ALTAN

EYLÜL 2023

NİĞDE ÖMER HALİSDEMİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

T.C.
NİĞDE ÖMER HALİSDEMİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI

KATI OKSİT YAKIT PİLLERİ İÇİN METALİK OLMAYAN ELYAF TAKVİYELİ CAM-SERAMİK SIZDIRMAZLIK MALZEMELERİNİN PERFORMANSLARININ İNCELENMESİ

DERYA ALTAN

Yüksek Lisans Tezi

Danışman

Prof. Dr. Selahattin ÇELİK

Eylül 2023

Derya ALTAN tarafından **Prof. Dr. Selahattin ÇELİK** danışmanlığında hazırlanan "**Katı Oksit Yakıt Pilleri için Metalik Olmayan Elyaf Takviyeli Cam-Seramik Sızdırmazlık Malzemelerinin Performanslarının İncelenmesi**" adlı bu çalışma jürimiz tarafından Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Makine Mühendisliği** Ana Bilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. Bora TİMURKUTLUK, Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi

Üye : Prof. Dr. Selahattin ÇELİK, Ankara Yıldırım Beyazıt Üniversitesi

Üye : Doç. Dr. Hasan ÖZCAN, Ankara Yıldırım Beyazıt Üniversitesi

ONAY:

Bu tez, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca belirlenmiş olan yukarıdaki jüri üyeleri tarafından …./…./20.... tarihinde uygun görülmüş ve Enstitü Yönetim Kurulu'nun …./…./20.... tarih ve …..... sayılı kararıyla kabul edilmiştir.

...../...../20...

Prof. Dr. Mustafa KARATEPE
MÜDÜR

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içerisindeki bütün bilgilerin bilimsel ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Derya ALTAN

ÖZET

KATI OKSİT YAKIT PİLLERİ İÇİN METALİK OLMAYAN ELYAF TAKVİYELİ CAM-SERAMİK SIZDIRMAZLIK MALZEMELERİNİN PERFORMANSLARININ İNCELENMESİ

ALTAN, Derya
Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Danışman : Prof. Dr. Selahattin ÇELİK

Eylül 2023, 74 sayfa

Katı oksit yakıt pillerinde sızdırmazlık elemanı yakıt ve oksitleyicinin sızıntılarını veya doğrudan karışmasını önleme ve hücre performansının sürdürülebilmesi için kritik öneme sahiptir. Katı oksit yakıt pillerinin yüksek sıcaklık gerektiren çalışma koşulları uygun sızdırmazlık malzemesi sorununu da beraberinde getirmektedir. Tez kapsamında katı oksit yakıt pillerinde yaygın kullanıma sahip cam-seramik sızdırmazlık elemanının üretimi başarı ile gerçekleştirilmiş ve cam-seramik sızdırmazlık elemanının performansının iyileştirilmesi amacıyla metalik olmayan fiber takviyeli cam-seramik kullanımı test edilmiştir. Bazalt fiber, kevlar fiber, cam fiber ve karbon fiber ile takviye edilmiş olan fiber/cam-seramik kompozitlerinin sızdırmazlık elemanı olarak kullanımı deneysel olarak incelenmiştir. Her bir durum ayrıca termal döngü aşamalarına tabi tutulmuştur. Yapışma mukavemeti, mikroyapı ve XRD analizlerinin ışığında karbon fiber takviyeli cam-seramik sızdırmazlık elemanının standart cam-seramik sızdırmazlık elemanına göre %45 performans iyileşmesi sunduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Sözcükler: Katı oksit yakıt pili, Sızdırmazlık elemanı, Cam-seramik, Kompozit, Elyaf takviye, Karbon fiber

SUMMARY

INVESTIGATION OF PERFORMANCE OF NON-METALLIC FIBER REINFORCED GLASS-CERAMIC SEALANTS FOR SOLID OXIDE FUEL CELLS

ALTAN, Derya
Nigde Ömer Halisdemir University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Mechanical Engineering

Supervisor : Prof. Dr. Selahattin ÇELİK

September 2023, 74 pages

In solid oxide fuel cells, the sealing element is critical to prevent leakage or direct mixing of fuel and oxidizer and to maintain cell performance. The high-temperature operating conditions of solid oxide fuel cells bring along the problem of suitable sealing materials. In this thesis, a glass-ceramic sealing element, which is widely used in solid oxide fuel cells, was successfully fabricated and the use of non-metallic fiber-reinforced glass-ceramic element was tested to improve the performance of the glass-ceramic sealing element. The use of fiber/glass-ceramic composites reinforced with basalt fiber, kevlar fiber, glass fiber and carbon fiber as sealing elements was experimentally investigated. Each case was also subjected to thermal cycles. Based on bond strength, microstructure and XRD analysis, it was found that the carbon fiber-reinforced glass-ceramic seal offers 45% performance improvement over the standard glass-ceramic seal.

Keywords: Solid oxide fuel cell, Sealing element, Glass-ceramic, Composite, Fiber reinforcement, Carbon fiber

ÖN SÖZ

Katı oksit yakıt pillerinde kritik bir öneme sahip olan cam-seramik sızdırmazlık elemanlarının performansının iyileştirilmesi amacıyla metalik olmayan fiberler ile birlikte kullanımının analiz edildiği bu çalışmada tez danışmanım olan Prof. Dr. Selahattin ÇELİK'e teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışması boyunca kıymetli yardımları ile sürekli yanımda olan eşim Dr. Tolga ALTAN'a teşekkür ediyorum.

Ayrıca desteklerini esirgemeyen Prof. Dr. Bora TİMURKUTLUK ve Dr. Öğr. Üyesi Çiğdem TİMURKUTLUK'a ve çalışmalarım boyunca malzeme/ekipman desteği sağlayan Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Prof. Dr. T. Nejat Veziroğlu Temiz Enerji Uygulama ve Araştırma Merkezi'ne en içten teşekkürlerimi sunarım.

Her zaman yanımda olan babam İsmail VURAL ve annem Bediha VURAL'a da emeklerinden ötürü sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum.

Bu tezi biricik kızımız Alya Gülcan ALTAN'a ithaf ediyorum.

İÇİNDEKİLER

ÖZET iv
SUMMARY v
ÖN SÖZ vi
İÇİNDEKİLER vii
ÇİZELGELER DİZİNİ ix
ŞEKİLLER DİZİNİ x
SİMGE VE KISALTMALAR xiii
BÖLÜM I 1
GİRİŞ 1
1.1 Yakıt Pili Teknolojileri 1
1.2 Katı Oksit Yakıt Pilleri 3
1.3 Sızdırmazlık Elemanı 5
1.4 Amaç ve Kapsam 5
BÖLÜM II 6
LİTERATÜR TARAMASI 6
BÖLÜM III 13
MATERYAL ve METOT 13
3.1 Cam Seramik Sızdırmazlık Elemanı Üretimi 13
3.2 Kullanılan Fiber/Elyaf Seçimi ve Özellikleri 15
3.3 Test Düzeneği ve Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi 17
3.4 Fırınlama ve Termal Döngü Süreci 22
3.5 Mikroyapı ve XRD Analizi 24
BÖLÜM IV 26
BULGULAR ve TARTIŞMA 26
4.1 Mekanik Sonuçlar 26
4.2 Mikroskop ve SEM Sonuçları 41
4.3 XRD Sonuçları 62

BÖLÜM V 64
SONUÇ VE ÖNERİLER 64
KAYNAKLAR 66
ÖZ GEÇMİŞ 74

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1. Yakıt pili türlerinin karşılaştırması (Altan, 2023) 2
Çizelge 2.1. Kullanılan fiberlerin mekanik ve fiziksel özellikleri 12
Çizelge 3.1. Kullanılan cam-seramik tozu ve fiber malzemelerin fiyat özellikleri 16
Çizelge 3.2. Sızdırmazlık elemanı tasarımları ve ilgilenilen durumlar 24

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. KOYP çalışma prensibi (Altan, 2023) 3
Şekil 1.2. KOYP sistem elemanları 4
Şekil 3.1. Cam-seramik üretim adımları: cam-seramik tozu (a), Mylar film üzerine döküm (b), filmlerin eşit boyda kesilmesi (c), filmden ayrılan dökümün üst üste istiflenmesi (d), lazer kesim (e) ve elde edilen nihai cam-seramik test numuneleri (f) 14
Şekil 3.2. Fiber Kumaş türleri, Lazer kesim sonrası elde edilen numuneler ve planlanan sızdırmazlık dizaynları 17
Şekil 3.3. Tasarlanan çekme numunesi ölçüleri (a), standart cam-seramik numunenin (b) ve fiber takviyeli cam seramik numunenin çekme plakasına konumlandırılması (c) 18
Şekil 3.4. Deney düzeneği tasarımının izometrik (a), sol (b) ve ön görünümleri (c) 19
Şekil 3.5. Deney düzeneği kurulum aşamaları 20
Şekil 3.6. Çekme testi için özel olarak tasarlanan aparat ve çekme numunesinin yerleşimi 20
Şekil 3.7. Fırınlama reçetesi 23
Şekil 3.8. Termal döngü reçetesi 23
Şekil 3.9. FE-SEM analizi için kalıba alınmış numuneler 25
Şekil 4.1. CS, CS-1, CS-3 ve CS-5 durumları için elde edilen sonuçların güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafiği gösterimleri (b) 27
Şekil 4.2. CS, CS-1, CS-3 ve CS-5 durumları için elde edilen Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri 28
Şekil 4.3. BF_CS, BF_CS-1, BF_CS-3 ve BF_CS-5 durumları için elde edilen sonuçların güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafiği gösterimleri (b) 30
Şekil 4.4. BF_CS, BF_CS-1, BF_CS-3 ve BF_CS-5 durumları için elde edilen Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri 31
Şekil 4.5. AF_CS, AF_CS-1, AF_CS-3 ve AF_CS-5 durumları için elde edilen sonuçların güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafiği gösterimleri (b) 32

Şekil 4.6. AF_CS, AF_CS-1, AF_CS-3 ve AF_CS-5 durumları için elde edilen Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri 33
Şekil 4.7. CF_CS, CF_CS-1, CF_CS-3 ve CF_CS-5 durumları için elde edilen sonuçların güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafiği gösterimleri (b)..... 35
Şekil 4.8. CF_CS, CF_CS-1, CF_CS-3 ve CF_CS-5 durumları için elde edilen Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri 36
Şekil 4.9. KF_CS, KF_CS-1, KF_CS-3 ve KF_CS-5 durumları için elde edilen sonuçların güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafiği gösterimleri (b)..... 37
Şekil 4.10. KF_CS, KF_CS-1, KF_CS-3 ve KF_CS-5 durumları için elde edilen Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri 38
Şekil 4.11. Tüm durumların karşılaştırmalı gösterimleri: güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafikleri (b)..... 39
Şekil 4.12. Tüm durumların karşılaştırmalı gösterimleri: Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri 40
Şekil 4.13. CS durumlarına ait kırılma yüzeylerinin mikroskop görüntüleri 42
Şekil 4.14. BF_CS durumlarına ait kırılma yüzeylerinin mikroskop görüntüleri 43
Şekil 4.15. AF_CS durumlarına ait kırılma yüzeylerinin mikroskop görüntüleri 44
Şekil 4.16. CF_CS durumlarına ait kırılma yüzeylerinin mikroskop görüntüleri 46
Şekil 4.17. KF_CS durumlarına ait kırılma yüzeylerinin mikroskop görüntüleri 47
Şekil 4.18. Mikroyapı analizi için hazırlanmış numunelerin 35X büyütmede mikroskop görüntüleri; CS (a), BF_CS (b), AF_CS (c), CF_CS (d) ve KF_CS (e)..... 48
Şekil 4.19. Mikroyapı analizi için hazırlanmış numunelerin 35X büyütmede mikroskop görüntüleri; CS-5 (a), BF_CS-5 (b), AF_CS-5 (c), CF_CS-5 (d) ve KF_CS-5 (e)..... 49
Şekil 4.20. Termal döngü öncesi baz durum (CS) için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri..... 51
Şekil 4.21. CS-5 için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri 52
Şekil 4.22. BF_CS için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri 53
Şekil 4.23. BF_CS-5 için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri..... 54
Şekil 4.24. AF_CS için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri 55

Şekil 4.25. AF_CS-5 için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri 56
Şekil 4.26. CF_CS için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri 58
Şekil 4.27. CF_CS-5 için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri 59
Şekil 4.28. KF_CS için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri 60
Şekil 4.29. KF_CS-5 için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri 61
Şekil 4.30. XRD analizi için hazırlanan numuneler 62
Şekil 4.31. XRD sonuçları 63

SİMGE VE KISALTMALAR

Simgeler	**Açıklama**
Ag	Gümüş
Al_2O_3	Alüminyum oksit (Alümina)
BaO	Baryum oksit
B_2O_3	Bor oksit
SiO_2	Silisyum dioksit
MgO	Magnezyum oksit
Ni	Nikel
NiO	Nikel oksit
ZrO_2	Zirkonya

Kısaltmalar	**Açıklama**
AYP	Alkali Yakıt Pili
EKYP	Erimiş Karbonat Yakıt Pili
FAYP	Fosforik Asit Yakıt Pili
KOYP	Katı Oksit Yakıt Pili
LSM	Lantan Stronsiyum Manganit
PEMY	Polimer Elektrolit Membranlı Yakıt Pili
TEC	Termal Genleşme Katsayısı
YSZ	İtriyum Oksit ile Stabilize Edilmiş Zirkonyum Oksit

BÖLÜM I

GİRİŞ

Dünyada her geçen gün artan nüfus ile enerji ihtiyacını da doğrudan arttırmaktadır. Dünya genelinde 2011 yılında 520,90 Exajoule olan enerji tüketiminin 2021 yılında 595,15 Exajoule değerine kadar çıktığı görülmektedir (Bp, 2022). 2021 yılı verilerine göre ülkeler bu enerji ihtiyacının %82,3'lük kısmını fosil kaynaklardan karşılamaktadır (Bp, 2022). Diğer taraftan küresel iklim değişikliğinin en büyük sebebi son 10 yılda CO_2 emisyonlarının %86'sından sorumlu olan fosil yakıtlardır (Van Asselt ve Green, 2023). Paris Anlaşması'nın bu yüzyılda ortalama dünya sıcaklık artışını 2 °C'nin altında tutma çabaları ışığında, fosil yakıt gelişiminin durdurulması ihtiyacı ortaya çıkmaktadır. Fosil yakıtların sebep olduğu olumsuzluklar güvenilir, temiz ve sürdürülebilir bir enerji sistemine duyulan ihtiyacı bu yüzyılda daha da belirgin hale getirmiştir. Yüksek enerji yoğunluğuna sahip olması, bolluğu ve çevre dostu olması ile hidrojen enerjisinin kullanım alanlarının günümüzde arttığı görülebilmektedir. Hidrojen gibi temiz bir yakıt kullanarak çalışan yakıt pili teknolojileri ise yüksek verimliliği ve düşük hava kirliliği sağlaması nedeniyle fosil yakıt tabanlı enerji sistemleri için umut verici bir alternatif olma adayıdır.

1.1 Yakıt Pili Teknolojileri

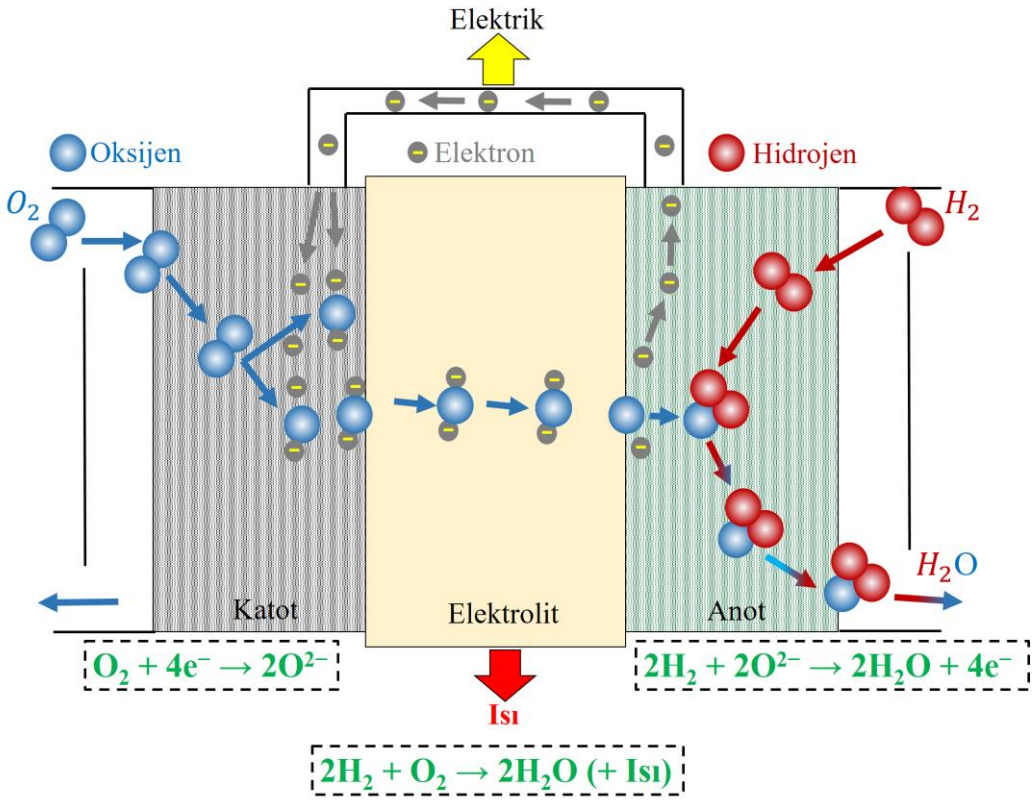
Yakıt pilleri, hidrojen bazlı yakıtların kimyasal enerjisini doğrudan elektrik enerjisine dönüştüren enerji dönüşüm cihazlarıdır. Bu temel çalışma prensibi tüm yakıt pili çeşitleri için neredeyse aynıdır. Yakıt pilleri, çalışma prensiplerinde benzerlikler olmasına rağmen özellikleri bakımından birbirinden ayrılmaktadır. Özellikle elektrolit hücre çalışma sıcaklığını, elektrot malzeme seçimini ve reaksiyon özelliklerini belirleyen hücre bileşeni (Lipman ve Weber, 2019) olduğundan yakıt pillerinde kullanılan sınıflandırma da elektrolit tipine göre yapılmaktadır. Katı oksit yakıt pili (KOYP), Polimer elektrolit membranlı yakıt pili (PEMYP), Alkali yakıt pili (AYP), Fosforik asit yakıt pili (FAYP) ve Erimiş karbonat yakıt pili (EKYP) en yaygın kullanılan yakıt pili çeşitleridir. Çizelge 1.1 bahsi geçen yakıt pillerinin özelliklerinin bir karşılaştırmasını sunmaktadır (Altan, 2023). KOYP diğer yakıt pili teknolojilerine kıyasla en yoğun araştırmaların yapıldığı (Wang vd., 2019) yakıt pili türüdür.

Çizelge 1.1. Yakıt pili türlerinin karşılaştırması (Altan, 2023)

	PEMYP	**AYP**	**FAYP**	**EKYP**	**KOYP**
Yaygın Elektrolit Malzemesi	Katı Polimer membran (Nafion)	Sıvı Potasyum Hidroksit (KOH)	Sıvı Fosforik asit	Sıvı Alkali karbonatlar	Katı Seramik oksit (YSZ)
Yaygın kullanılan anot malzemesi	Platin	Platin, Nikel	Platin	Nikel Krom (NiCr)	Nikel-YSZ kompozit
Çalışma sıcaklığı aralığı (°C)	50-80	60-260	160-220	600-700	600-1000
Elektrolit yoluyla taşınan iyon	H^+	OH^-	H^+	CO_3^{2-}	O^{2-}
Verimlilik (%)	50-60	50-60	36-50	45-65	60-70
Devreye girme zamanı	Daha hızlı	Hızlı	Hızlı	Yavaş	Daha yavaş
Yakıt	Saf Hidrojen (H_2)	Oldukça Saf Hidrojen (H_2)	Saf Hidrojen (H_2)	H_2, CO, CH_4 ve diğer hidrokarbonlar	H_2, CO, CH_4 ve diğer hidrokarbonlar
Maliyet ($/kW)	50-2000	9000	4000	4000-7000	1000-7000
Avantajlar	- Çok hızlı devreye girme -Katı elektrolit - Çoğu uygulamalar için oldukça modüler -Yüksek güç yoğunluğu	- Hızlı devreye girme - Katalizör esnekliği - Geniş çalışma sıcaklığı ve basıncı aralığı	-Teknolojik olarak olgun ve güvenilir -Basit su yönetimi -Kirletici maddelere karşı iyi tolerans	-Yüksek verimlilik -Yüksek dereceli ısı -Kirletici maddelere karşı yüksek tolerans -İç reform olasılığı -Yakıt esnekliği	-Ucuz katalizör -Katı hücre bileşenleri -Yüksek verimlilik -Kaliteli yüksek ısı çıkışı -Kirletici maddelere karşı yüksek tolerans -Yakıt esnekliği - İç reformlama olasılığı
Sorunlar	-Karmaşık termal/su yönetimi -Düşük dereceli ısı -Kirletici maddelere karşı yüksek hassasiyet -Pahalı katalizör	- Kirletici maddelere son derece yüksek hassasiyet -Hücre ömrü kısa, -Yüksek verim için maliyet yüksek, - CO_2 içermeyen saf oksijen ve hidrojen kullanım gerekliliği	-Düşük güç yoğunluğu -Kirletici maddelere karşı hassasiyet -Pahalı yardımcı sistemler -Düşük elektrik verimliliği -Nispeten büyük sistem boyutu -Elektrolit asit kaybı -Pahalı katalizör, Sıvı elektrolit -Yüksek maliyet	-Yavaş devreye girme -Düşük güç yoğunluğu -Elektrolit korozyonu ve buharlaşma kayıpları -Metal parçaların korozyonu -Elektrolit içinde katalizör çözünmesi -Katot karbondioksit (CO_2) gereksinimi	- Yavaş devreye girme - Yüksek çalışma sıcaklığının getirmiş olduğu malzeme sorunları - Üretim maliyetleri

1.2 Katı Oksit Yakıt Pilleri

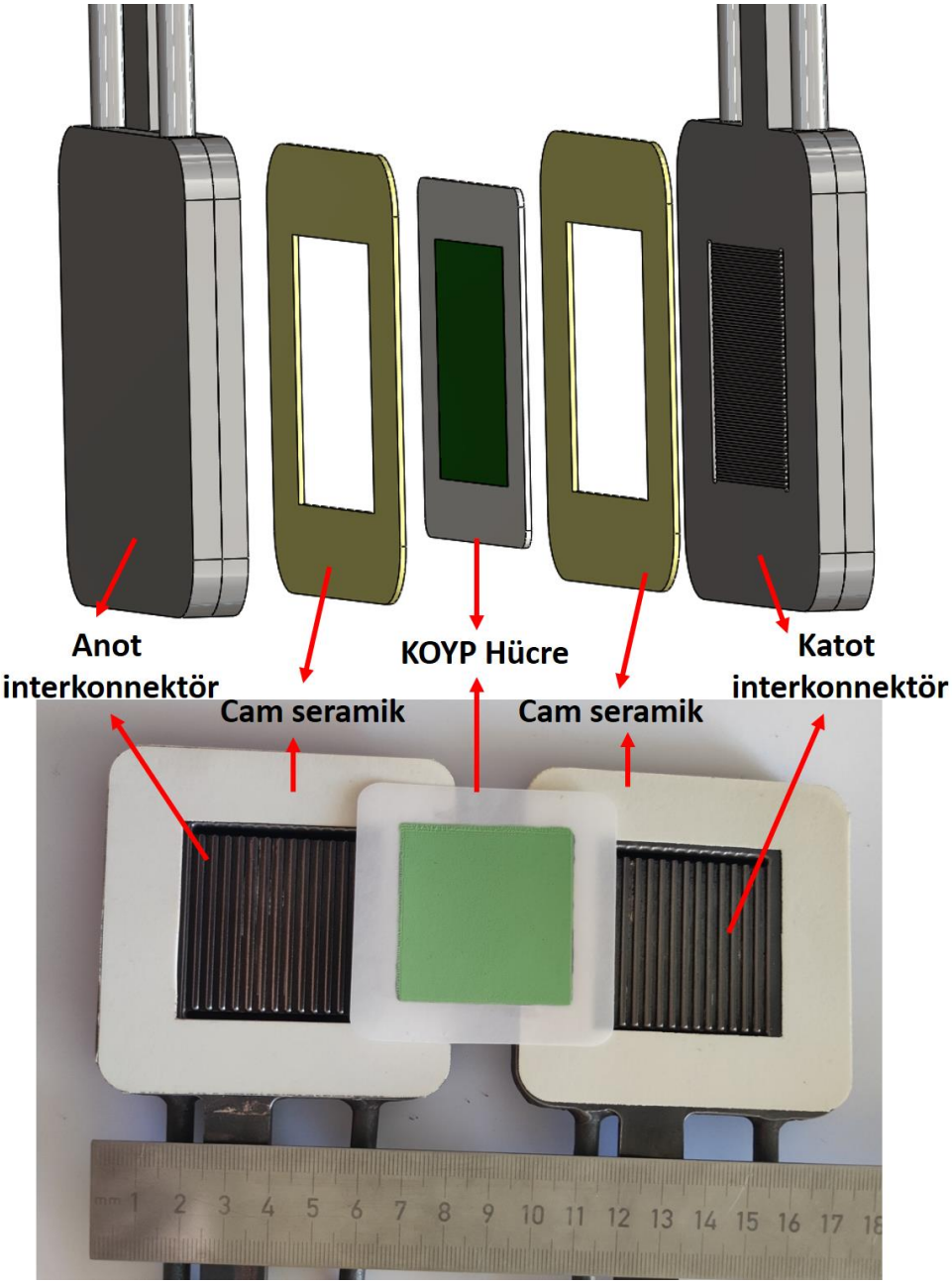
KOYP çalışma prensibini gösteren Şekil 1.1'de görülebileceği gibi katot, oksijen moleküllerini negatif oksijen iyonlarına indirger. Daha sonra bu oksijen iyonları (O^{2-}) orta katmanda konumlandırılmış olan elektrolitten geçerek anota ulaşır ve anot tarafına beslenen H_2 gazı ile reaksiyona girerek elektron ve su üretir. Üretilen H_2O buharı sistemden atılırken üretilen elektronlar, deşarj işlemini tamamlamak için harici devreden geçip katot tarafına geri gönderilir. Bu döngü yakıt ve oksijen beslendiği sürece devam eder. Şekil 1.1'de ayrıca sistemde meydana gelen katot, anot ve toplam reaksiyonlar görülebilmektedir.



Şekil 1.1. KOYP çalışma prensibi (Altan, 2023)

Şekil 1.2'de de gösterildiği üzere bir KOYP sisteminin temel bileşenleri elektrolit, anot, katot, interkonnektör ve sızdırmazlık elemanlarından oluşmaktadır. KOYP elektrolitleri oksijen iyonlarının katottan anoda iletiminden sorumludur. En yaygın kullanılan elektrolit malzemesi YSZ (itriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit)'dir. (Shi vd., 2020). Katot elektrodu oksijenin indirgenmesinden, anot ise yakıt (hidrojen) oksidasyonundan sorumludur. En yaygın kullanılan katot malzemesi LSM (lantan stronsiyum manganit) ve LSM:YSZ karışımı (Agbede vd., 2020) iken Nikel:YSZ

kompozitler en yaygın kullanılan anot malzemesidir (Li ve Parbey, 2020). İnterkonnektörler hem elektronların bir hücrenin anodundan bitişik hücrenin katoduna iletilmesi hem de anot ve katoda yakıt ve oksijenin beslenmesi görevini gerçekleştirir (Mah vd., 2017). Ferritik paslanmaz çelik çeşitleri son yıllarda kullanılmakta olup Crofer 22 APU en yaygın çalışılanıdır (Saeidpour vd., 2019). KOYP sisteminde kritik öneme sahip olan bir diğer bileşen ise sisteme beslenen gazların karışmaması için kullanılan sızdırmazlık elemanı olup tez kapsamında ilgilenilecek olan konudur.



Şekil 1.2. KOYP sistem elemanları

1.3 Sızdırmazlık Elemanı

KOYP farklı geometrilerde üretilebilse de düzlemsel ve tüp geometriler yaygın kullanıma sahip olup ön plana çıkmaktadır. Tüp ve düzlemsel geometrilerin birbiri üzerinde avantaj ve dezavantajları mevcuttur. Düzlemsel geometride daha kolay imalat ve nispeten yüksek güç yoğunluğu sunması gibi avantajların yanında yüksek çalışma sıcaklığının sebep olduğu sızdırmazlık malzemesi problemi ile baş edilmesi gerekmektedir (Sammes vd., 2005; Tulyaganov vd., 2013). Sızdırmazlık elemanı seramik hücre ile metal interkonnektörleri yüksek çalışma sıcaklığında gaz sızdırmaz hale getirmek böylece hava ve yakıtın karışmasını önlemek için kritik bir öneme sahiptir. Literatürde KOYP sızdırmazlığının sağlanabilmesi için metalik (lehim alaşımları, gümüş vb.), sıkıştırmalı (mika ve mika bazlı kompozitler) ve rijit contalar (cam, cam-seramik) olmak üzere farklı yaklaşımlar mevcuttur. Bunlar arasında cam/cam-seramik sızdırmazlık elemanları kimyasal ve mekanik kararlılık, elektriksel yalıtkanlık ve ekonomik-kolay üretim gibi ideal bir sızdırmazlık elemanı için gerekli olan gereksinimleri karşılaması ile yaygın olarak kullanılmaktadır (Smeacetto vd., 2013; Mahato vd., 2015; Singh ve Walia, 2021). Ayrıca cam/cam-seramik sızdızmazlık malzemeleri, istenen sızdırmazlık özelliklerine göre içeriklerinin değiştirilmesi ya da katkı malzemesi ekleme yoluyla özelleştirilebilmekte (Smeacetto vd., 2013; Nguyen vd., 2016) ve kritik öneme sahip olan mekanik özellikleri ayarlayabilme potansiyeli sunarlar.

1.4 Amaç ve Kapsam

Tez kapsamında cam-seramik sızdırmazlık elemanlarının mekanik özelliklerinden olan yapışma mukavemetinin iyileştirilmesi amaçlanmaktadır. Bu amaçla cam-seramik sızdırmazlık elemanının metalik olmayan fiberler ile güçlendirilme potansiyeli deneysel olarak incelenecektir. Bu kapsamda tez çalışmasının ikinci bölümünde literatür taraması verilmiş olup literatürde cam-seramik kompozitlerin kullanımı sunulmuştur. Üçüncü bölümde deneysel çalışmalar üzerinde durulmuş ve cam-seramik sızdırmazlık elemanı üretimi ve testlerinin detayları verilmiştir. Dördüncü bölüm olarak deneysel çalışmalardan elde edilen bulgular ortaya konmuş ve irdelenmiştir. Tez çalışmasından elde edilen genel sonuçlar ve öneriler ise son bölüm olan beşinci bölümde verilmiştir.

BÖLÜM II

LİTERATÜR TARAMASI

Yüksek çalışma sıcaklığı nedeniyle, polimerler gibi geleneksel sızdırmazlık maddeleri ve organik yapıştırıcılar KOYP sızdırmazlık elemanı olarak kullanılamaz. KOYP sızdırmazlığı için birkaç farklı sızdırmazlık yaklaşımı geliştirilmiş olsada bunlar arasında, en etkili yaklaşım, çalışma sıcaklığına yakın geçiş sıcaklıklarına sahip cam/cam-seramiklerin kullanılması olmuştur. Genellikle camlar sızdırmazlık malzemesinin özelliklerine etki eden üç ana bileşenden oluşurlar. Bu bileşenler cam ağ oluşturucu/glass network former (SiO_2, B_2O_3, P_2O_5, As_2O_5, ZrO_2, V_2O_5, Sb_2O_5), ağ değiştirici/network modifier (Na_2O, MgO, CaO, SrO, ZnO, PbO, BaO, Li_2O, La_2O_3) ve ara oksitlerdir/intermediate oxides (TiO_2, Al_2O_3, ZrO_2, ZnO, CdO, Y_2O_3, La_2O_3, Cr_2O_3) (Singh ve Walia, 2021). Bu bileşenlere ek olarak bazı camlar, kristal fazların çekirdeklenmesinde ve büyümesinde önemli bir rol oynayan çekirdekleştirici maddeler/nucleating agents (TiO_2, Cr_2O_3, NiO, CuO, CoO, CeO_2) içerebilmektedir (Singh ve Walia, 2021). B_2O_3 yapışma yüzeyini arttırma ve kristalleşmeye müdahale etmek amacıyla kullanılan bir cam oluşturucu iken; ağ değiştiricilerden olan BaO ve MgO camsı geçiş ve yumuşama sıcaklıklarını artırma özelliğine sahiptir (Singh ve Walia, 2021; Vepreva vd., 2023). Al_2O_3 bir ara oksit olarak kristalleşme kontrolünde ve sızdırmazlık elemanının uzun vadeli stabilitesini artırmak için kullanıldığı görülmektedir (Singh ve Walia, 2021; Vepreva vd., 2023). Tüm bu bileşenlerin cam/cam-seramik sızdırmazlık elemanı özelliklerine etkilerinin detaylı bir analizi için Singh ve Walia, (2021) tarafından hazırlanan derleme incelenebilir.

Literatürde KOYP uygulamaları için potansiyel olabilecek alkali metal içeren (CaO–K_2O–Na_2O–BaO), alkali toprak metali içeren (MgO–BaO–SrO–B_2O_3–SiO_2), nadir toprak metali içeren (BaO–Al_2O_3–R_2O_3–B_2O_3–SiO_2 (R = Nd, Gd)), silikat (BaO–CaO–SiO_2), alüminosilikat (SiO_2–Al_2O_3–Y_2O_3–ZnO), borosilikat (MgO–BaO– B_2O_3–SiO_2) ve alüminoborosilikat (BaO–CaO–Al_2O_3–B_2O_3–SiO_2) gibi çeşitli cam ve cam-seramik sızdırmazlık malzemeleri bildirilmiştir (Wang vd., 2022). Bununla birlikte, bazı cam bileşenleri örneğin alkali ve toprak alkali metal oksitler sızdırmazlık malzemesinin TEC değerini arttırıp bitişik bileşenlerle uyumsuzluğa neden olabilmenin yanında Crofer 22 APU gibi ferritik paslanmaz çeliklerde Cr ile reaksiyona girip katot zehirlenmesine neden

olabilecek kromatlar üretebilme potansiyeli gibi dezavantajlara sebep olmaktadır (Wang vd., 2022). Bu açıdan termal, kimyasal, mekanik ve elektriksel özellikleri modifiye etmek ve optimum cam/cam-seramik içeriğinin oluşturulabilmesi amacıyla bileşenlerin değiştirilmesine dayanan çalışmalar devam etmektedir. Buna ek olarak cam ve cam-seramiğin kırılgan yapısı nedeniyle mekanik dayanım artırma çalışmaları da ayrıca literatürde yaygın olarak yürütülmektedir. Bu bağlamda cam-seramik içeriğine farklı katkı maddelerinin eklenmesi kullanılan bir yöntemdir.

Bu kapsamda yapılan çalışmalardan Gross vd. (2011) BaO-CaO-SiO_2 bazlı cam-seramik malzemesine katkı olarak YSZ lifi, YSZ tozu ve gümüş partikül eklenmesinin etkisini araştırmıştır. Macun şeklinde hazırlanan kompozit sızdırmazlık malzemeleri Crofer22H'den yapılmış dairesel test aparatlarının birleştirilmesi için kullanılmıştır. Her bir durum için on numune ile gerçekleştirilen mukavemet testlerinde, en düşük mukavemet değeri ağırlıkça % 20 YSZ tozu içeren numunelerden ölçülmüşken en yüksek dayanım ise ağırlıkça % 20 gümüş partikül içeren kompozit için elde edilmiştir. Ağırlıkça %20 gümüş partikül içeren kompozit herhangi bir katkı maddesi içermeyen numuneye göre yaklaşık %36'lık bir iyileşme ortaya koymuştur.

Cela Greven vd. (2018) mekanik mukavemetini artırmak amacıyla BaO-CaO-SiO_2 sistemine dayalı bir cam-seramiğe takviye olarak farklı oranlarda Ni, Ni-Cr (80:20) ve Ag partikülleri gibi metalik, gadolinyum katkılı serya (CGO) ve YSZ gibi seramik partikül eklentisinin etkisini araştırmıştır. Yapışma için interkonnektörler Crofer22APU'dan imal edilmiş ve kesme mukavemetlerinin değerlendirilmesi için bir burulma testi uygulanmıştır. Numuneler 800°C'de 500 saat hava atmosferinde yaşlandırma işlemine de tabi tutulmuştur. En düşük kesme mukavemeti, herhangi bir katkı maddesi içermeyen cam-seramikte elde edilmiştir. Tüm katkılar içerisinde TEC ve kayma mukavemeti açısından herhangi bir katkı maddesi içermeyen cam-seramikten neredeyse iki kat daha iyi bir sonuç ise ağırlıkça %20 Ni ile güçlendirilmiş kompozit için elde edilmiştir. Gross vd. (2011) tarafından daha önce Ag kullanımı ile elde edilen iyi sonuçların bu çalışmada daha düşük maliyetli bir katkı malzemesi ile başarılabileceği rapor edilmiştir.

Timurkutluk vd. (2015) cam-seramik içeriğine farklı oranlarda YSZ katkısının termal döngü stabilitesi üzerindeki etkisi araştırmıştır. Ticari bir cam-seramik tozuna ağırlıkça %1, %3, %5 ve %10 YSZ tozu karıştırılması ile oluşturulmuş dört farklı kompozit şerit döküm yöntemi ile üretilmiş ve numuneler daha sonra Crofer 22 APU'dan imal edilen iki metalik ara bağlantı elemanı arasına yerleştirilip bir dizi termal döngüye (1, 5 ve 10) maruz bırakılmıştır. Termal döngü öncesi ve sonrası için çekme testi yoluyla mekanik performanslar incelenmiş ve sonuçlar, kompozitlerdeki cam-seramik tozlarının azalması nedeniyle kırılma mukavemetinin YSZ yükleme miktarından olumsuz etkilendiğini göstermiştir. Ağırlıkça %10 YSZ ilaveli numunelerin en düşük kırılma mukavemetine sahip olduğu görülmüştür. Bununla birlikte YSZ katkısının cam-seramiklerin termal döngü stabilitesini iyileştirmek için faydalı olabileceği bulunmuştur. İncelenen durumlar arasında ağırlıkça % 5 YSZ içeriği, çalışmada ele alınan her termal döngüden sonra hemen hemen sabit bir mekanik performans sergilemesinden dolayı optimum içerik olarak rapor edilmiştir.

Guo vd. (2023) tarafından CaO-K_2O-Na_2O-BaO silikat camına farklı oranlarda (ağırlıkça %10, %20, %30, %40 ve %50) ZrO_2 ilavesinin sızdırmazlık malzemesinin genel özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Cam tozunun üretiminin ardından macun şeklinde hazırlanan kompozitler SUS 430 paslanmaz çelik ara bağlantısı arasında hem oksitleyici hem de indirgeyici atmosferlerde test edilmiştir. Deney sonuçları ışığında ZrO_2 eklentisinin çalışma sıcaklığında aşırı yumuşamayı önlemede destekleyici bir rol oynadığı ve ağırlıkça %10 ZrO_2 katkılı CaO-K_2O-Na_2O-BaO silikat camdan oluşan kompozit sızdırmazlık elemanının yüksek sıcaklıklarda kararlı ve düşük sızıntı oranlarına sahip olduğu tespit edilmiştir. Ek olarak mekanik analizler için yapılan sayısal modelleme sonuçları sızdırmazlık elemanındaki ZrO_2 artışının gerilmeleri ve yer değiştirmeyi azaltacağını göstermektedir.

Daha önceki ZrO_2 veya YSZ eklentisinin incelendiği makalelerden farklı olarak Kosiorek vd. (2023) ise yaptıkları çalışma ile BaO-Al_2O_3-CaO-SiO_2 cam matrisine çeşitli miktarlarda (ağırlıkça %10-90) 3YSZ katılarak elde edilen kompozitlerin 700 °C'den düşük sıcaklıklarda çalışan bir KOYP sisteminde sızdırmazlık elemanı olarak kullanımının potansiyelini incelemiştir. Şerit döküm yöntemi kullanılarak imal edilen kompozit sızdırmazlık elemanları Crofer 22 APU ara bağlantı elemanları arasına yerleştirilmiş ve 630 °C'de hava atmosferinde 10 saat boyunca test edilmiştir. Ayrıca

numuneler, mekanik özellik ve mikroyapıdaki değişiklikleri incelemek adına 3, 5 ve 10 termal döngüye de maruz bırakılmıştır. Ağırlıkça %10'dan fazla YSZ ilavesinin, devitrifikasyon mekanizmasını Zr içeren fazların oluşumuna dönüştürdüğü ve en faydalı özelliklerin ağırlıkça %40 YSZ içeren kompozit için elde edildiği rapor edilmiştir. Çalışmada elde edilen sonuçlar ışığında zirkonya tozu ile güçlendirilmiş cam kompozitlerin, azaltılmış üretim maliyetine ve iyileştirilmiş mekanik özelliklere sahip sızdırmazlık elemanı olarak 700 °C'den düşük sıcaklıklarda çalışan KOYP staklarında kullanımı için umut verici malzemeler olduğu bildirilmiştir.

Guo vd. (2022) Alkali metal oksit silikat cam sızdırmazlık elemanına %5 ve %10 Al_2O_3 eklenmesi ile ettiği kompozit pastaların, SUS430 paslanmaz çelik interkonnektörler ile sızıntı testlerini gerçekleştirmiştir. Çalışmanın sonuçları, %5 Al_2O_3 katılmış kompozit sızdırmazlık elemanlarının termal döngü dahil 1000 saat boyunca 750 °C'de sızıntı oranının çok düşük olduğunu ve TEC açısından NiO-YSZ ve SUS430 ile iyi bir uyumluluk sağladığını göstermiştir.

Zhang vd. (2016) SiO_2 (%64,74 mol), Al_2O_3 (%3,4 mol), TiO_2 (%6,66 mol), K_2O_3 (%9,8 mol), Na_2O (%11,45 mol) ve MnO (%3,95 mol) bileşiminden oluşan ticari bir cam tozuna Al_2O_3 ilavesinin etkisini incelemiştir. Ağırlıkça farklı oranlarda (50:50, 60:40, 70:30, 80:20, 90:10) Al_2O_3 ve cam karışımı ile elde edilen Al_2O_3-cam kompozitler şerit döküm yöntemi ile üretilmiştir. SUS430 paslanmaz çelikten yapılmış olan interkonnektör malzemesinin kullanıldığı testlerde ağırlıkça %60 Al_2O_3 içeren kompozit sızdırmazlık elemanının çok iyi bir gaz sızdırmazlığı, termal mekanik özellik ve kimyasal uyumluluk gösterdiği rapor edilmiştir.

Li vd. (2020) ise $CaO–B_2O_3–Al_2O_3–SiO_2$ cam sistemine Al_2O_3 seramik tozu katkısının etkilerini incelemiştir. Çalışmada farklı oranlarda (ağırlıkça 0, 10, 20, 30, 40 ve %50) Al_2O_3 içeren Cam/ Al_2O_3 kompozitler şerit döküm tekniği kullanılarak üretilmiş ve 1Cr17 paslanmaz çelikten yapılmış olan iki metalik plaka arasında kompozitlerin mekanik özellikleri, gaz sızıntı oranları ve termal döngü/kimyasal stabilitesi değerlendirilmiştir. Sonuçlar, belirli seviyelerde Al_2O_3 ilavesinin kompozitlerin yapışma mukavemetini ve termal döngü stabilitesini büyük ölçüde iyileştirebileceğini göstermiştir. Ağırlıkça %20 Al_2O_3 içeren kompozit sızdırmazlık elemanının mükemmel yapışma mukavemetine ve 20 termal döngü boyunca gaz sızdırmazlığına sahip olduğu sonucu elde edilmiştir.

Wang vd. (2022) $BaO–Al_2O_3–SiO_2$ sistemine farklı oranlarda CaO ve V_2O_5 katkısının etkilerini incelemiştir. V_2O_5 ilavesinin, camların Crofer 22 APU tabakası üzerindeki ıslanabilirliğini iyileştirdiği ve böylece cam-interkonnektör arayüzündeki kırılma mukavemetini arttırdığı ve numunelerin elektriksel özdirençlerinin artan CaO ilavesiyle azalma; artan V_2O_5 içeriği ile artma eğiliminde olduğu bildirilmiştir. Aşırı CaO ve V_2O_5 katkısının ise sızdırmazlığı/mekanik özellikleri olumsuz etkilediği gözlemlenmiştir. İncelenen durumlar arasında, ağırlıkça %20 CaO ve ağırlıkça %2 V_2O_5 içeriğine sahip kompozit camların mükemmel sızdırmazlık özellikleri sunduğu sonucuna varılmıştır.

Garai vd. (2021) potasyum-magnezyum boro-alüminosilikat ($K_2O–MgO–B_2O_3–Al_2O_3–SiO_2$) cam/cam-seramik tozuna farklı oranlarda (5, 10, 20, 30 ve % 40) mika kristal ($KMg_3AlSi_3O_{10}F_2$) tozu eklentisi ile elde edilen kompozitlerin KOYP sızdırmazlık elemanı olarak kullanılabilirliğini termal genleşme ve hacim değimi açısından incelemiştir. Kompozitlerin 800 °C'de (10 saat) ısıl işleme tabi tutulması yanında termal döngü testlerinin de gerçekleştirildiği analizlerde ağırlıkça %5 mika içeren kompozitin 10 termal döngüye kadar stabil kaldığı ve termal genleşme katsayısında önemli bir bozulmanın olmadığı sonucu elde edilmiştir.

Benzer mika oranının rapor edildiği diğer bir çalışmada Safarzadeh Kermani vd. (2021) ise ticari olarak temin edilen BaO (%56,4) SiO_2 (%22,1), CaO (%8,8), B_2O_3 (%7,2) ve Al_2O_3 (%5,4) cam-seramik tozu içerisine flogopit mika eklenerek elde edilen kompozitlerin termal ve mekanik özelliklerini araştırmıştır. Mika ağırlık yüzdesi 0, 5, 10, 20 ve %30 olan beş farklı pelet numune ile gerçekleştirilen testlerde kırılma tokluğunun mika miktarının arttırılmasıyla iyileştiği ve %5'in üzerinde mika katkısının sıkıştırma mukavemeti, sertlik ve Young modülü gibi bazı mekanik özellikleri olumsuz etkilediği sonucu elde edilmiştir. Düşük sızıntı oranına ve yeterli mekanik özelliklere sahip olması ile optimum durumun ağırlıkça %5 mika içeren kompozit olduğu bildirilmiştir.

Toruntay vd. (2022) MO (M = Mg, Ca)$–Al_2O_3–BaO–SiO_2–B_2O_3$ bazlı ticari cam-seramik tozu içerisine farklı miktarlarda (0,004, 0,012, 0,020 ve 0,030 gr) seramik elyaf (Al_2O_3 (>%45), SiO_2(>%52) ve daha düşük oranlarda Fe_2O_3, TiO_2, Na_2O ve K_2O'dan oluşan) katkısının etkisini incelemiştir. Çalışmada şerit döküm yöntemi ile üretilen cam-seramikler Crofer22 APU'dan imal edilen iki metalik plakanın arasına yerleştirilmiş ve

mekanik performanslar cam oluşturma için kullanılan ısıl işlem sonrası ve 1, 5 ve 10 termal döngüden sonra çekme testleri ile belirlenmiştir. Sonuçlar, genel olarak mekanik mukavemetin seramik dolgu içeriğinin artmasıyla azalma eğiliminde olduğunu göstermiştir. Diğer taraftan seramik elyaflı numunelerin termal döngü davranışını bir dereceye kadar iyileştiği görülmüştür.

Bu çalışmalara ek olarak literatürde Gümüş (Ag) partikül (Zhao vd., 2011; Wei vd., 2015; Garai vd., 2022; Garai ve Roy, 2023), Altın (Au) partikül (Garai vd., 2022; Garai ve Roy, 2023), bor nitrür (BN) nanotüp (Choi vd., 2007), Alüminyum Oksit (Al_2O_3) (Zhang vd., 2013; Kim vd., 2015; Arcaro vd., 2017; Lee vd., 2020; Li vd., 2021), baryum oksit (BaO) (Ghosh vd., 2010; Partyka, 2015), YSZ/Y_2O_3/ZrO_2 (Zhao vd., 2011; Heydari vd., 2012; Krainova vd., 2020; Rao ve Singh, 2023), Lantan oksit (La_2O_3) (Luo vd., 2020), Silisyum karbür (SiC) fiber (Surgeon vd., 1997; Bansal, 2003), Nikel oksit (NiO) (Chou vd., 2007), Niyobyum pentoksit (Nb_2O_5) (Zhang vd., 2017), Çinko Oksit (ZnO) (Laorodphan ve Ayawanna, 2017; Brendt vd., 2018), Vanadyum pentoksit (V_2O_5) (Brendt vd., 2018), Alüminyum nitrür (AIN) (Li vd., 2019), Kromyum oksit (Cr_2O_3) (Krainova vd., 2021) gibi birçok farklı takviye türü üzerinde çalışılmıştır. Cam/cam-seramik kompozitlerin, tek başına cam veya cam-seramik kullanımına göre avantajlara sahip olduğu literatürdeki çalışmalardan anlaşılabilmektedir. Timurkutluk vd. (2019) ise cam-seramik içeriğine doğrudan katkı maddesi eklemeden cam-seramik/cam fiber kumaş/cam-seramik sandviç yapısından oluşan sızdırmazlık elemanlarının mekanik ve sızdırmazlık performansını analiz etmiştir. Çalışmada uygun alansal ağırlığa sahip cam fiber kullanımı ve uygun sandviç yapısının kullanımının mekanik dayanımı iyileştirebileceği deneysel olarak ispatlanmıştır. İlgilenilen durumlar için termal döngü davranışları bu çalışmada incelenmemiştir.

Tez kapsamında ise cam-seramik içeriğine müdahale etmeden cam-seramik/fiber kumaş/cam-seramik sandviç yapısından oluşan ve sadece cam fiber özelinde olmayıp metalik olmayan dört farklı fiber kumaşın aynı alansal ağırlığa sahip olmak koşulu ile KOYP sızdırmazlık elemanı olarak kullanımının potansiyeli araştırılmıştır. Bir dizi termal döngü aşamalarına maruz bırakılmış olan fiber ile takviye edilen sızdırmazlık elemanlarının termal döngü davranışları da incelenmiştir. Bu tez çalışması kapsamında kullanılan fiberlerin mekanik ve fiziksel özellikleri Çizelge 2.1'de verilmiştir (Militký vd., 2007; Du, 2016; Jamshaid ve Mishra, 2016; Bunsell, 2018; Li vd., 2018).

Çizelge 2.1. Kullanılan fiberlerin mekanik ve fiziksel özellikleri

Malzeme	**Yoğunluk [g/cm^3]**	**Çekme Mukavemeti [GPa]**	**Elastisite modülü [GPa]**	**Erime Noktası [^{o}C]**	**Yumuşama Noktası [^{o}C]**	**Sıcaklık Dayanımı [°C]**	**Termal Genleşme Katsayısı [10^{-6}/K]**
E-Cam Fiber	2,54-2,57	3,1-3,8	72,5-75,5	1120	840	-50... +450	5,4
Bazalt Fiber	2,63-2,8	3,0-4,84	93-112	1450	960	-260.. +800	6,5-8
Kevlar Fiber	1,44	3,6	83	N/A	N/A	+205	-3,96
Karbon Fiber	1,78	3,5-6,0	230-600	N/A	N/A	-50... +700	-

BÖLÜM III

MATERYAL ve METOT

Sızdırmazlık performansının, cam-seramik elemanın mekanik mukavemeti ile doğrudan ilişkili olduğu bilinmektedir (Timurkutluk vd., 2019). Tez kapsamında, cam-seramik sızdırmazlık elemanlarının performansları literatürde de sıklıkla kullanılan ve kabul gören yapışma mukavemetinin ölçülmesi ile analiz edilmiştir. Bu kapsamda, yapışma mukavemetinin belirlenebilmesi için özel olarak tasarlanmış olan test aparatları, deney düzeneği, düzeneğe uygun bir şekilde cam-seramik elemanlarının üretimi gibi konular bu bölümde detaylandırılmıştır.

Tez kapsamında yapılan çalışmalar Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Prof. Dr. Turhan Nejat Veziroğlu Temiz Enerji Uygulama ve Araştırma Merkezi altyapısı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

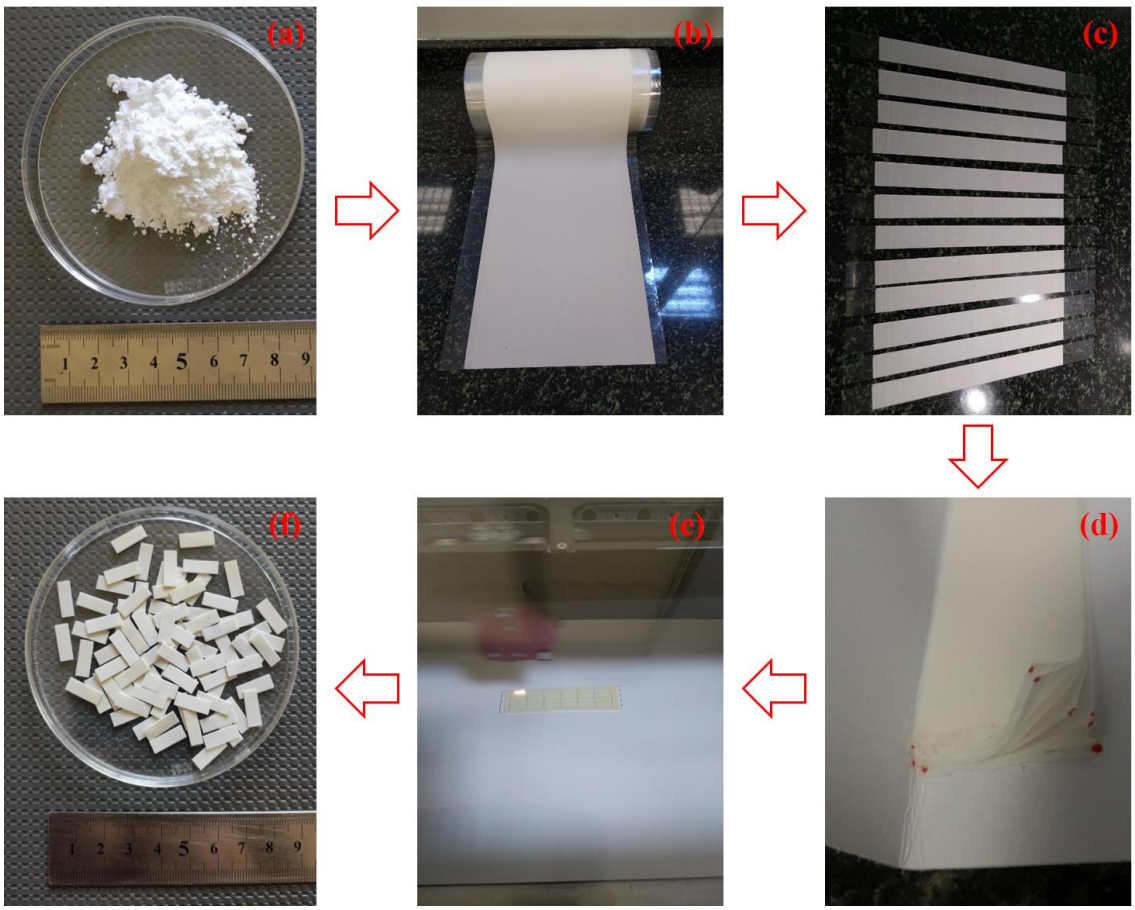
3.1 Cam Seramik Sızdırmazlık Elemanı Üretimi

Cam-seramik sızdırmazlık elemanı üretimi için şerit döküm yöntemi kullanılmıştır. Test numunelerinin üretimi için ilk olarak şerit döküm içeriğinin hazırlanması gerçekleştirilmiş ve bu amaçla içerisine daha önceden zirkonya topu konulmuş yüksek yoğunluklu polietilen şişeler kullanılmıştır. Polietilen şişe içerisine belirli miktarlarda ticari olarak temin edilen cam/cam-seramik tozu (MO(M = Mg, Ca)–Al_2O_3–BaO–SiO_2–B_2O_3, G018-354, Schott), çözücü (metil etil keton ve etanol karışımı), plastikleştirici (polietilen glikol), dağıtıcı (balık yağı) ve bağlayıcı (butvar) ilave edilmiştir. Ardından içerisinde zirkonya topları ile birlikte şerit döküm içeriğinin bulunduğu şişeler homojen bir karışım elde etmek amacıyla bilyalı değirmene konulmuştur. Bilyalı değirmende 120 devir/dakika'lık bir dönüş hızıyla 24 saat boyunca karıştırılan içerik daha sonrasında içerisinde karıştırıcı mıknatıs bulunan bir behere aktarılıp manyetik karıştırıcıya bırakılmıştır. Manyetik karıştırıcıda istenilen viskozite değerine gelene kadar yaklaşık 3 saat boyunca karıştırılan içerik döküme hazır hale gelmiştir.

Döküm işlemi laboratuvar ölçekli şerit döküm cihazında mylar film üzerine 300 mikron bıçak aralığında gerçekleştirilmiştir. Sonrasında döküm 30 dakika boyunca oda

şartlarında kurumaya bırakılmıştır. Kuruma sonrası istenilen boylarda kesilen mylar üstü şerit dökümler bir spatula yardımıyla mylar filmden ayrılmış ve kalınlığı bir mikrometre yardımı ile ölçülmüştür. 300 µm bıçak aralığında gerçekleştirilen döküm işlemi sonrası yaklaşık 80 µm kalınlığında şeritler elde edilebildiği görülmüştür.

Ardından 8 adet şerit üst üste konulup istiflenmiş ve yapının laminasyonunu sağlama amacıyla mekanik ve izostatik pres işlemleri uygunlanmıştır. 20 MPa basınç altında 15'er saniyelik 4 tur şeklinde gerçekleştirilen mekanik pres ve oda sıcaklığında 50 MPa basınç koşullarında 4 dakika boyunca uygulanan izostatik pres işlemleri sonrası istif yapının kalınlığı ~480 µm olarak ölçülmüştür. Son olarak laminasyonu sağlanan istif yapı lazer cihazı ile çekme test numunesinin ölçülerine uygun olarak 4,75 x 12,50 mm boyutlarında kesilmiştir. Şekil 3.1'de bahsi geçen bazı üretim adımlarına ait görüntüler verilmiştir. Şekil 3.1 (f) üretimi gerçekleştirilen cam-seramik test numunelerini göstermektedir.



Şekil 3.1. Cam-seramik üretim adımları: cam-seramik tozu (a), Mylar film üzerine döküm (b), filmlerin eşit boyda kesilmesi (c), filmden ayrılan dökümün üst üste istiflenmesi (d), lazer kesim (e) ve elde edilen nihai cam-seramik test numuneleri (f)

3.2 Kullanılan Fiber/Elyaf Seçimi ve Özellikleri

Fiberler doğal ve sentetik olmak üzere iki ana gruba ayrılmaktadır. Doğal fiberler hayvan, mineral ve bitki esaslı iken sentetik fiberler organik, inorganik ve metalik fiberler olmak üzere kendi içerisinde gruplara ayrılmaktadır (Seydibeyoglu vd., 2017). Tez çalışmasında metalik olmayan ve yüksek çalışma sıcaklıklarına karşı dayanımına sahip olan fiberlerin kullanılması planlanmıştır. Bu amaçla Karbon fiber, Cam fiber ve Bazalt fiber kumaşların istenilen özelliklere sahip olduğu tespit edilmiştir. Farklı olarak güçlü bir fiber kumaş olan organik polimer esaslı Aramid (Kevlar), yaygın olarak yüksek ısıya dayanıklı kıyafet ve kurşungeçirmez yelek yapımında kullanıldığından dolayı deney setine dâhil edilmiştir.

Aramid (Kevlar) elyaf, yeterince yüksek mukavemete sahip gelişmiş kompozitlerde takviye olarak kullanılan ilk organik elyaftır (Ertekin, 2017). Aramid terimi, amid bağlarının (–CO–NH–) en az %85'inin doğrudan iki aromatik halkaya bağlandığı aromatik poliamid tipi elyaflar için belirlenmiş ve daha sonraları p-disübstitüe benzen halkaları içeren zincirlere sahip Kevlar olarak adlandırılan aramid fiberler ortaya çıkmıştır (Ertekin, 2017). İyi termal stabiliteye ek olarak, bu lifler ayrıca olağanüstü mekanik özelliklere sahip olmasıyla yanmaz giysiler, elektrik yalıtımı vb. uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır (Ertekin, 2017).

Karbon fiberler ise genellikle nongrafitik durumda, ağırlıkça %95'ten fazla karbondan oluşan liflerdir ve organik bazlı öncül liflerin kontrollü pirolizi ile üretilmektedir (Acatay, 2017). Karbon fiberlerin atomik yapısı altıgen bir düzende (grafen tabakalar) düzenlenmiş karbon atomu tabakalarından oluşmasıyla atomik yapı olarak grafite benzer olsa da bu tabakaların birbirine kenetlenme şekli farklıdır (Acatay, 2017). Havacılık ve otomotiv alanında kullanımının yaygın olduğu bilinmektedir.

Bazalt elyaflar bazalt kayalarından elde edilmektedir. Cam elyaftan daha iyi fizikomekanik özelliklere sahip olan ve karbon elyaftan çok daha ucuz olan bazalt elyaf, yüksek sıcaklıklara dayanıklı olması nedeniyle genellikle alev geciktirici malzemeler ve ısı yalıtım uygulamaları gibi yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılmaktadır (Acar vd., 2017). Genellikle %52,8 SiO_2, %17,5 Al_2O_3, %10,3 Fe_2O_3 ve %8,59 oranında CaO içeriğinden oluşmaktadır (Acar vd., 2017).

Cam elyaflar ise E-cam, S-cam ve C-cam olmak üzere üç farklı tipte üretilmektedir. Söz konusu cam türlerinde silisyum dioksit (SiO_2) ile bor, kalsiyum, alüminyum, demir ve sodyum oksitleri farklı oranlarda kullanılmakta ve sonuç olarak farklı fiziksel özelliklere sahip cam fiberler elde edilmektedir (Gaurav ve Singh, 2018). Bunlardan en yaygın kullanılan E-cam fiber olup SiO_2 (% 52,4) Al_2O_3-Fe_2O_3 (% 14,4), CaO (% 17,2), B_2O_3 (% 10,6) ve MgO (% 4,6) içeriğinden oluşmaktadır (Gaurav ve Singh, 2016).

Performans vadeden ve tez kapsamında kullanılan bu dört farklı fiber kumaşın cam-seramik sızdırmazlık elemanı ile birlikte kullanımının fiyat/performans açısından analizinin yapılabilmesi için maaliyet özellikleri önem arz etmektedir. Çizelge 3.1 kullanılan fiber kumaş tiplerinin yurtiçi ve yurtdışı yaklaşık fiyatlarını göstermektedir. Aramid fiber kumaşın diğer fiberlere göre maaliyetinin daha yüksek olduğu; Cam fiberin ise ilgilenilen fiberler arasında en makul fiyata sahip olduğu görülmektedir. Diğer taraftan tez kapsamında kullanılan ticari cam-seramik tozunun (içerik hazırlamada kullanılan diğer katkı maddeleri hariç) fiber kumaşlara nazaran çok daha maliyetli olduğu görülebilmektedir.

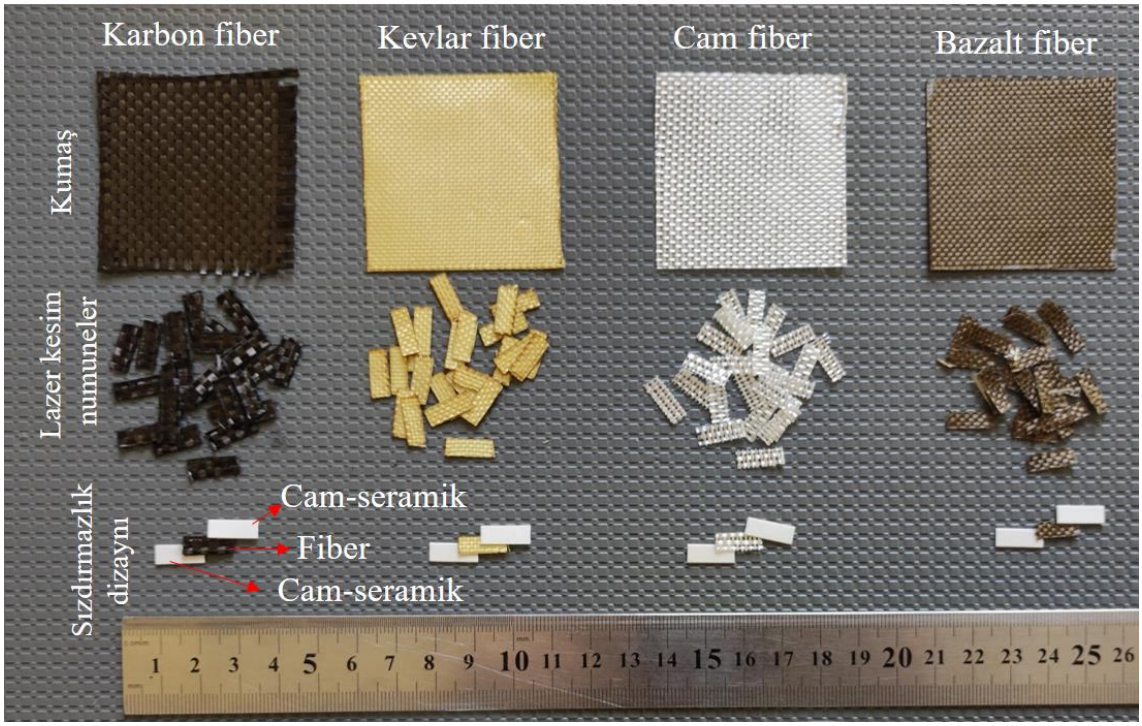
Çizelge 3.1. Kullanılan cam-seramik tozu ve fiber malzemelerin fiyat özellikleri

Malzeme	**Alansal ağırlık [gr/m^2]**	**Dokuma tipi**	**Türkiye yaklaşık fiyat ($/m^2)***	**Yurtdışı (Alibaba) Yaklaşık fiyat ($/m^2)***	**Literatürde geçen yaklaşık fiyat ($/kg)** (Santulli, 2019)
Cam fiber	200	Düz	7,4-8,7	0,4-0,5	1-2
Bazalt fiber	200	Düz	15,6	3-8	20-70
Karbon fiber	200	Düz	33-36	10-13	35-60
Aramid fiber	200	Düz	53-63	10-20	50-150
Cam-seramik tozu (Schott)	-	-	-	-	650**

*(2021), **Üretici firmadan alınan teklif

Bahsi geçen fiber kumaşlar ticari olarak sertifikalı kompozit kumaş ürünleri satan bir firmadan temin edilmiştir. Makul bir karşılaştırma yapabilmek adına dört fiber kumaşta düz (plain) dokuma tipinde ve 200 gr/m^2 alansal ağırlığa sahip seçilmiştir. Şekil 3.2 temin edilen fiber kumaşlardan bir kesiti ve deney numunesine uygun olarak lazer ile kesilmiş

numuneleri göstermektedir. Ek olarak şekilde çekme testlerinin yapılacağı sızdırmazlık dizaynlarında cam-seramik ve fiber kumaşların konumlandırılması gösterilmiştir.



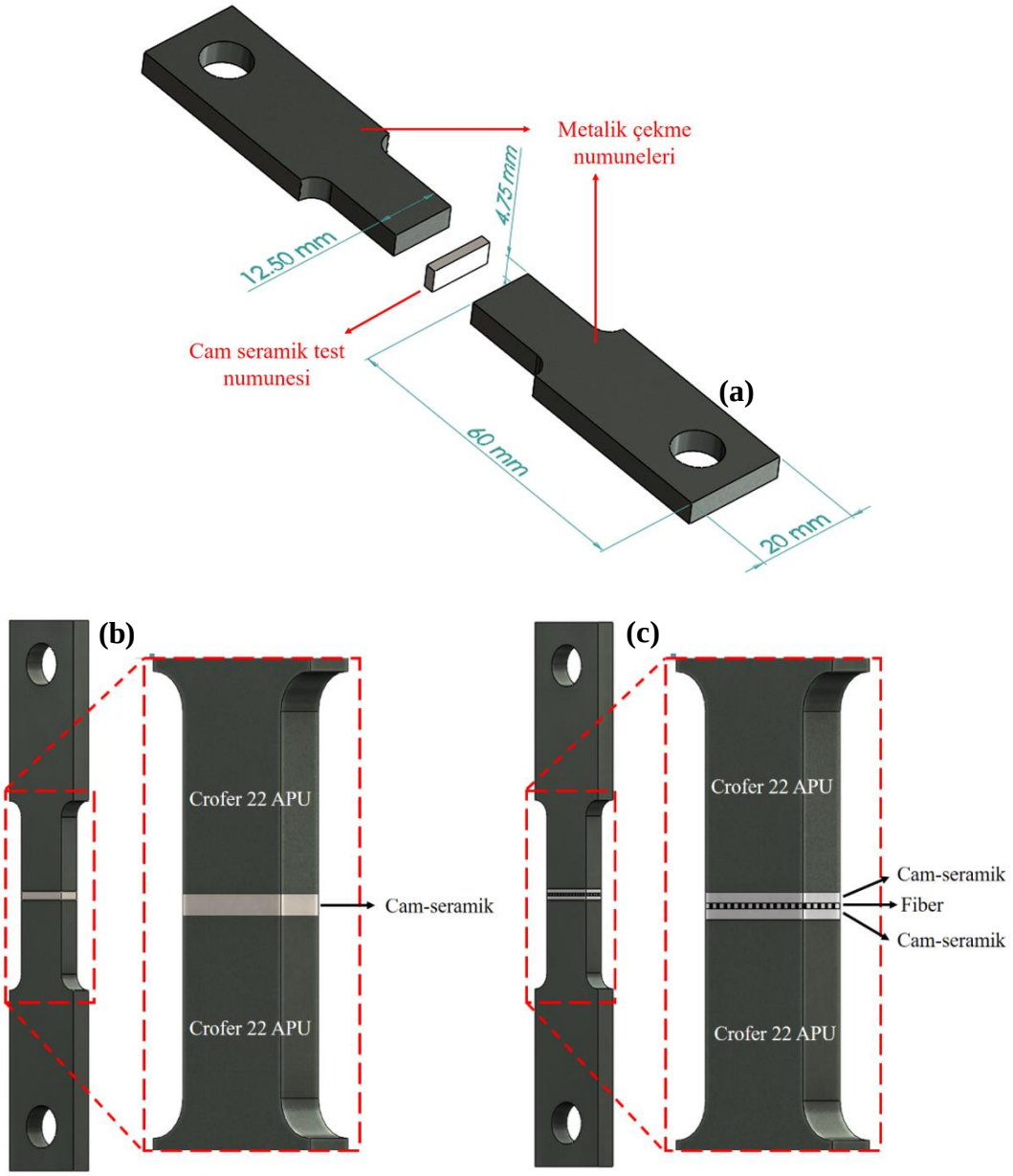
Şekil 3.2. Fiber Kumaş türleri, Lazer kesim sonrası elde edilen numuneler ve planlanan sızdırmazlık dizaynları

3.3 Test Düzeneği ve Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi

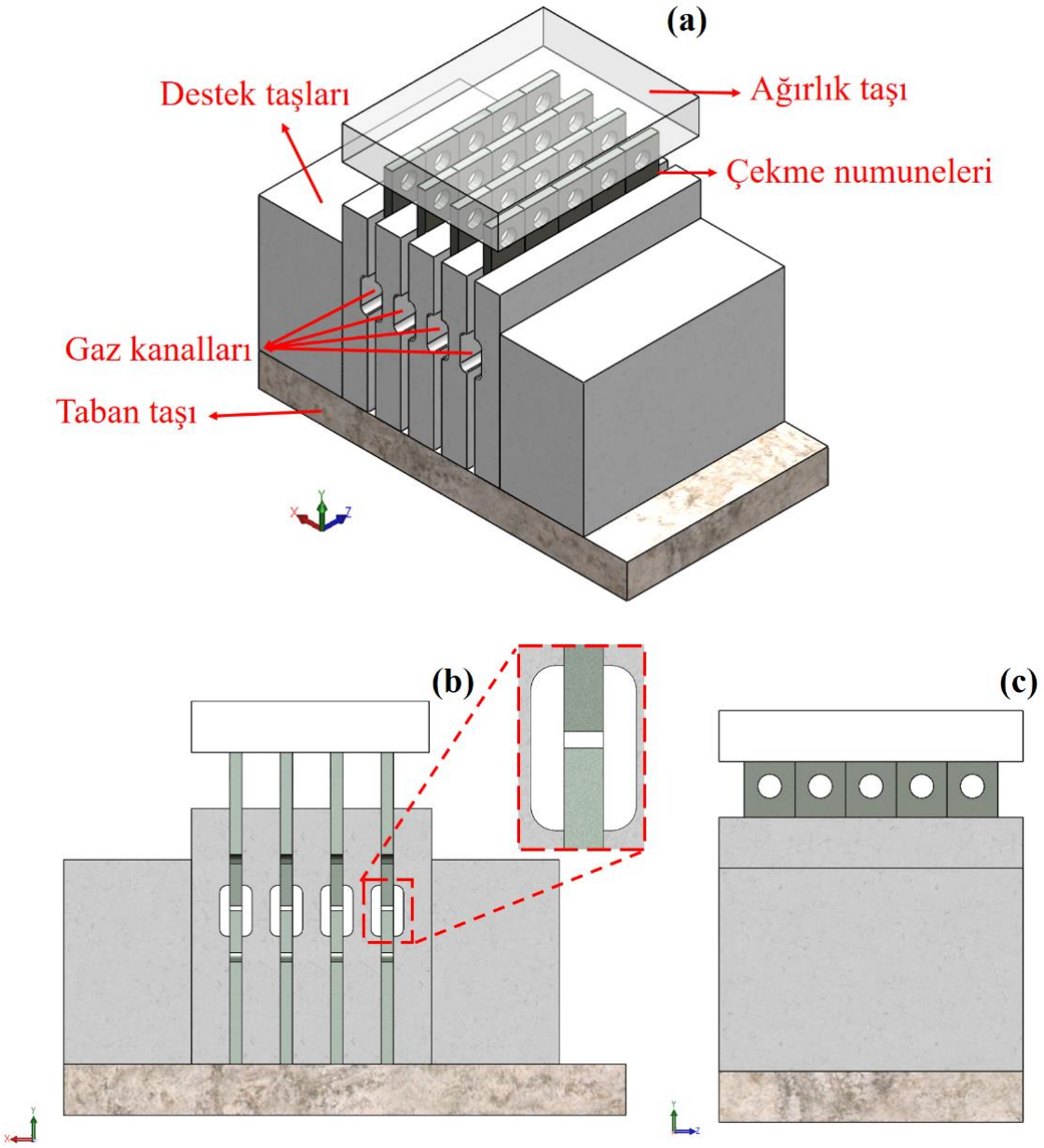
Sızdırmazlık maddelerinin yapışma performansını incelemek amacıyla Şekil 3.3 (a)'da teknik çizim ve ölçüleri verilmiş olan metalik çekme plakaları çekme testleri için özel olarak tasarlanmıştır. Çekme plakaları KOYP uygulamaları için en yaygın kullanıma sahip ara bağlantı malzemesi olan Crofer® 22 APU'dan (ThyssenKrupp VDM GmbH) imal edilmiştir. Şekil 3.3 (b)'de cam-seramik, Şekil 3.3 (c)'de ise cam-seramik/fiber/cam-seramik sandviç yapısında olan sızdırmazlık malzemelerinin çekme numunesine yerleşimi gösterilmektedir. Şekilde görülebileceği gibi sızdırmazlık malzemeleri iki plaka arasında konumlandırıp fırınlama sonrası bu iki plakanın alın alına yapıştırılmasını sağlayacaktır.

Şekil 3.4 ise bu yapışma işlemi için tasarlanan düzeneği göstermektedir. Düzenekte kullanılan taşlar yüksek sıcaklığa dayanıklı malzemeden uygun ölçülerde üretilmiştir. Taban taşı numunelerin düz bir zemine oturtulması ve tamamlanan düzeneğin

taşınabilmesi amacıyla kullanılmış iken ağırlık taşı yapışmayı iyileştirmek adına kullanılmıştır. Tüm deneylerde değiştirilmeden aynı ağırlık taşı kullanılmış olup her durumda numuneler üzerine 1 kg'lık bir kütle uygulanmıştır. Son olarak destek taşları numunelerin dik konumunu koruyabilmesi için kullanılmış ve yapışmanın olacağı kısıma temas etmemesi ve uçucu gazların düzeneği terk edebilmesi için yüzeylerine gaz kanalları açılmıştır. Düzenek hazırlandıktan sonra yapışma için yüksek sıcaklık fırınına yerleştirmeye hazır hale gelmiştir. Şekil 3.5 deney düzeneği kurulum aşamalarından kesitler göstermektedir.

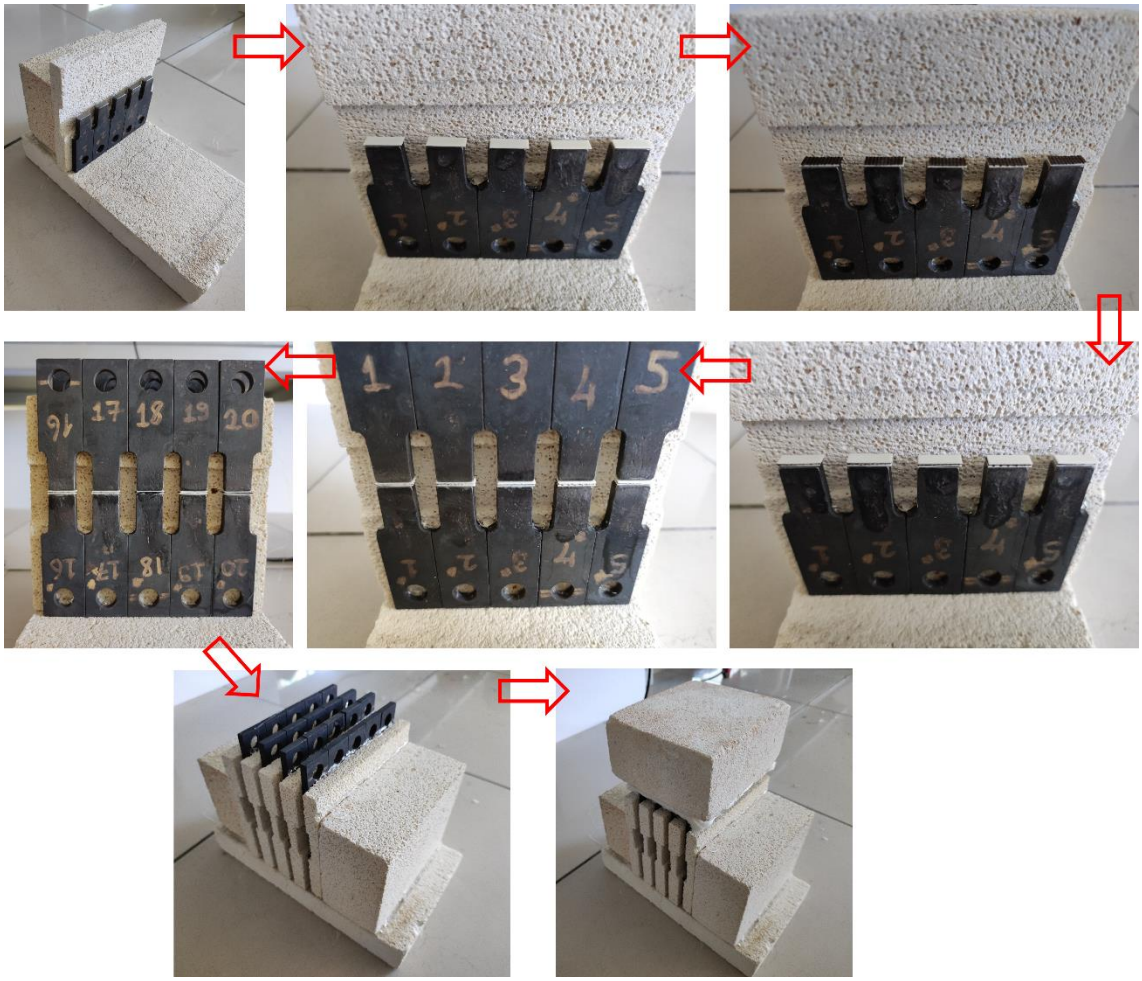


Şekil 3.3. Tasarlanan çekme numunesi ölçüleri (a), standart cam-seramik numunenin (b) ve fiber takviyeli cam seramik numunenin çekme plakasına konumlandırılması (c)



Şekil 3.4. Deney düzeneği tasarımının izometrik (a), sol (b) ve ön görünümleri (c)

Detayları devam eden başlıkta verilecek olan fırınlama işlemi sonrasında elde edilen numuneler çekme testine hazır hale gelmiştir. Böylelikle herbir durum için 20 adet çekme numunesi hazırlanmış ve bütün durumlar için çekme testleri 1 mm/dakika çekme hızı ile gerçekleştirilmiştir. Çekme testinde kullanılan cihaz (Shimadzu Autograph AG-IS) için özel olarak tasarlanmış olan ve seri bir şekilde numune bağlama/çıkarma olanağı sunan çekme aparatı ve çekme numunelerinin aparata konumlandırılması Şekil 3.6'da gösterildiği gibidir.



Şekil 3.5. Deney düzeneği kurulum aşamaları



Şekil 3.6. Çekme testi için özel olarak tasarlanan aparat ve çekme numunesinin yerleşimi

Numunelerin yapışma/kırılma mukavemetleri testlerde elde edilen kırılma anındaki yük değeri kullanılarak aşağıdaki eşitlik yardımı ile hesaplanmıştır:

$$\sigma_F = \frac{F}{A} \tag{3.1}$$

Burada σ_F kırılma mukavemeti (MPa), F kırılma anındaki kuvvet değeri (N) ve A yapışma yüzey alanını (4,75*12,50=58,75 mm^2) ifade etmektedir.

Denklem (3.1)'de elde edilen yapışma/kırılma mukavametlerinin numuneden numuneye farklılık gösterdiği görülmüştür. Seramik gibi kırılgan (gevrek kırılma) malzemelerin mukavemet değerlerinin malzeme bileşimi, başlangıç malzemesi/katkı maddeleri tane boyutu, üretim koşulları ve üretim süreci gibi birçok etkiye bağlı olarak yapıda bulunabilecek bir kusur sebebiyle her bir örnekte farklı olarak ölçülmesi olasıdır. Metallerin aksine seramiklerde bir yada birkaç numune ile mekanik özelliklerin belirlenmesi hatalı sonuçlara sebep olacaktır. Elde edilen verilerin işlenmesi ve güvenilirliklerinin yorumlanabilmesi için istatistiksel analiz gerekmektedir. Seramiklerde istatistiksel bir dağılım ile mekanik özelliklerin tayini literatürde kabul gören bir yaklaşımdır. Yaygın olarak kullanılan ve güvenilirlik oranına dayanan istatistiksel yaklaşım ise Weibull dağılımıdır. Tez kapsamında da çekme testi sonuçlarının analizi ve güvenilirliği özellikle malzeme biliminde seramiklerin ve kompozitlerin özelliklerinin belirlenmesinde yoğun bir şekilde kullanılan iki parametreli Weibull dağılımı yöntemi ile değerlendirilmiştir (Weibull, 1951). Söz konusu dağılım fonksiyonu aşağıda verildiği gibidir:

$$F\ (\sigma; b, c) = 1 - exp\left(-\left(\frac{\sigma}{b}\right)^c\right)\ b \geq 0, c \geq 0 \tag{3.2}$$

Burada $F\ (\sigma; b, c)$, kırılma mukavemetinin σ ile eşit veya daha düşük olma ihtimalini göstermektedir. Denklem (3.2) ve $F\ (\sigma; b, c) + R\ (\sigma; b, c) = 1$ eşitliğinden güvenilirlik aşağıdaki bağıntı ile ifade edilebilir:

$$R\ (\sigma; b, c) = exp\left(-\left(\frac{\sigma}{b}\right)^c\right) \tag{3.3}$$

Burada denklemdeki iki parametre (b ve c) gerçekleştirilen çekme deney verilerinden lineer regresyon yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Bu kapsamda öncelikle elde edilen 20 adet kırılma mukavemeti verileri küçükten büyüğe sıralanarak aşağıdaki denklemden X ve Y değerleri hesaplanmıştır:

$$(X,Y) = \left(ln\,(\sigma), ln\left[ln\left(\frac{1}{1 - F\,(\sigma_i; b, c)}\right)\right]\right) \tag{3.4}$$

Burada $F\,(\sigma_i; b, c)$ değeri σ_i 'nin medyan rankı olup aşağıdaki eşitlikle hesaplanmıştır.

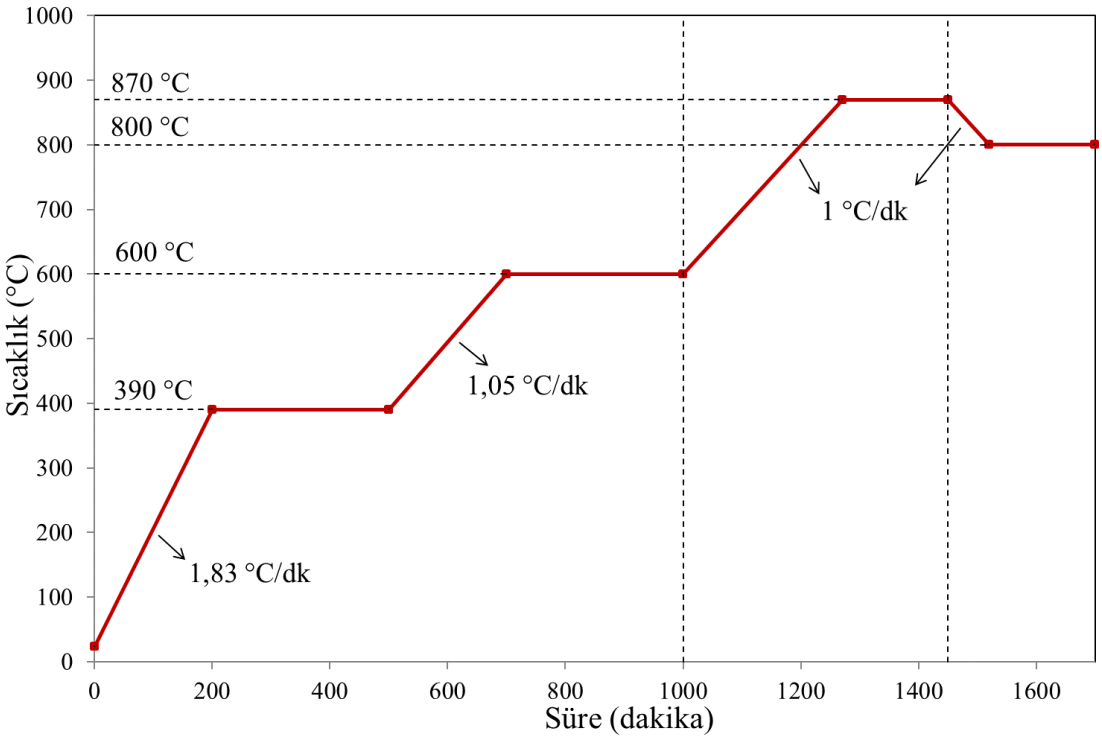
$$F\,(\sigma_i; b, c) = {}^{i\,-\,3}/_{n\,+\,4} \tag{3.5}$$

Bu denklemde "n" toplam deney numunesi sayısını (20) göstermekte iken "i" karşılık gelen sırayı göstermektedir. Son olarak (X,Y) değerleri ile lineer regresyon modeli oluşturulmuş ve Lineer regresyon eğrisinin eğiminden c parametresi; eğri denklemindeki sabit değerden ise b ($b = e^{\left(\frac{-sabit}{c}\right)}$) parametresi hesaplanmıştır.

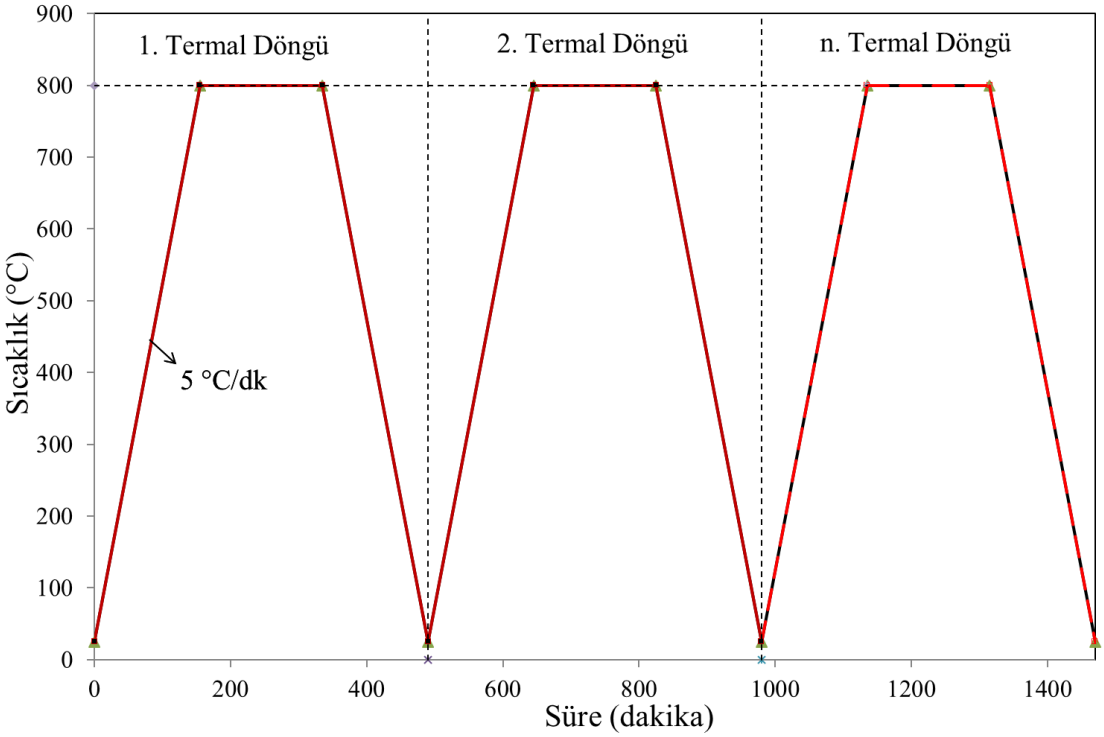
3.4 Fırınlama ve Termal Döngü Süreci

İki plaka arasına cam-seramik ve cam-seramik/fiber/cam-seramik dizaynına sahip sızdırmazlık elemanı yerleştirilmiş olan 20 adet çekme numunesi ısıtma reçetesi programlanabilen yüksek sıcaklık fırınına yerleştirilmiştir. Numuneler doğrudan KOYP çalışma sıcaklığına ısıtılmamış olup Şekil 3.7'de verildiği gibi içeriğe eklenen organik maddelerin uçurulması, cam-seramiğin yoğun bir yapı kazanması ve kristallenmesi gibi aşamalar göz önüne alınarak aşamalı bir fırınlamaya tabi tutulmuştur. Daha sonrasında oda sıcaklığına soğutulan numuneler çekme testine hazır hale gelmiştir. Ayrıca Şekil 3.7'de verilen bu cam-seramik oluşum reçetesi termal döngü aşamalarına geçmeden her bir duruma uygulanmıştır. Ardından Şekil 3.8'de verilen termal döngü reçetesi uygunlanmış ve 1, 3 ve 5 termal döngü sonrası numunelerin yapışma mukavemeti ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Çizelge 3.2 tüm ilgilenilen durumların bir listesini göstermektedir. Çizelgede görüldüğü gibi sızdırmazlık elemanı tasarımı ve termal döngü sayısına göre tüm durumlar için bir kısaltma belirlenmiş olup devam eden bölümlerde bu

durum kısaltmaları kullanılacaktır. Tez kapsamında Çizelge 3.2'de verilen her bir durum için 20 numune hazırlandığından toplamda 400 numunenin analizi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.7. Fırınlama reçetesi



Şekil 3.8. Termal döngü reçetesi

Çizelge 3.2. Sızdırmazlık elemanı tasarımları ve ilgilenilen durumlar

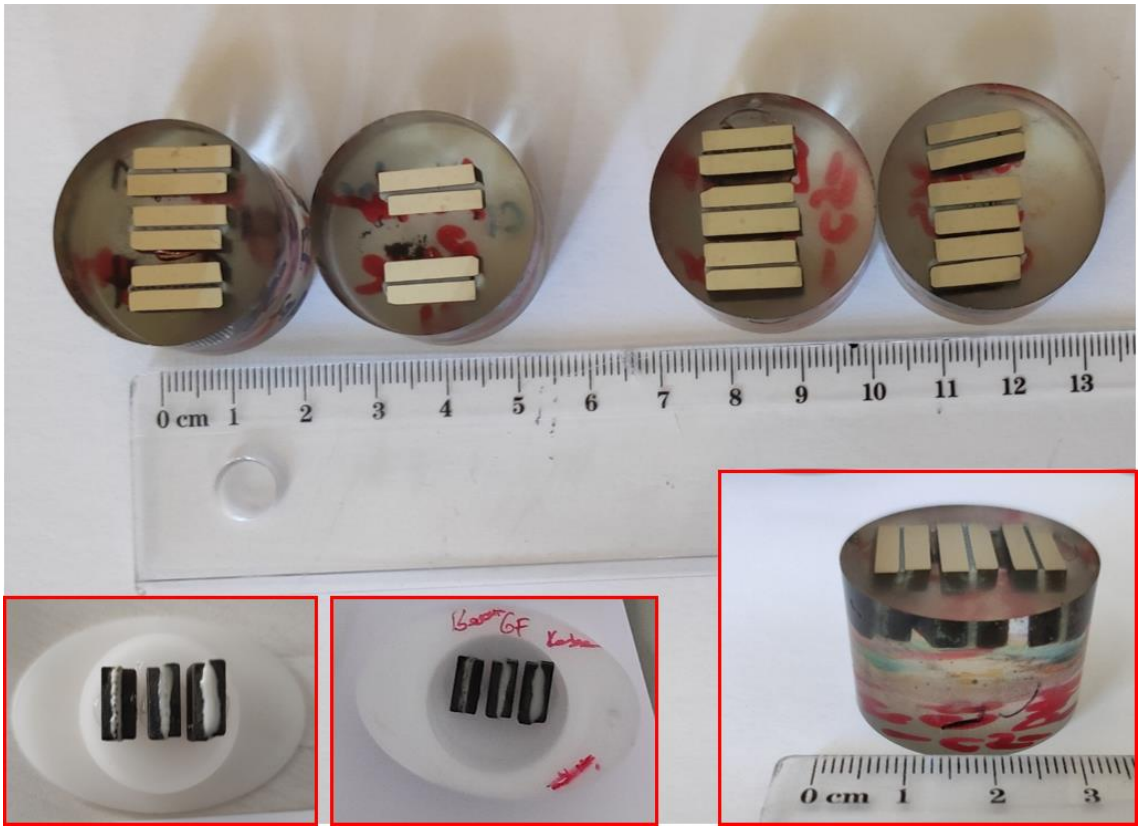
Sızdırmazlık elemanı tasarımı	Termal Döngü sayısı (TD)	Durumlar
Standart Cam-Seramik	0	CS
Standart Cam-Seramik	1	CS-1
Standart Cam-Seramik	3	CS-3
Standart Cam-Seramik	5	CS-5
Bazalt Fiber takviyeli Cam-seramik	0	BF_CS
Bazalt Fiber takviyeli Cam-seramik	1	BF_CS-1
Bazalt Fiber takviyeli Cam-seramik	3	BF_CS-3
Bazalt Fiber takviyeli Cam-seramik	5	BF_CS-5
Aramid Fiber takviyeli Cam-seramik	0	AF_CS
Aramid Fiber takviyeli Cam-seramik	1	AF_CS-1
Aramid Fiber takviyeli Cam-seramik	3	AF_CS-3
Aramid Fiber takviyeli Cam-seramik	5	AF_CS-5
Cam Fiber takviyeli Cam-seramik	0	CF_CS
Cam Fiber takviyeli Cam-seramik	1	CF_CS-1
Cam Fiber takviyeli Cam-seramik	3	CF_CS-3
Cam Fiber takviyeli Cam-seramik	5	CF_CS-5
Karbon Fiber takviyeli Cam-seramik	0	KF_CS
Karbon Fiber takviyeli Cam-seramik	1	KF_CS-1
Karbon Fiber takviyeli Cam-seramik	3	KF_CS-3
Karbon Fiber takviyeli Cam-seramik	5	KF_CS-5

3.5 Mikroyapı ve XRD Analizi

Cam-seramik/fiber/cam seramik formunda kullanılan sızdırmazlık elemanlarının fırınlama ve termal döngü sonrası interkonnektörlerinde dâhil olduğu mikroyapısal kesit görüntüsünün sağlıklı bir şekilde alınabilmesi için SEM numuneleri özenle hazırlanmıştır. Hazırlanan numuneler yapıya mukavemet kazandıran ve yapının taşlama ve patlatılmasına olanak sağlayan epoksi içinde kalıba alınmıştır. Bu amaçla ağırlıkça 25:3 reçine:sertleştirici oranında hazırlanan karışım 5 dakika boyunca karıştırıldıktan sonra küçük bir kap içerisine konulan numunelerin üzerine dökülmüş ve hava kabarcıklarını önleyen vakum destekli kalıba alma cihazı (CitoVac, Struers)

kullanılmıştır. Ardından oda sıcaklığında 12 saat kürlenen numunelerin taşlama ve patlatma cihazında (Tegramin-20, Struers) yüzey hazırlığı tamamlanmıştır.

Şekil 3.9 termal döngüye maruz kalmamış ve 5 termal döngü geçirmiş olan durumlar için hazırlanmış olan SEM numunelerini göstermektedir. Mikroyapı analizleri için Alan Emisyonlu-Taramalı Elektron Mikroskobu (FE-SEM) (Zeiss Gemini SEM 300) kullanılmıştır. Ayrıca FE-SEM analizi öncesinde kalıba alınan numuneler ve kırılma yüzeyleri 35X büyütme sunabilen stereoskopik bir mikroskop (Leica EZ4 W) ile incelenmiştir. X-ışını kırınımı (XRD) numunelerinin hazırlanmasında ise ilgilenilen sızdırmazlık elemanları mika arasında sıkıştırıp fırınlama ve termal döngü sonrası numune üzerinde kalan mika tozları zımpara kâğıdı ile temizlenmiştir. XRD (Malvern Panalytical) analizleri $0 < 2\text{teta} < 90°$ aralığında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.9. FE-SEM analizi için kalıba alınmış numuneler

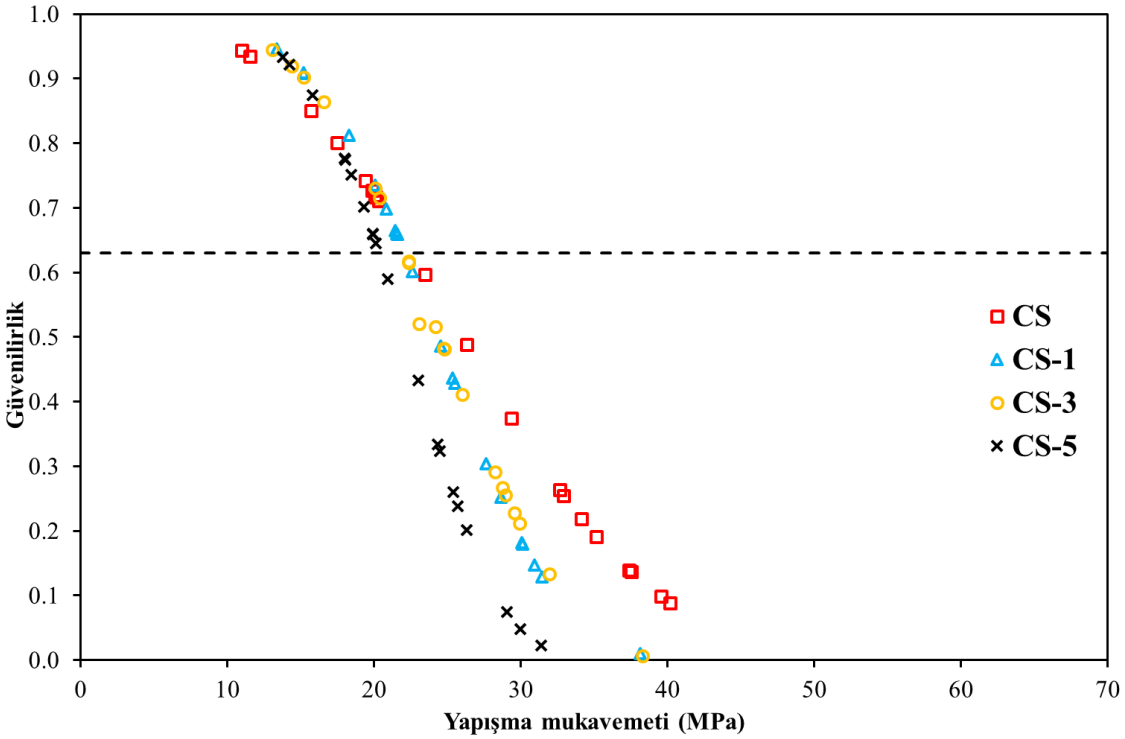
BÖLÜM IV

BULGULAR ve TARTIŞMA

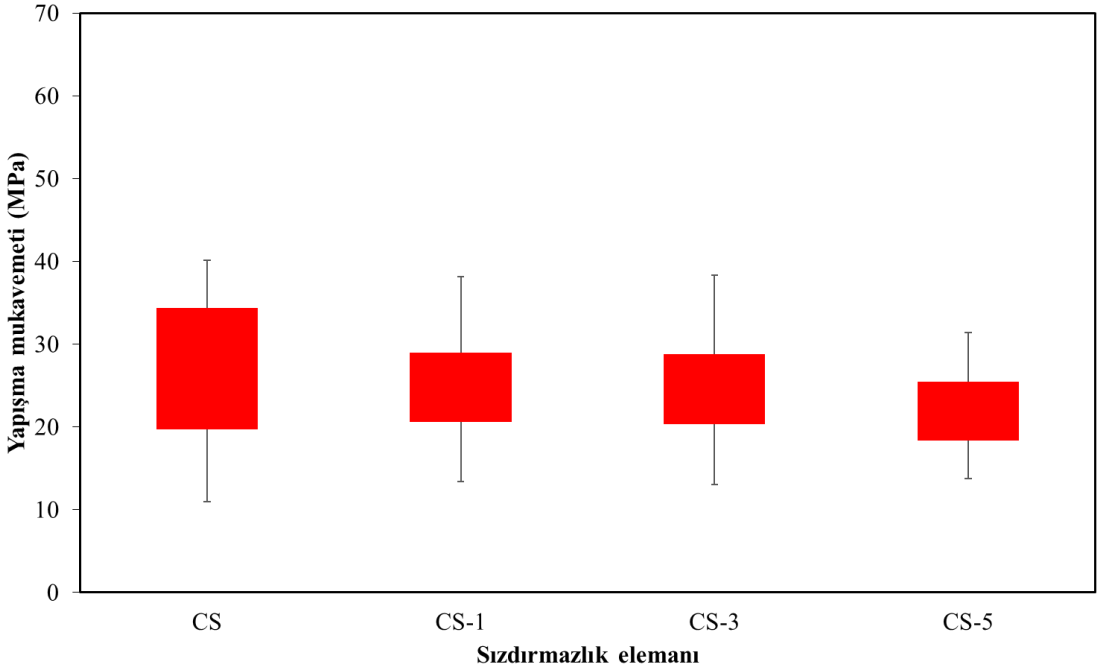
4.1 Mekanik Sonuçlar

Fırınlama ve termal döngü sonrasında oda sıcaklığına soğutup çekme testine tabi tutulan ve her durum için 20 adet numuneden elde edilen yapışma/kırılma mukavemeti sonuçları kullanılan her fiberde farklı davranışlar ortaya koymuştur. İlk olarak fiber takviyesinin etkisinin anlaşılabilmesi için baz durum (fiber takviyesiz standart cam-seramik) incelenmiştir. Şekil 4.1 ve Şekil 4.2'de baz durumlar (CS, CS-1, CS-3 ve CS-5) için elde edilen tüm sonuçlar grafiğe dökülmüştür. Şekil 4.1(a) elde edilen sonuçların güvenilirlik eğrilerini göstermekte iken Şekil 4.1(b) elde edilen sonuçların kutu grafiği ile gösterimini sunmaktadır. Bu kapsamda Şekil 4.1 gerçekleştirilen çekme testleri sonucunda her durum için elde edilen 20 adet verinin birbiri arasındaki farklılıkları ve dalgalanmalarını göstermektedir. Şekil 4.2'de ise her durum için elde edilen 20 veri sonucunda ortaya çıkan yapışma mukavemeti değerlerini göstermektedir. Şekil 4.2 (a) % 63,2 (Weibull) güvenilirlik değerine tekabül eden yapışma mukavemeti değerlerini; Şekil 4.2 (b) ise ilgili 20 verinin doğrudan aritmetik ortalamasının alınması sonucu elde edilen ortalama yapışma mukavemeti değerlerini göstermektedir. Elde edilen sonuçlara göre CS durumu için % 63,2 güvenilirlikte yapışma mukavemeti değerinin 22,49 MPa; ortalama yapışma mukavemeti değerinin ise 26,21 MPa olduğu ve bu durum için yaklaşık %16,5'lik bir farkın olduğu görülmüştür. Bu açıdan aritmetik ortalamaya dayanan ortalama yapışma mukavemeti ve güvenilirlik oranına dayanan istatistiksel yaklaşımla elde edilen değerlerin farklılık gösterebileceği ortaya çıkmış ve Weibull yaklaşımı ile elde edilen değerlerin kullanımının daha doğru olacağı sonucuna varılmıştır. Bu yüzden karışıklığı engellemek adına devam eden paragraflarda tüm durumlar için elde edilen yapışma mukavemeti değerleri belirtilirken % 63,2 güvenilirlikte elde edilen yapışma mukavemeti değeri kullanılacaktır. CS durumunda elde edilen yapışma mukavemeti değerinin (22,49 MPa) termal döngüler ile değişimi incelendiğinde CS-1 (22,06 MPa) ve CS-3 (22,05 MPa) durumlarında ciddi bir düşüşün olmadığı görülmektedir. Dahası CS-1 ve CS-3 değerlerinin neredeyse aynı olması yapının üç termal döngüye karşı stabil kaldığını göstermektedir. Bu açıdan ele alınan baz durumun yeterince iyi bir yapışma mukavemetine ve termal döngü kararlılığına sahip olduğu söylenebilir. CS-5 durumunda

elde edilen yapışma mukaveti değerinin (20,34 MPa) ise termal döngü geçirmemiş olan CS durumunda elde edilen değere göre %9,6'lık bir azalma sergilediği görülmektedir. Bu sonuç ile yapının beş termal döngü sonrasında bozulmaya başladığı anlaşılmıştır.

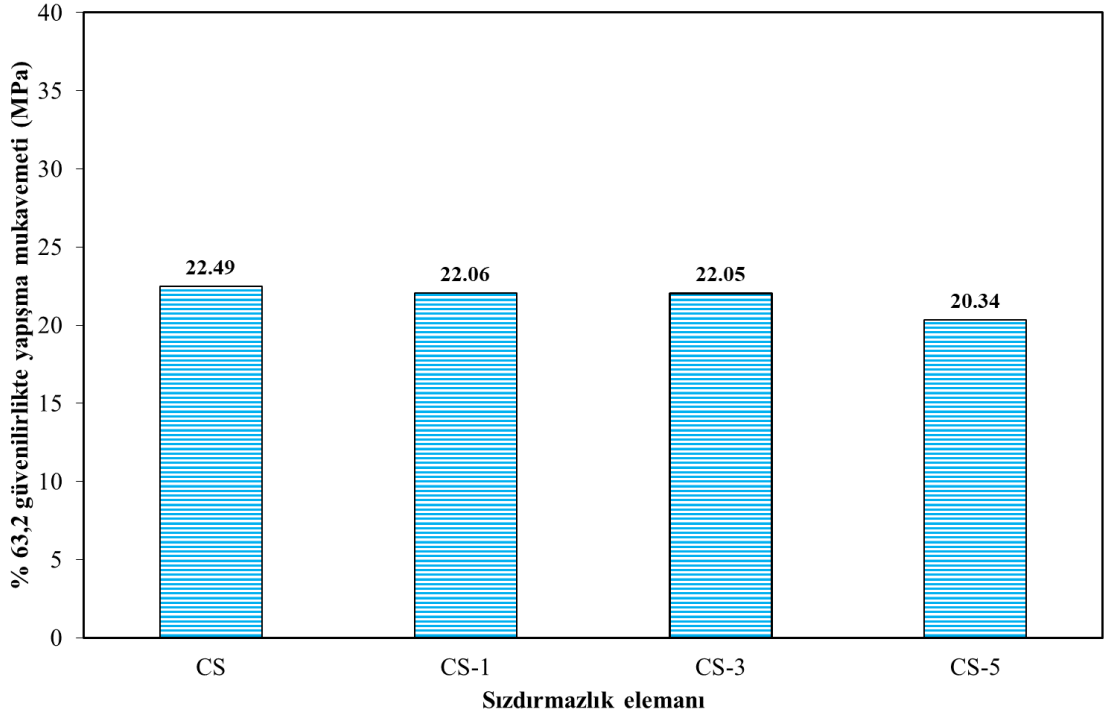


(a)

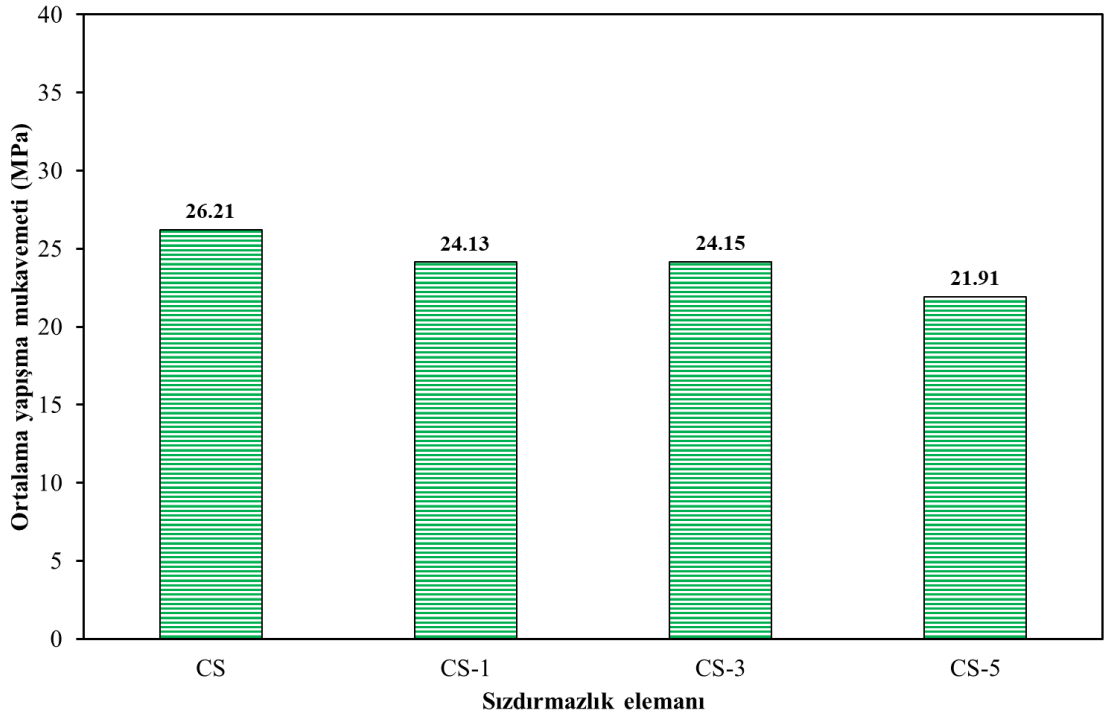


(b)

Şekil 4.1. CS, CS-1, CS-3 ve CS-5 durumları için elde edilen sonuçların güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafiği gösterimleri (b)



(a)



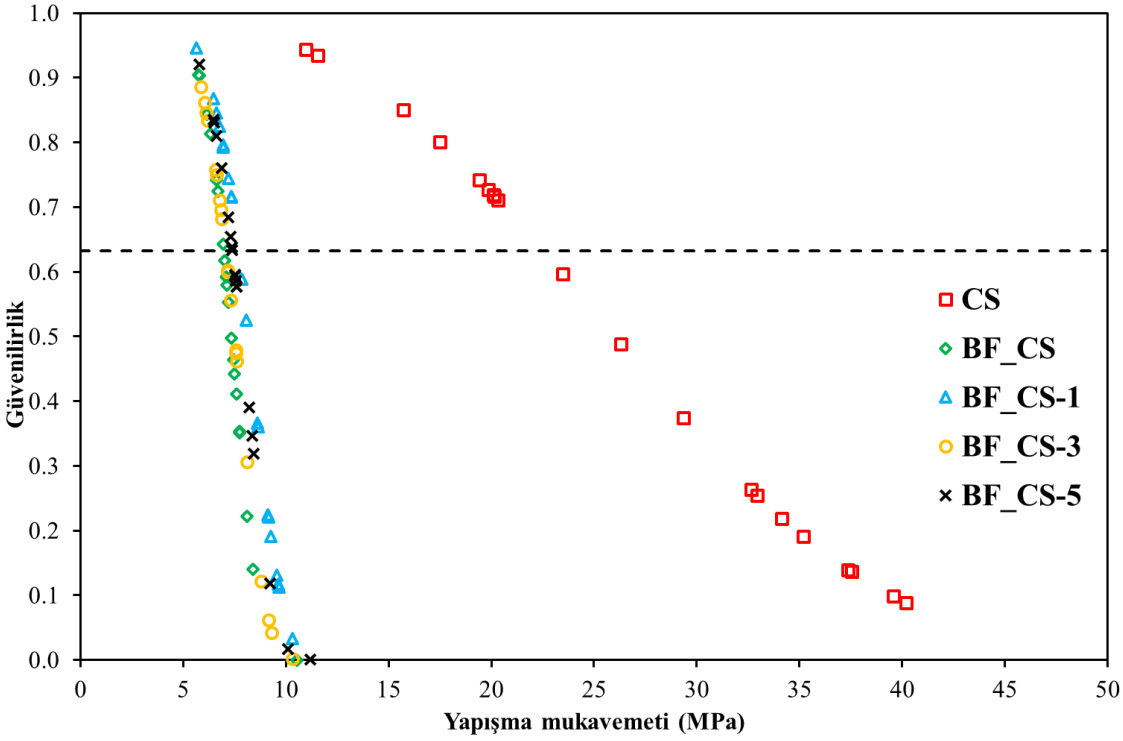
(b)

Şekil 4.2. CS, CS-1, CS-3 ve CS-5 durumları için elde edilen Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri

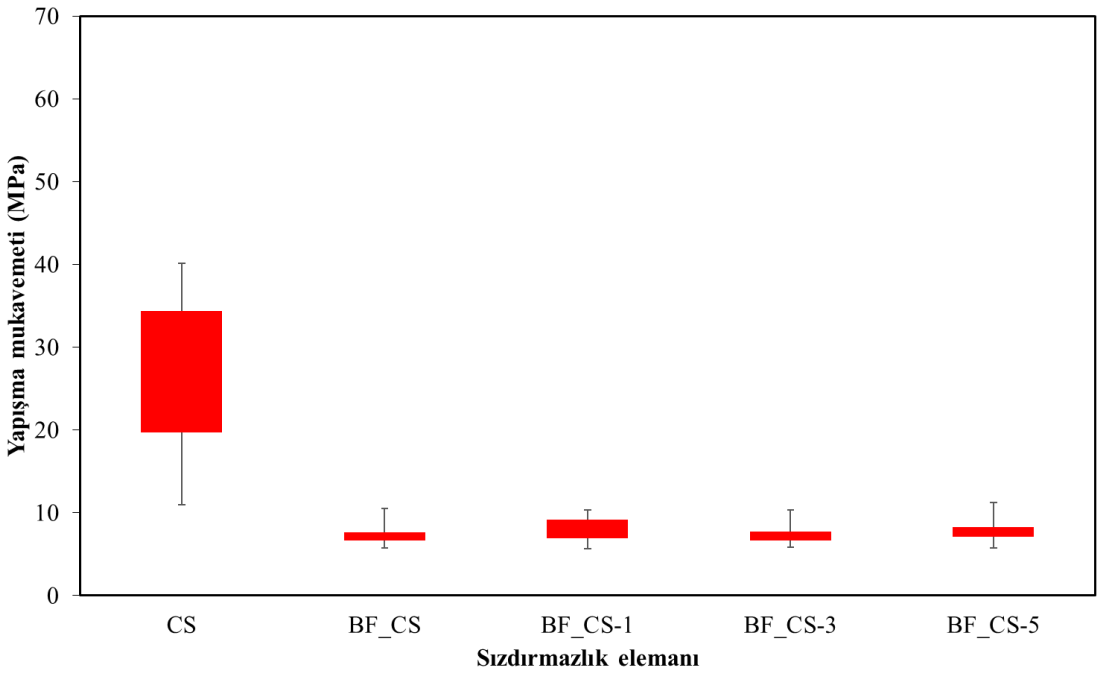
Daha önce ifade edildiği gibi her durum için elde edilen 20 adet verinin birbiri arasındaki farklılıkları ve dalgalanmalarını göstermek amacıyla verilen güvenilirlik eğrileri ve kutu grafikleri ilgilenilen fiber takviyeli cam-seramik durumları olan Bazalt (Şekil 4.3), Aramid (Şekil 4.5), Cam (Şekil 4.7) ve Karbon (Şekil 4.9) fiber takviye durumları için de verilmiştir. Benzer şekilde Şekil 4.4, Şekil 4.6, Şekil 4.8 ve Şekil 4.10 sırasıyla Bazalt, Aramid, Cam ve Karbon takviyeli cam-seramikler için elde edilen Weibull yapışma mukavemeti değerlerini ve ortalama yapışma mukavemeti değerlerini göstermektedir.

Baz durum için gerçekleştirilen testler sonrasında fiber katkısının etkisinin daha iyi anlaşılabileceği düşünülmektedir. Bu kapsamda ilk olarak cam-seramik/Bazalt fiber/cam-seramik sandviç yapısının yani bazalt fiber takviyeli cam-seramik (BF_CS) elemanlarının termal döngü öncesi ve termal döngüler sonrasında elde edilen sonuçları Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'te verildiği gibidir. Şekillerden de görülebileceği gibi BF_CS durumu fiber katkısı olmayan durum olan CS'ye göre hayli düşük bir yapışma mukavemeti sunmuştur. Termal döngü performansında ise BF_CS-1, BF_CS-3 ve BF_CS-5 durumlarında yapışma mukavemeti değerlerinin hafif dalgalanmalar göstererek BF_CS ile neredeyse aynı sonuçları verdiği görülmüştür. Bu açıdan BF_CS durumunun termal döngü ile mukavemet kaybetmediği ve termal kararlılık sunduğu sonucu da ortaya çıkmaktadır. Ayrıca Şekil 4.3 (b)'de verilmiş olan kutu grafiğinden görülebileceği gibi sonuçlar arasında dalgalanmaların en az olduğu durumdur. Diğer taraftan Tüm fiber takviye durumları arasında en düşük mukavemet değeri BF_CS durumlarında elde edilmiştir.

Cam-seramik/Aramid fiber/cam-seramik sandviç yapısına sahip aramid fiber takviyeli cam-seramik (AF_CS) durumları için elde edilen yapışma mukavemeti sonuçları Şekil 4.5 ve Şekil 4.6'da sunulduğu gibidir. AF kullanımının CS durumunda elde edilen sonuç göz önüne alındığında yapışma mukavemeti üzerinde pek bir etkisinin olmadığı açıktır. Yinede BF_CS durumunda gözlemlenen ciddi yapışma mukavemeti düşüşü AF_CS durumunda gözlenmemiştir. AF kullanımının performans anlamında bir iyileştirmeye sebep olmadığı termal döngü sonrası elde edilen sonuçlarda da görülmüştür. Dahası AF_CS-3 ve AF_CS-5 durumları arasında elde edilen yapışma mukavemeti değerlerindeki düşüş oranı CS-3 ve CS-5 durumlarında elde edilene göre daha yüksek olduğundan AF kullanımının termal döngü dayanımına olumsuz etkilerinin olduğu bu aşamada söylenebilir.

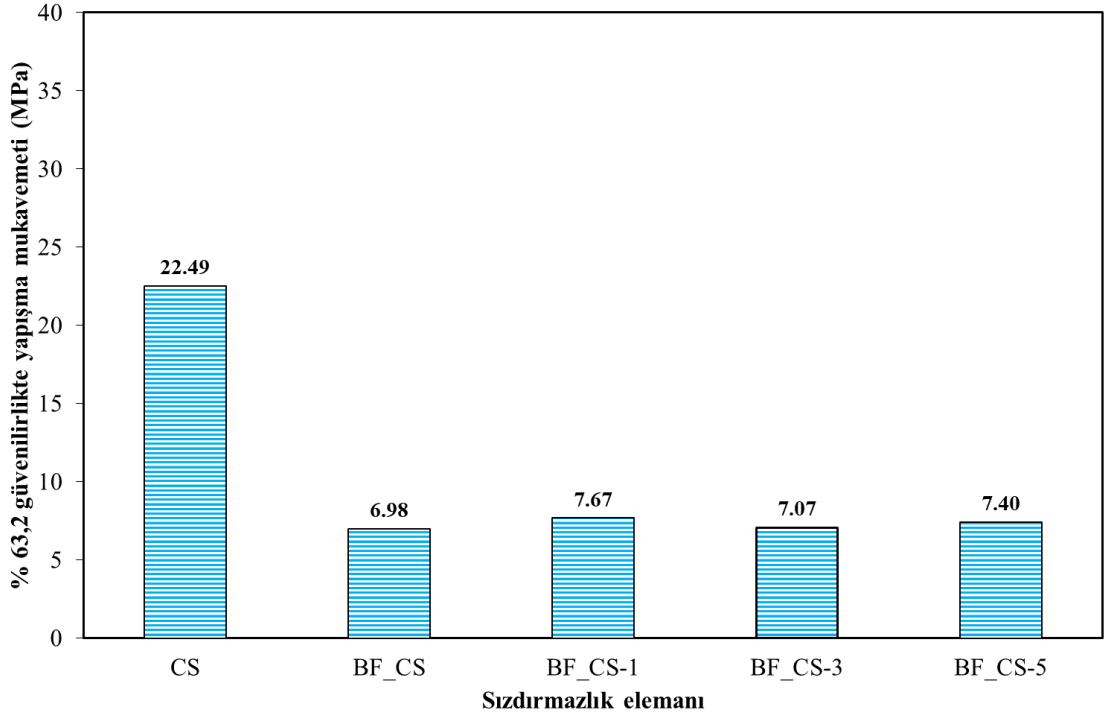


(a)

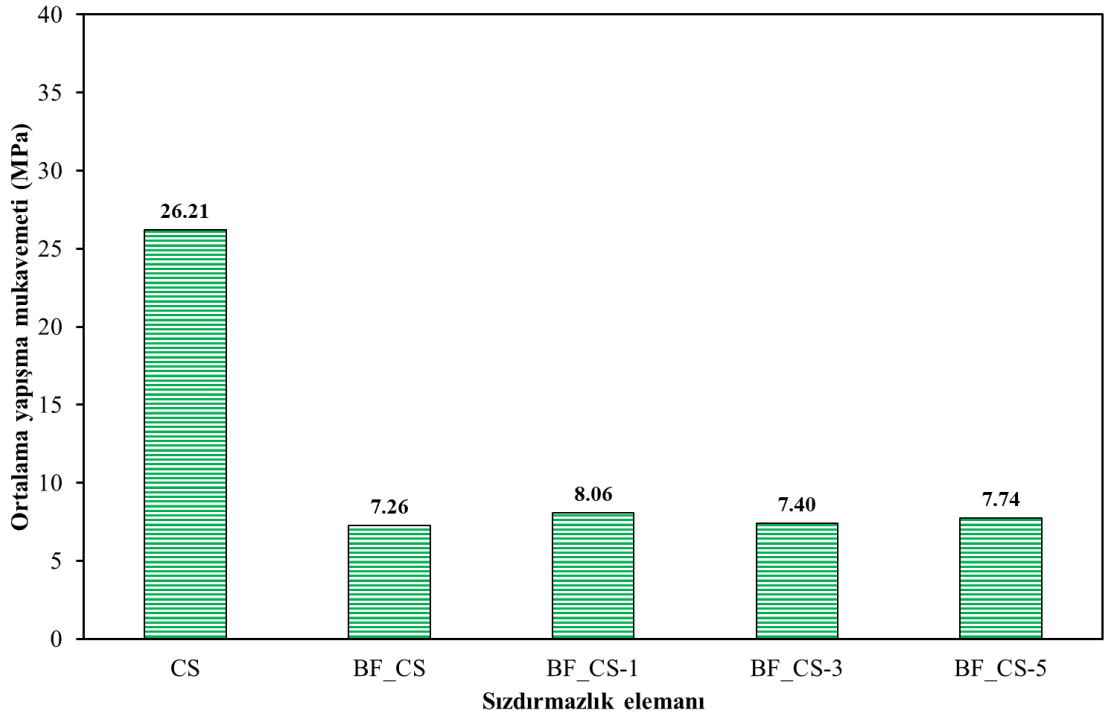


(b)

Şekil 4.3. BF_CS, BF_CS-1, BF_CS-3 ve BF_CS-5 durumları için elde edilen sonuçların güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafiği gösterimleri (b)

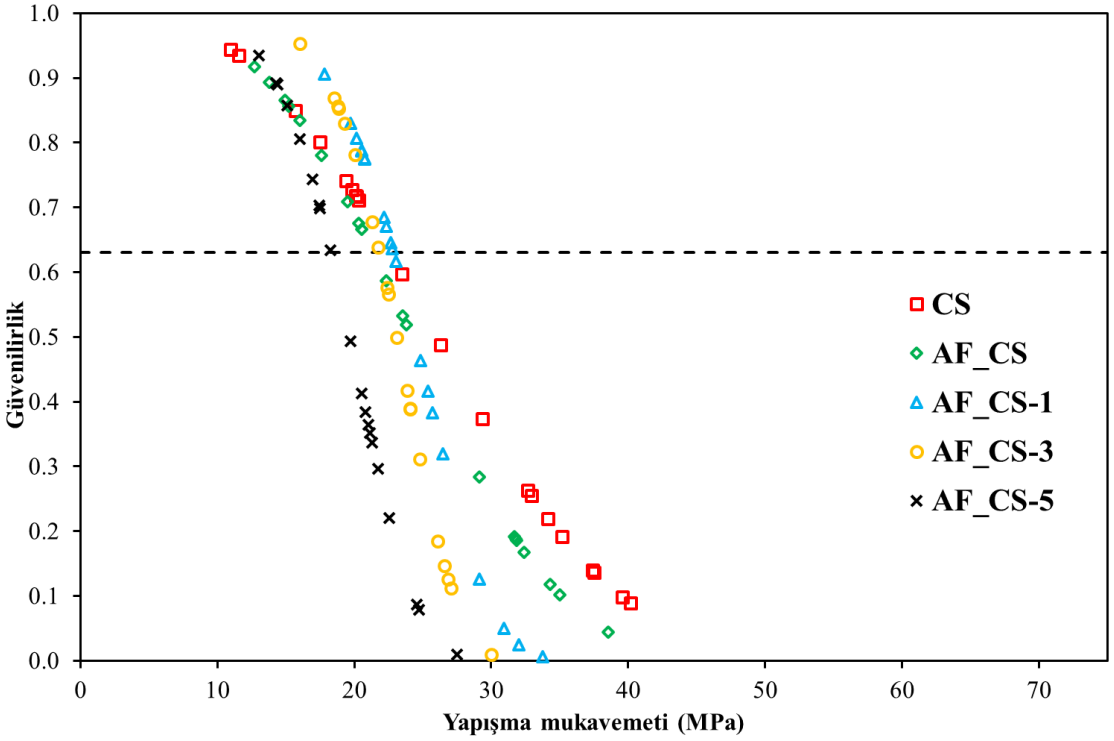


(a)

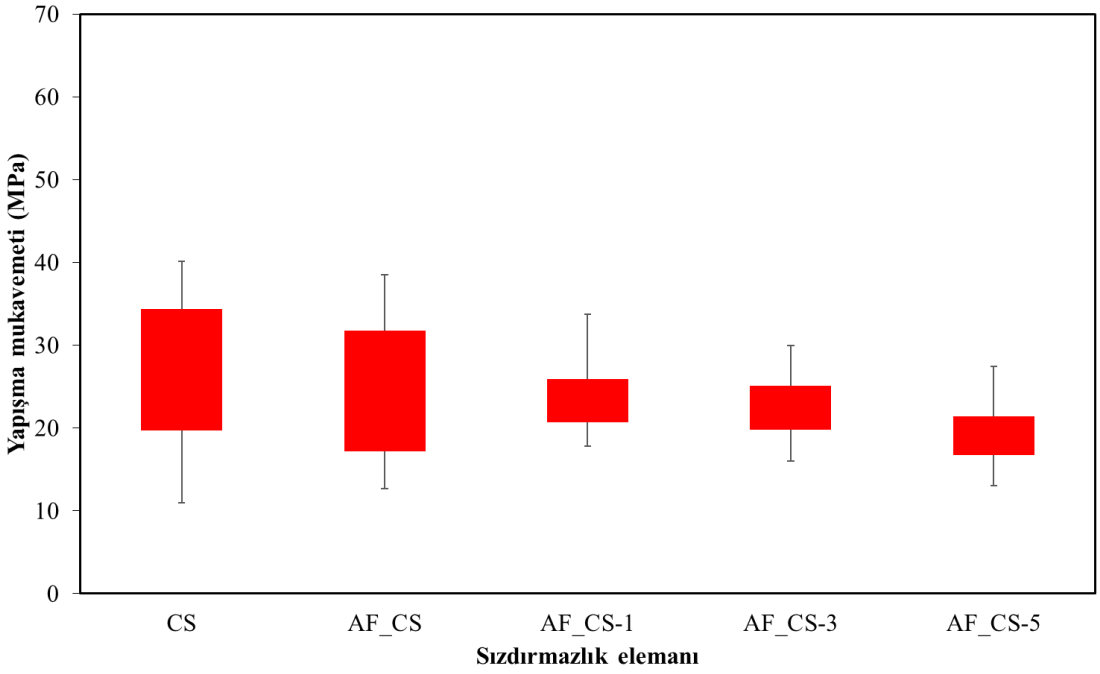


(b)

Şekil 4.4. BF_CS, BF_CS-1, BF_CS-3 ve BF_CS-5 durumları için elde edilen Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri

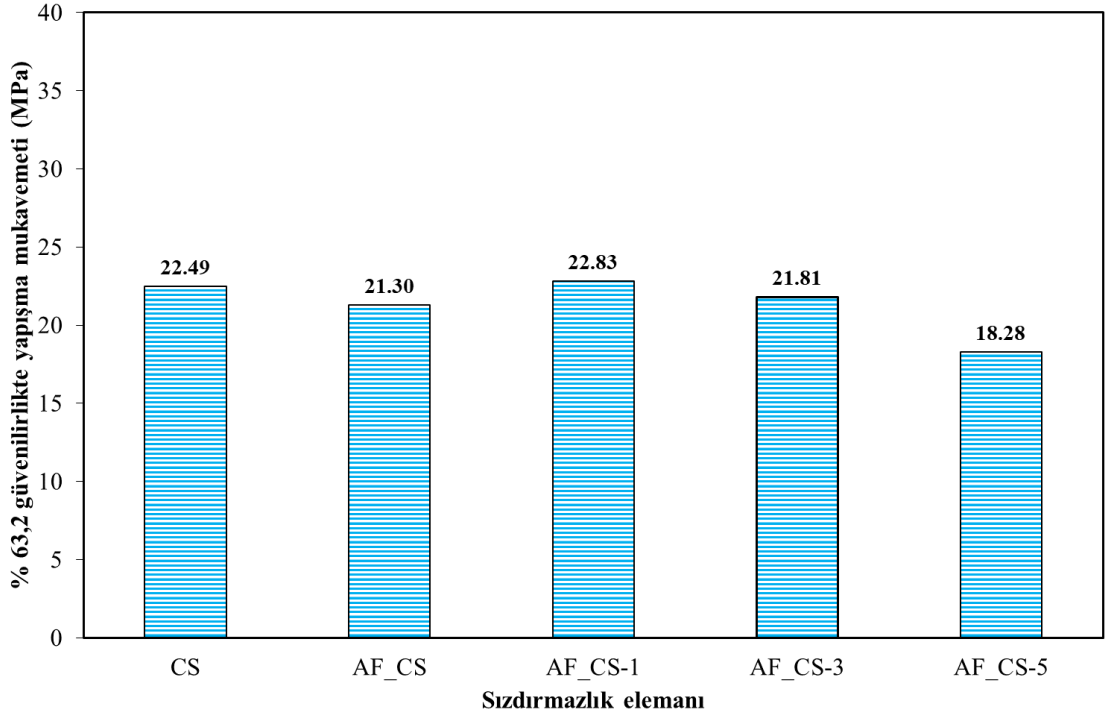


(a)

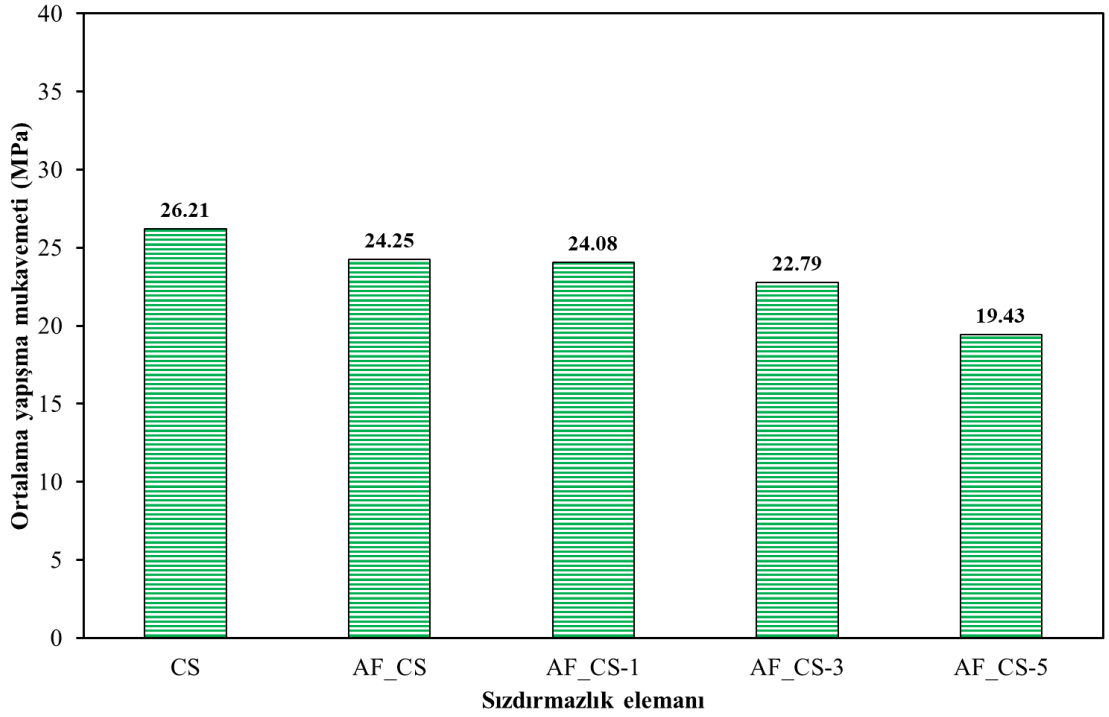


(b)

Şekil 4.5. AF_CS, AF_CS-1, AF_CS-3 ve AF_CS-5 durumları için elde edilen sonuçların güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafiği gösterimleri (b)



(a)

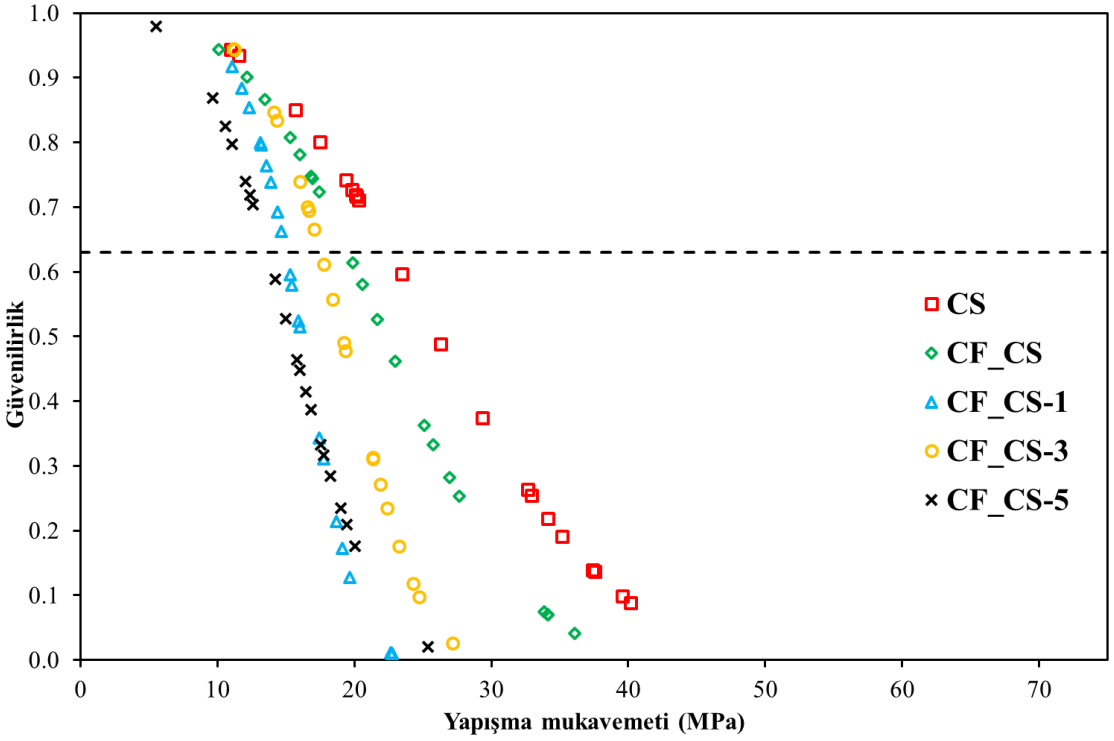


(b)

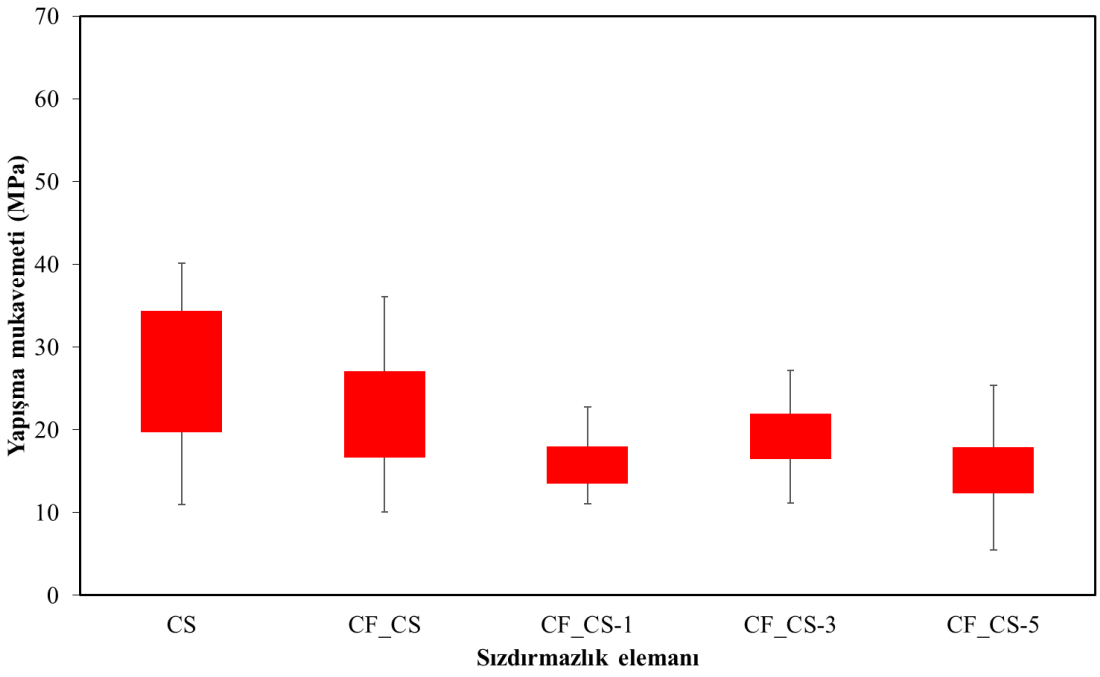
Şekil 4.6. AF_CS, AF_CS-1, AF_CS-3 ve AF_CS-5 durumları için elde edilen Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri

Cam-seramik/cam fiber/cam-seramik sandviç yapısında olan cam fiber takviyeli cam-seramik (CF_CS) durumlarındaki yapışma mukavemeti sonuçları ise Şekil 4.7 ve Şekil 4.8'de verilmiştir. Şekilde CF kullanımının yapışma mukavemeti üzerinde olumsuz bir etkiye neden olduğu görülmektedir. BF_CS durumundan sonra en kötü performanslar CF_CS durumlarında elde edilmiştir. Ayrıca tüm durumlar arasında termal döngü davranışı en karmaşık olan yapının CF_CS durumları olduğu görülmüştür. CF_CS durumunda elde edilen yapışma mukavemeti değerinin CF_CS-1 durumunda ciddi bir düşüş göstermesi sonrasında CF_CS-3 durumunda iyileşme ve nihayetinde CF_CS-5 durumunda yeniden düşüşe geçme eğilimi termal döngü performansı açısından istikrarsız bir yapının varlığını ortaya koymaktadır. CS durumlarına göre düşük performans sergilemesi ile BF_CS ve AF_CS durumları sonrasında bu fiberin kullanımında da beklenen verimin alınamadığı görülmüştür.

İlgilenilen fiberler arasında son olarak cam-seramik/karbon fiber/cam-seramik sandviç yapısında olan karbon fiber takviyeli cam-seramik (KF_CS) sızdırmazlık elemanlarının mekanik performans sonuçları Şekil 4.9 ve Şekil 4.10'da verilmiştir. Diğer fiber takviyelerin aksine KF kullanımının yapışma mukavemetinde ciddi bir iyileştirmeye neden olduğu görülmektedir. Baz durum olan CS durumunda elde edilen yapışma mukavemeti değeri (22,49 MPa) ile karşılaştırıldığında KF_CS durumunda (32,59 MPa) ~%45'lik bir performans artışı meydana gelmiştir. Dahası termal döngü adımlarından KF_CS-1 (31,40 MPa) ve KF_CS-3 (31,63 MPa) durumlarında ciddi bir performans düşüşü göstermediği ve üç termal döngüye kadar kararlı kalabildiği görülmektedir. CS durumundaki termal döngü davranışına benzer olarak KF_CS durumunda da yapışma mukavemetinde 5. termal döngü sonrası nispeten düşüş görülmektedir. KF_CS ile KF_CS-5 arasında %13,3'lük bir performans kaybı söz konusudur. Yinede KF_CS-5 durumunda elde edilen yapışma mukavemeti değerinin CS baz durumları dahil ilgilenilen tüm durumlardan hala çok yüksek olduğu ortadadır. Bu açıdan bakıldığında KF kullanımının 5 termal döngü geçirmiş halinin katkısız CS durumundan yüksek performans sergilemesi KF takviyesinin KOYP sızdırmazlık elemanı olarak umut verici bir potansiyele sahip olduğunu göstermektedir.

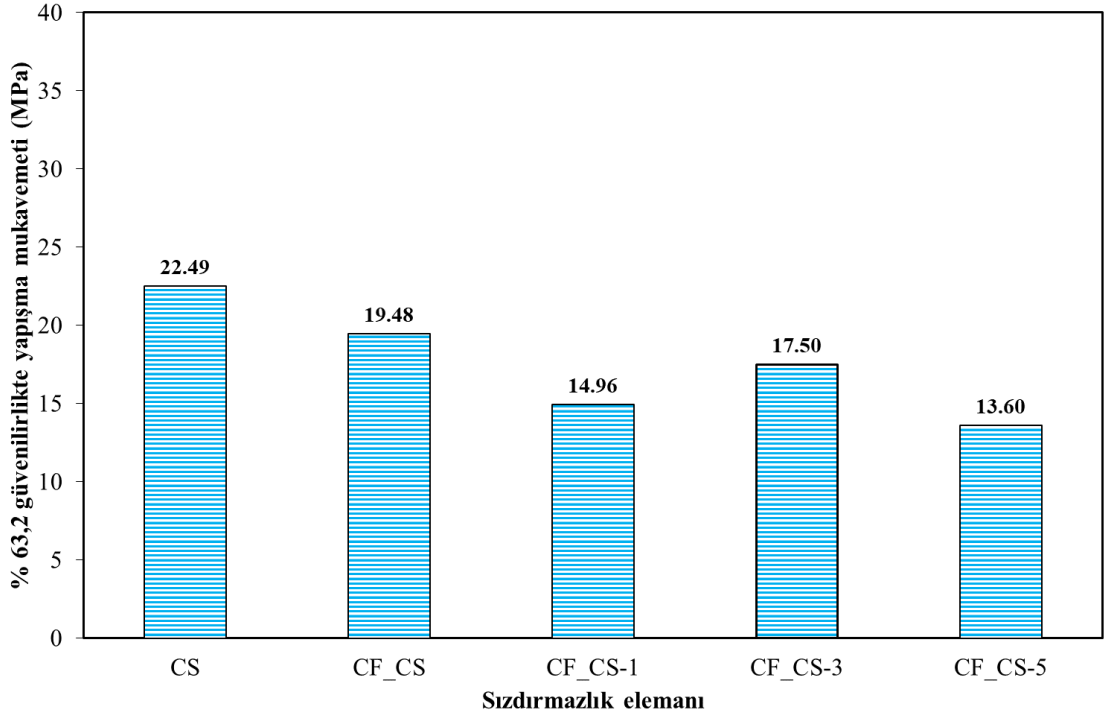


(a)

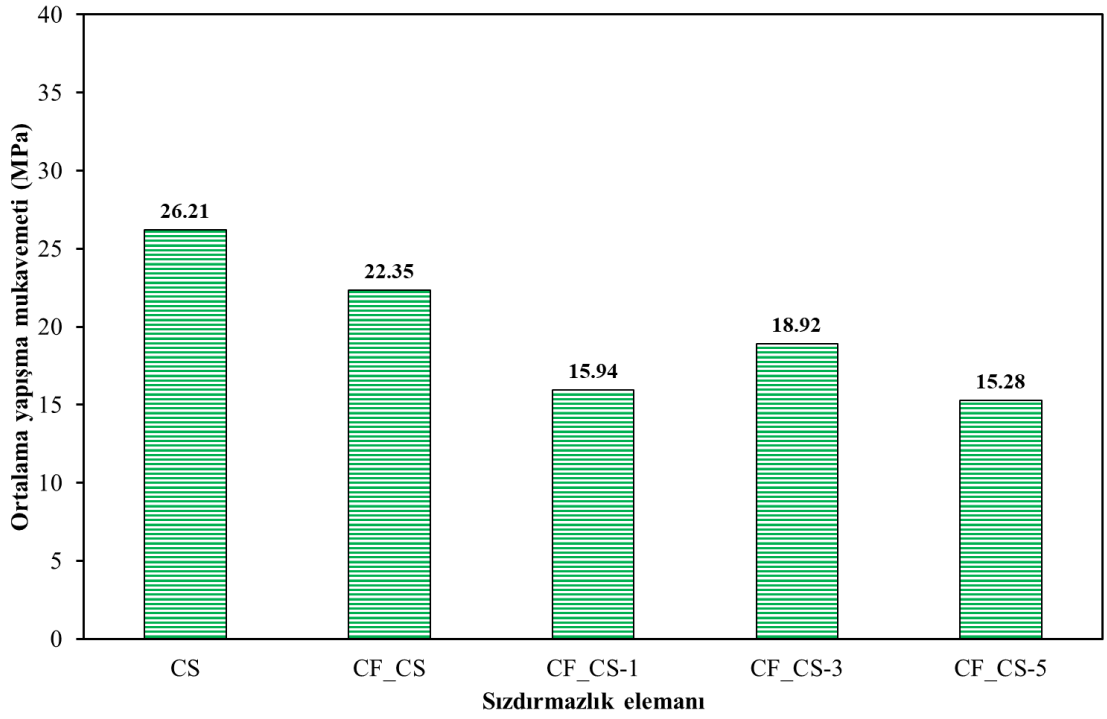


(b)

Şekil 4.7. CF_CS, CF_CS-1, CF_CS-3 ve CF_CS-5 durumları için elde edilen sonuçların güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafiği gösterimleri (b)

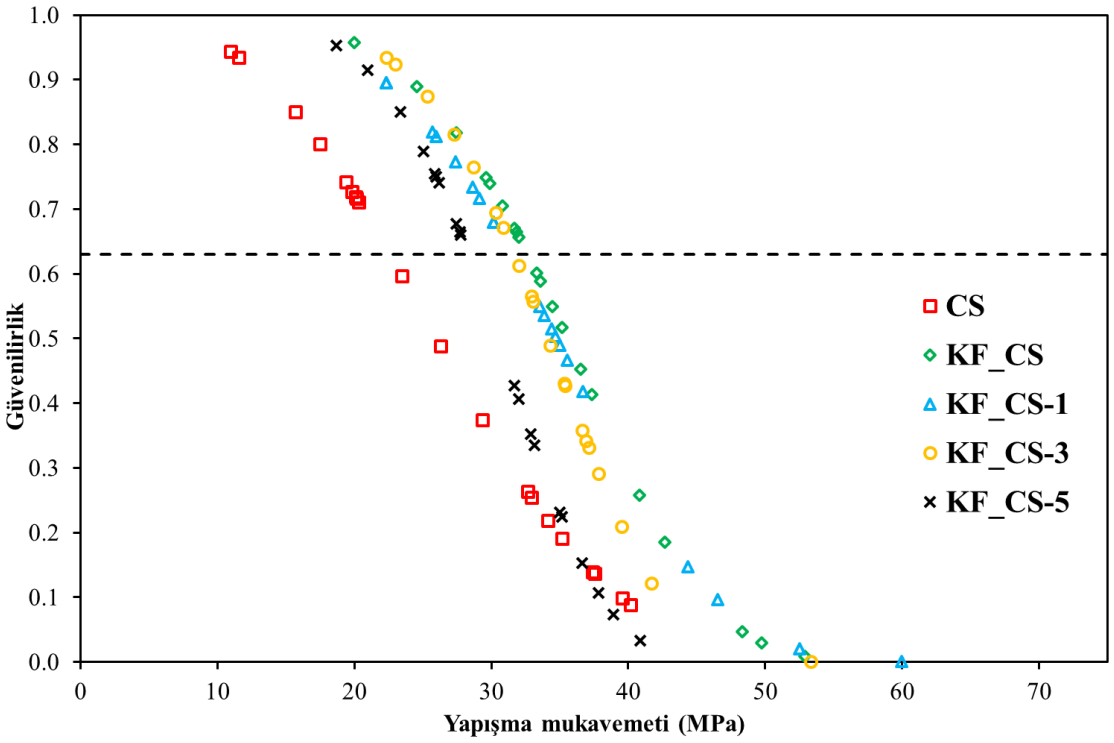


(a)

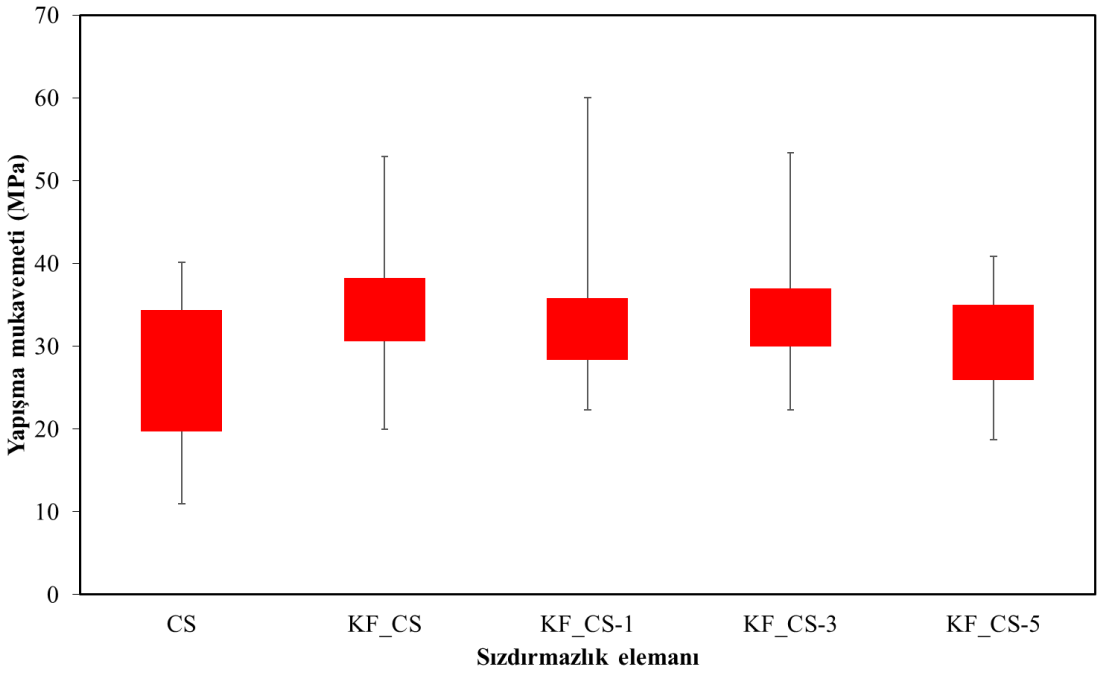


(b)

Şekil 4.8. CF_CS, CF_CS-1, CF_CS-3 ve CF_CS-5 durumları için elde edilen Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri

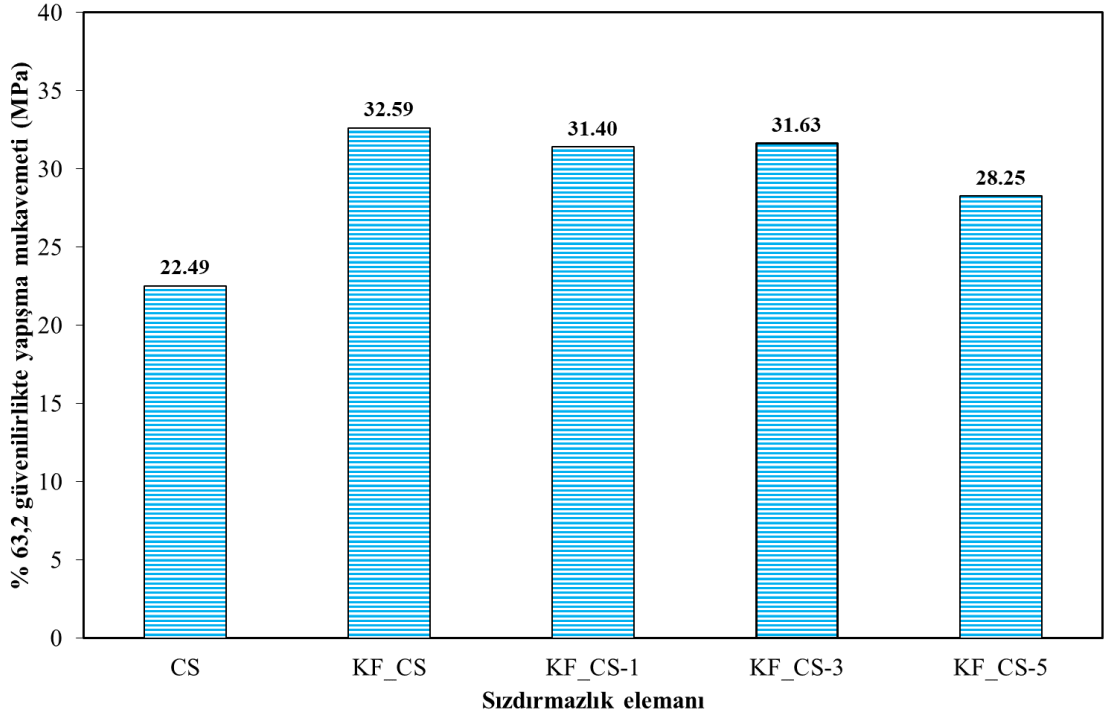


(a)

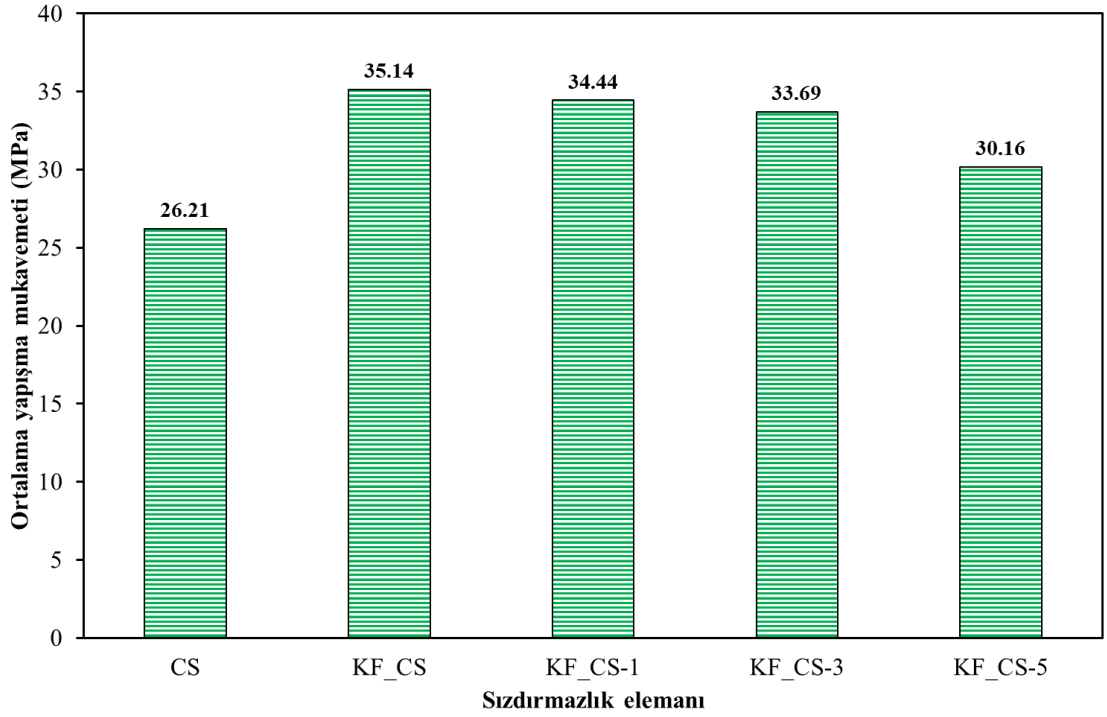


(b)

Şekil 4.9. KF_CS, KF_CS-1, KF_CS-3 ve KF_CS-5 durumları için elde edilen sonuçların güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafiği gösterimleri (b)



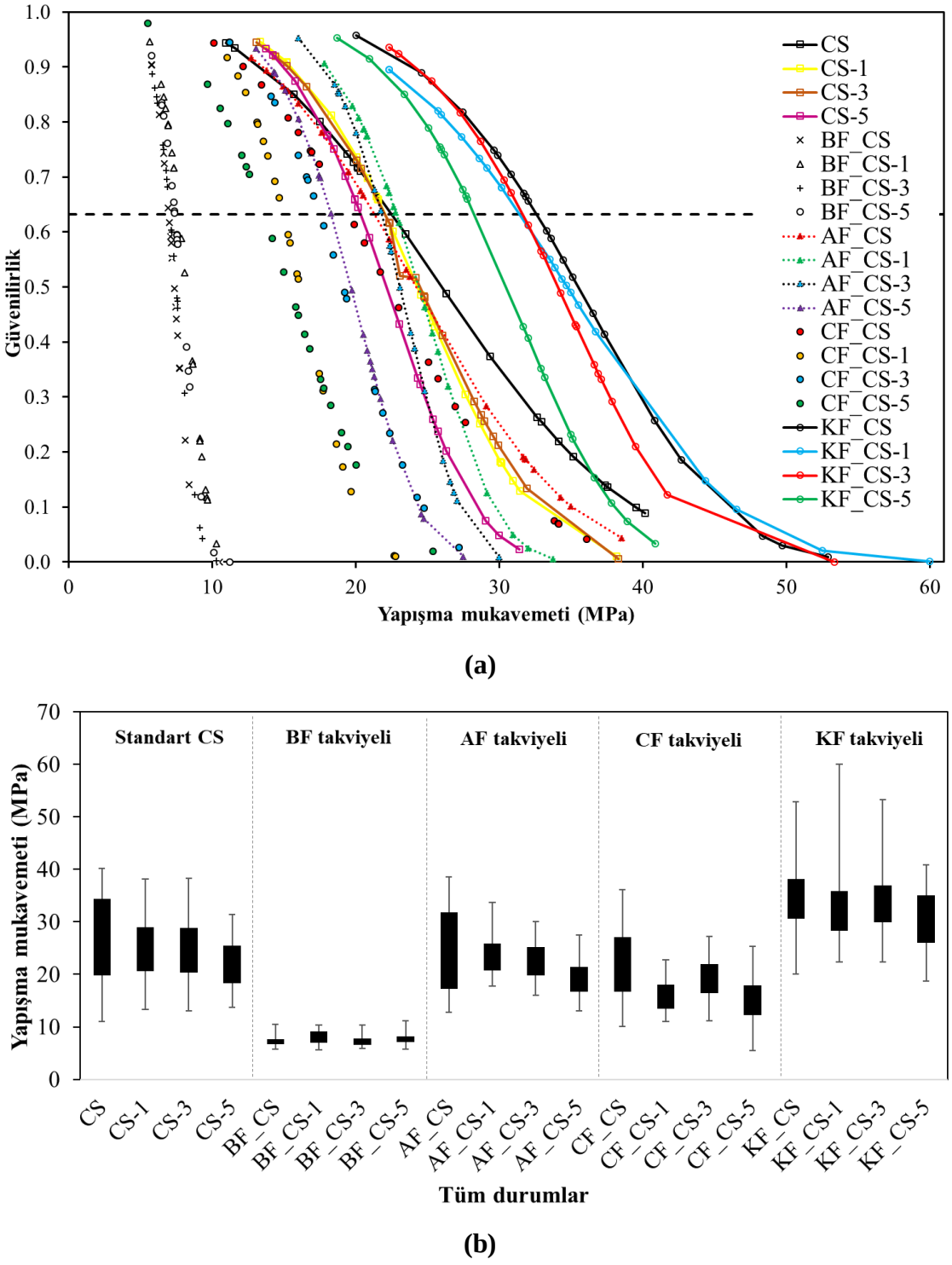
(a)



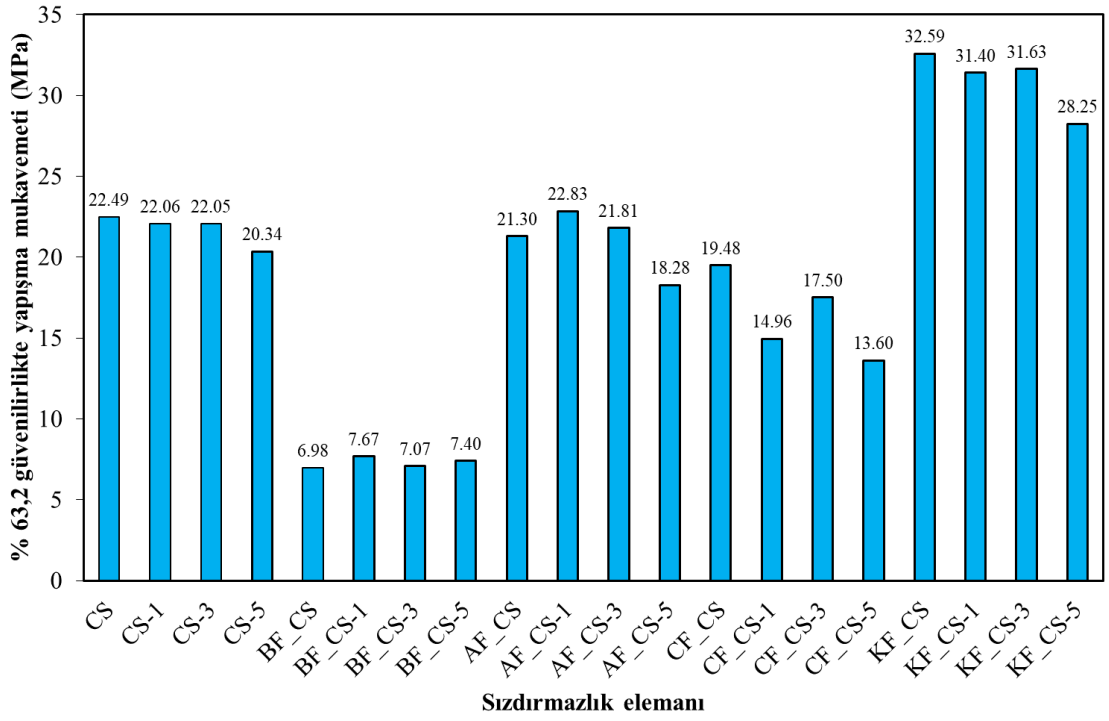
(b)

Şekil 4.10. KF_CS, KF_CS-1, KF_CS-3 ve KF_CS-5 durumları için elde edilen Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri

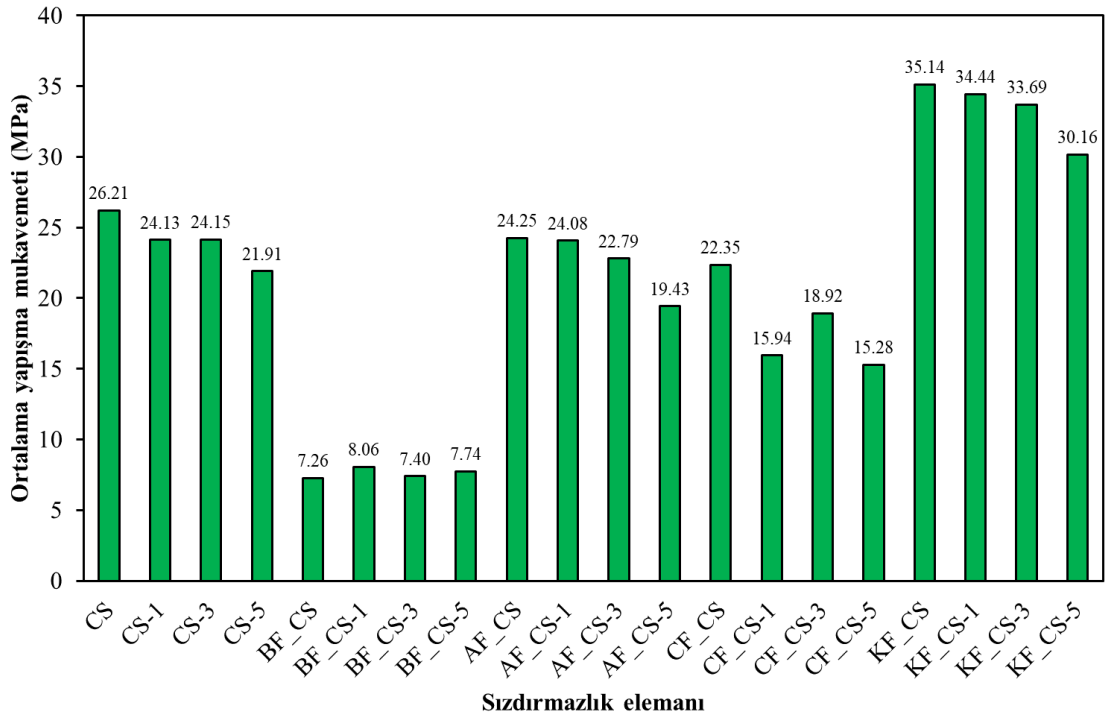
Şekil 4.11 ve Şekil 4.12 karşılaştırma amacıyla bahsi geçen tüm durumların bir arada verildiği grafikleri içermektedir. Yapışma mukavemeti değerlerinde elde edilen sonuçların daha iyi anlaşılabilmesi için kırılma yüzey görüntüleri ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile elde edilen mikroyapı görüntülerinin incelenmesi gerekmektedir.



Şekil 4.11. Tüm durumların karşılaştırmalı gösterimleri: güvenilirlik eğrileri (a) ve kutu grafikleri (b)



(a)



(b)

Şekil 4.12. Tüm durumların karşılaştırmalı gösterimleri: Weibull (a) ve ortalama (b) yapışma mukavemetleri

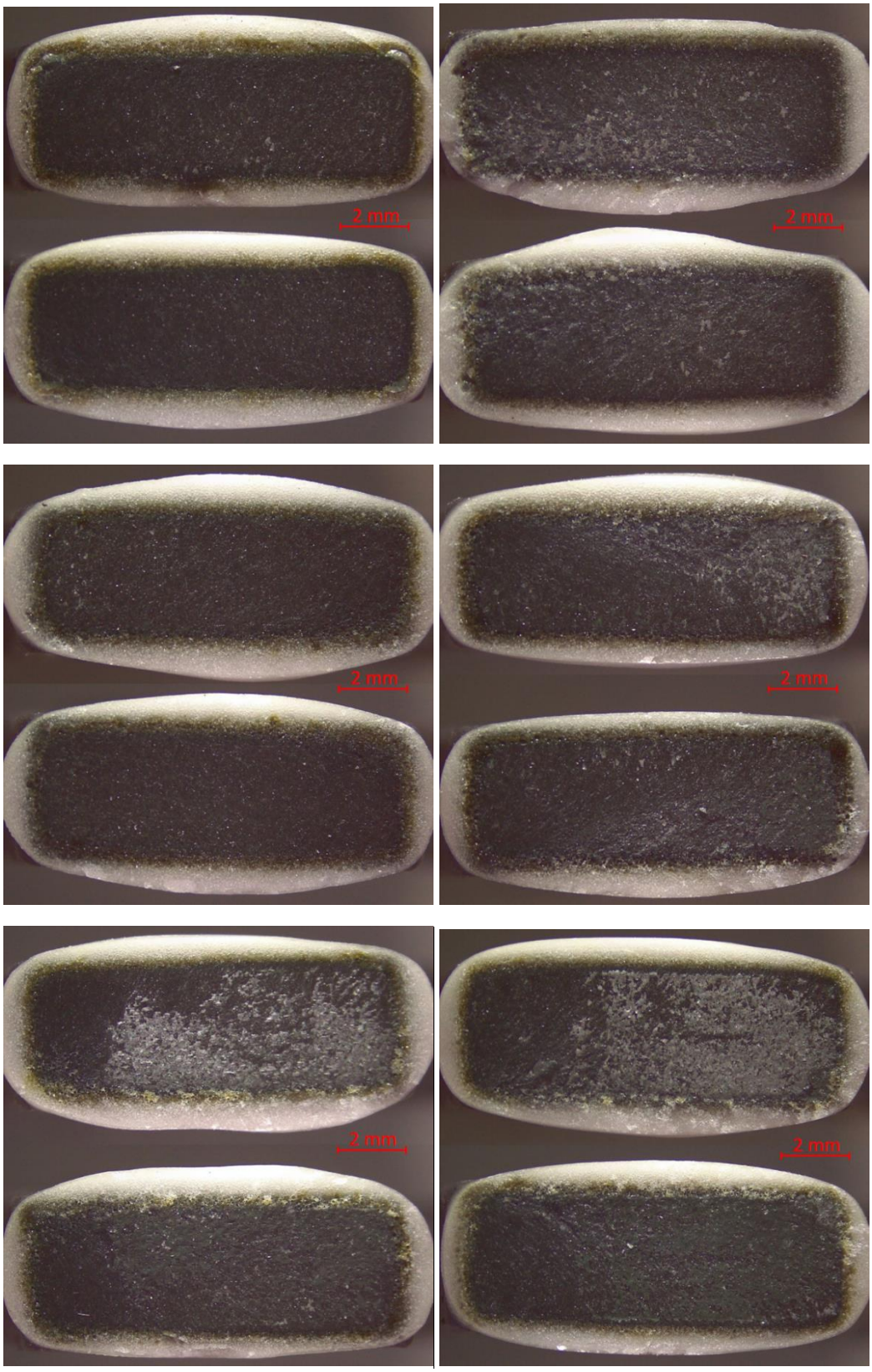
4.2 Mikroskop ve SEM Sonuçları

Her bir durum için alın alına yapışmış olan metalik numunelerin çekme testi sonrasında yüzeyleri incelenmiş ve karakteristik kırılma yüzeyleri seçilmiştir. Bu kapsamda Şekil 4.13, Şekil 4.14, Şekil 4.15, Şekil 4.16 ve Şekil 4.17 sırasıyla CS, BF_CS, AF_CS, CF_CS ve KF_CS durumlarında elde edilen kırılma yüzeylerinin mikroskop görüntülerini göstermektedir. Şekil 4.13'te CS durumları için kırılma yüzeyleri incelendiğinde numunelerin farklı özellikler sergilediği görülebilmektedir. Bazı numunelerde kopmanının cam-seramik sızdırmazlık elemanının ortasından bazılarında ise metalik yüzeylerden gerçekleştiği görülmektedir. Çekme testlerinde elde edilen yüksek yapışma mukavemeti değerleri metalik yüzeylerden kopmanın olduğu numunelerden elde edilmiştir. Bu durum aslında Şekil 4.1 ve Şekil 4.11'de deney setindeki numunelerden elde edilen sonuçların birbiri arasındaki farklılıkları ve dalgalanmalarını göstermek amacıyla verilen güvenilirlik eğrileri ve kutu grafiklerindeki geniş dağılımı da açıklamaktadır.

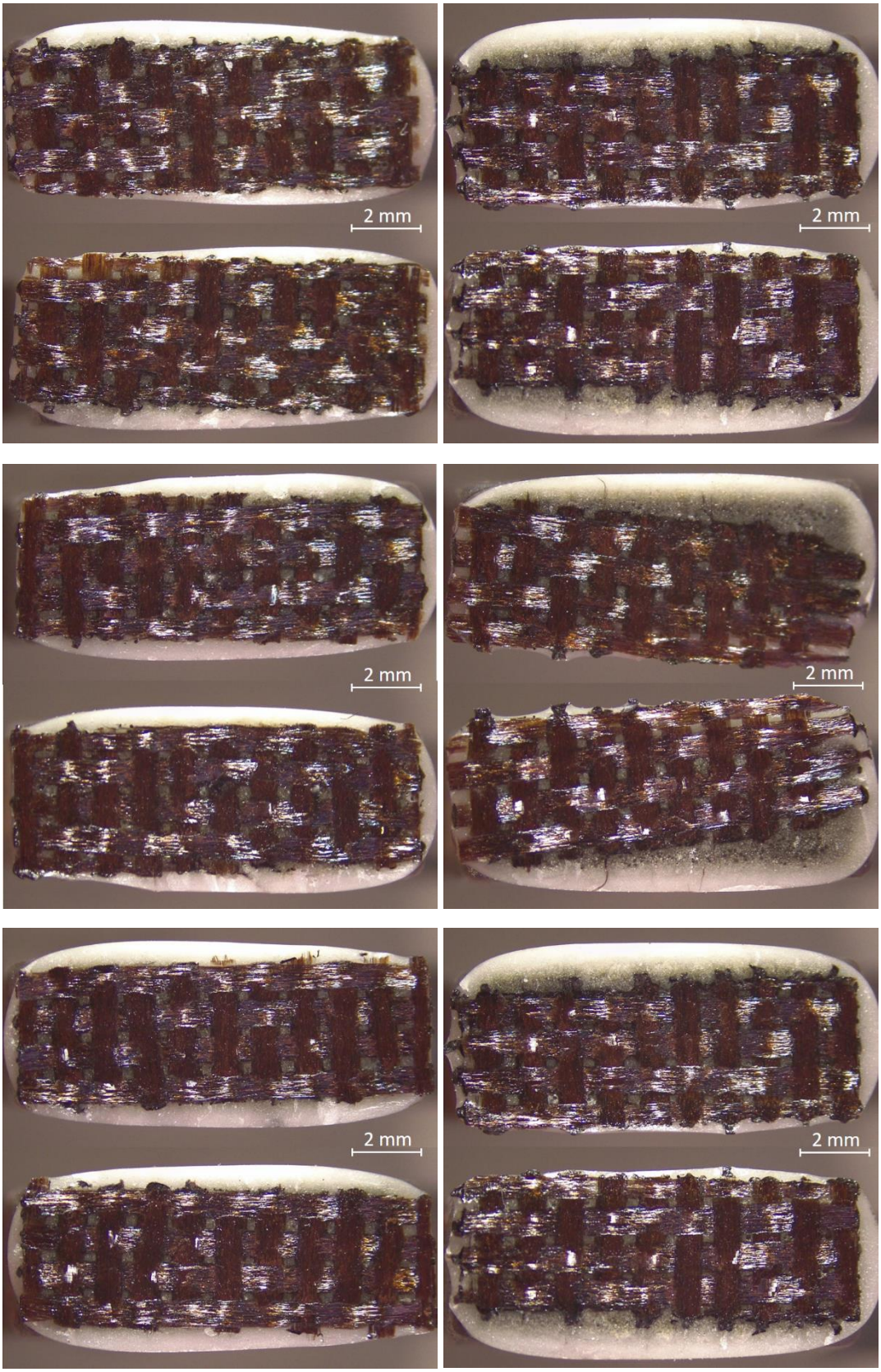
Şekil 4.14'te verilmiş olan BF_CS durumları için elde edilen mikroskop görüntüleri kopmanın metalik yüzeylerden değil sandviç yapının ortasında bulunan fiber yüzeylerinden gerçekleştiğini ve BF'nin bozunmadan olduğu gibi kaldığını göstermektedir. BF'nin katı olarak kalması cam oluşturma için kullanılan fırınlama reçetesi sıcaklıklarının, BF'nin reaksiyon verme sınırlarının oldukça altında olduğunu göstermektedir. Diğer taraftan kullanılan 200 gr/m^2 alansal ağırlığa sahip BF'nin cam-seramik miktarına göre hacminin fazla geldiği düşünülmüştür. Daha az alansal ağırlığa sahip bir BF kulllanımının farklı sonuçlar verebilmesi mümkündür.

Şekil 4.15'te ise AF_CS durumlarında elde edilen karakteristik kopma yüzeyleri verilmiştir. AF katkısının mekanik özellik üzerinde etkisinin olmadığı düşünüldüğünde CS durumlarında elde edilen kopma yüzeyleri ile aynı davranışı sergilemesi beklenmiştir. Ancak kopma yüzeyleri incelendiğinde CS durumlarından farklı olarak çoğu numunede kopmanın cam-seramiğin ortasından gerçekleştiği fakat bölgesel/noktasal olarak metalik yüzeylere de iyi bir yapışmanın olması sonucu ilgili bölgelerde metal yüzeylerinin açıldığı görülmektedir. Bu haliyle aslında homojen bir yapışma davranışının olmadığı ortadadır. Bu durumun kristal ve camsı fazlar arasındaki dengenin sağlanamadığından

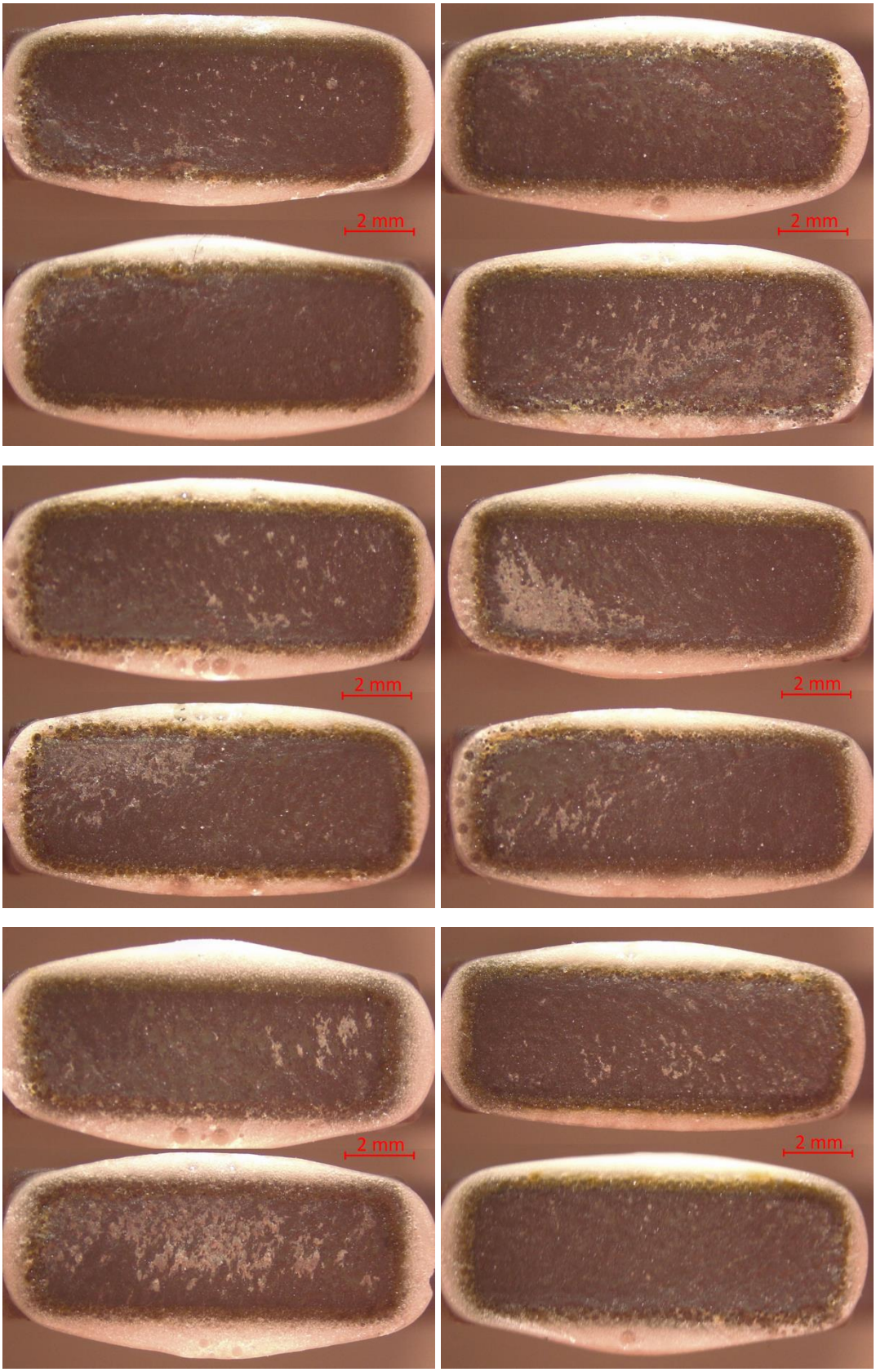
kaynaklandığı ve AF kullanımının daha derinlemesine bir çalışma ile incelenmesi gerektiği düşünülmektedir.



Şekil 4.13. CS durumlarına ait kırılma yüzeylerinin mikroskop görüntüleri



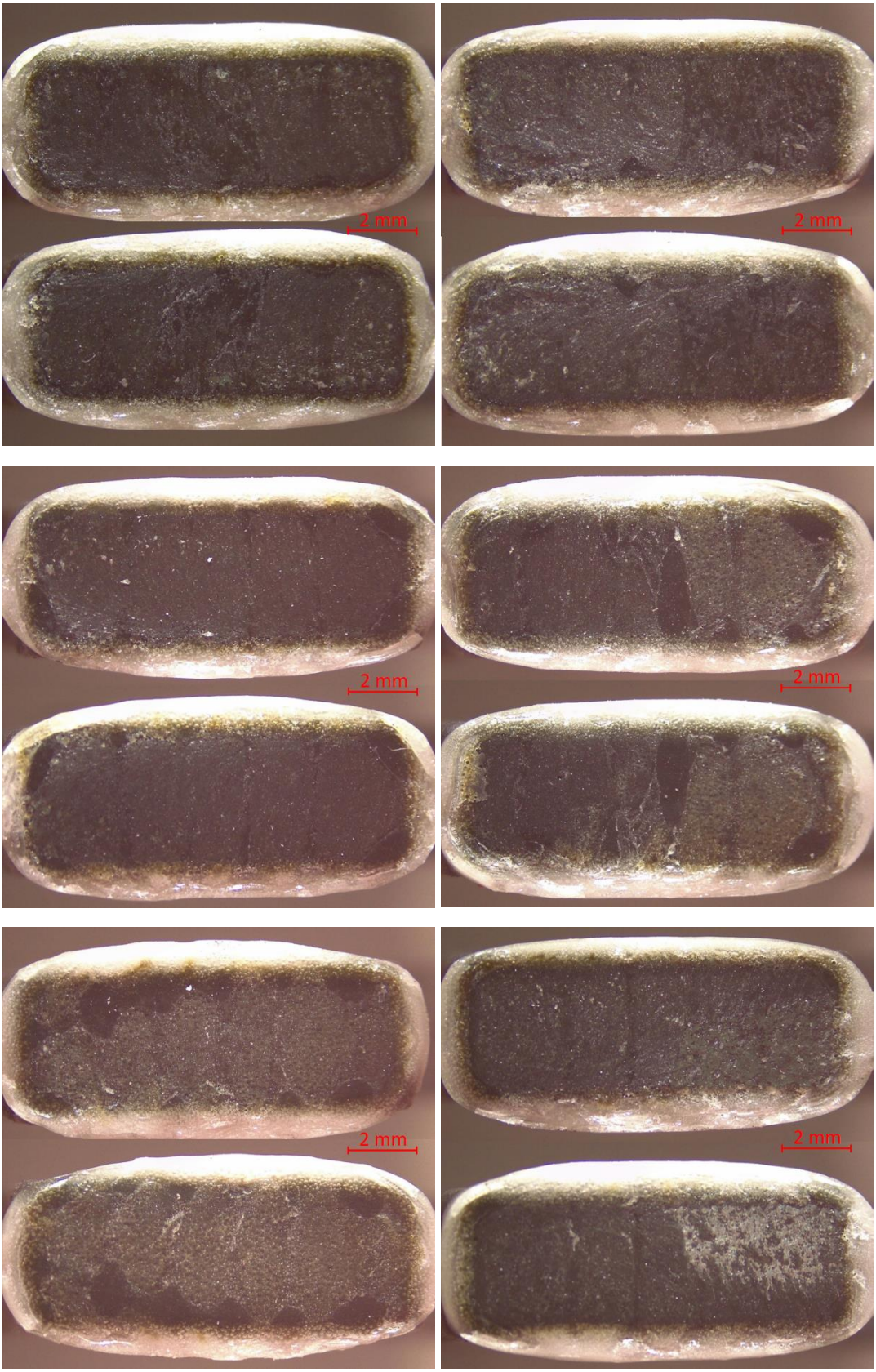
Şekil 4.14. BF_CS durumlarına ait kırılma yüzeylerinin mikroskop görüntüleri



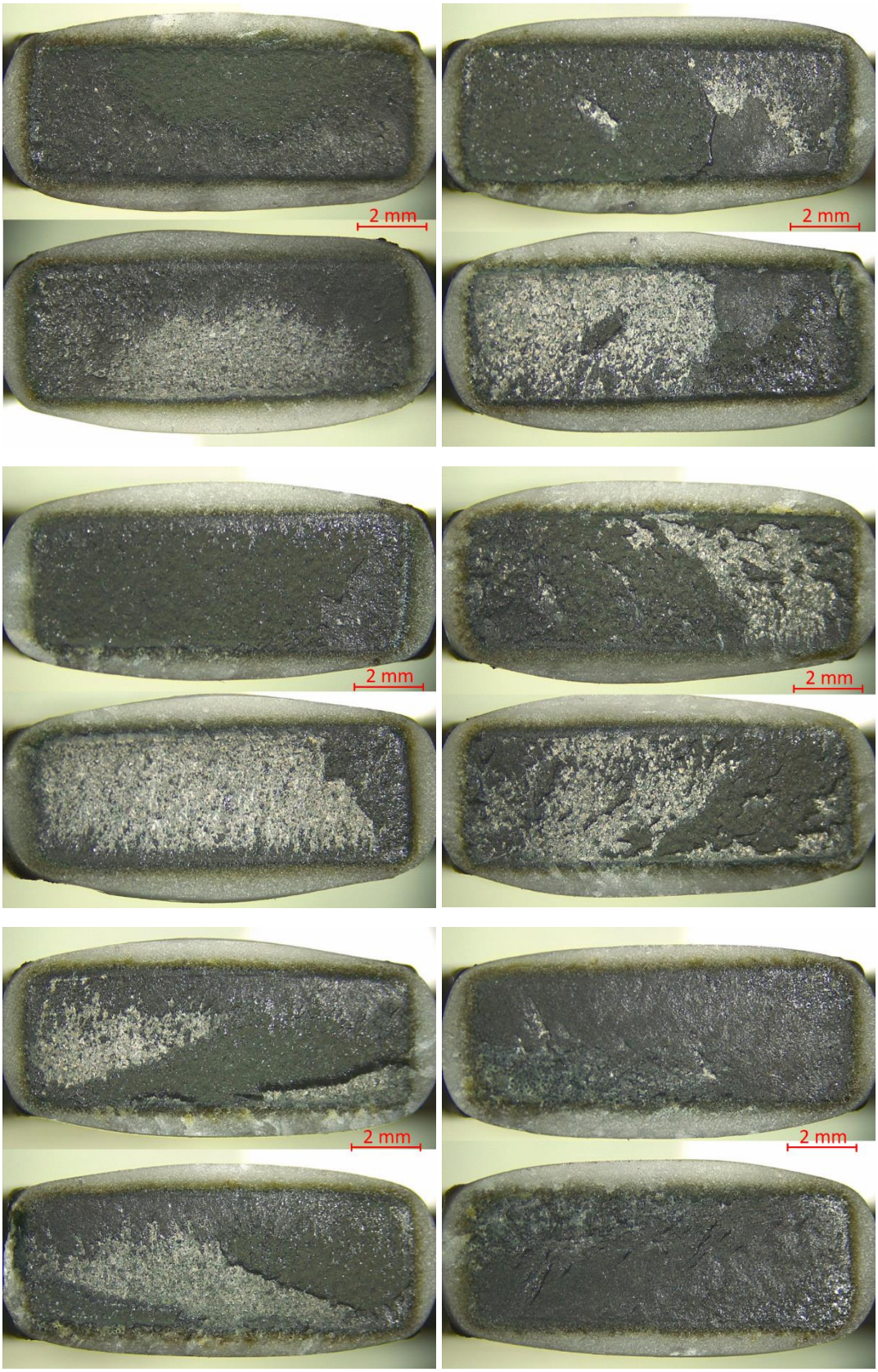
Şekil 4.15. AF_CS durumlarına ait kırılma yüzeylerinin mikroskop görüntüleri

CF_CS durumlarında ise Şekil 4.16'da verilen kırılma yüzeylerinden görülebileceği gibi BF_CS durumlarına benzer bir davranış ile kopmanın metalik yüzeylerden değil sandviç yapının ortasında bulunan CF malzeme yüzeyinden gerçekleştiği görülmektedir. BF_CS durumlarında fiber olduğu gibi kalırken farklı olarak CF'nin erime yaptığı ve kalıntılar bıraktığı görülebilmektedir. Fakat kopma yüzeylerinde homojen bir CF dağılımının olmadığı göz önünde bulundurulduğunda kopmanın erime sonrası yoğun bir cam fazına geçmiş olan CF içerisindeki olası kusurlardan meydana geldiği düşünülmektedir.

Yapışma mukavemeti sonuçları ışığında performans olarak ciddi bir artış sunan KF_CS durumlarına ait olan kopma yüzeyleri ise Şekil 4.17'de verildiği gibidir. Şekilde görüldüğü gibi KF_CS durumlarında BF_CS ve CF_CS durumlarındaki gibi bir fiber kalıntısı belirgin olarak görülememektedir. İncelenen yüzeylerin çoğunda kopma sonrası metal yüzeylerin görünür olduğu dikkat çekmekte iken burada farklı bir durumun meydana geldiği de göze çarpmaktadır. Örneğin CS durumunda, iki metal plaka yüzeyinden sadece birinden kopmanın gerçekleştiği diğer yüzeyde ise sızdırmazlık elemanının bütün olarak kaldığı durumlarda en iyi performans elde edilmiştir. Fakat burada CS durumlarındaki metal yüzeyden kopma görüntülerinden farklı olarak tek bir metal yüzeyinden değil her iki metal yüzeyinden de kopmanın gerçekleştiği görülmektedir. KF_CS durumları için en yüksek yapışma mukavemeti değerleri de yaygın olarak bu numunelerden elde edilmiştir. Sızdırmazlık elemanının ortasından kopmayacak kadar metal yüzey ile belirli bir noktaya kadar çok iyi bir yapışma sunduğu bir noktadan sonra yapı içerisinde meydana gelen bir zayıflık sonucu kopmanın gerçekleştiği düşünülmektedir. Bu açıdan bakıldığında KF_CS durumlarından elde edilen yüksek performansın ısıtma rejimi veya kullanılan KF özelliklerinin modifiye edilmesi ile daha ileriye taşınabilmesi olasıdır. Metal yüzeylerden kopmanın gerçekleşmediği ve sızdırmazlık elemanının ortasından kırılan nadir numunelerde ise hafif parlak görünen bölgelerin KF kalıntısı olabileceği akla gelsede bu noktada taramalı elektron mikroskubu ile mikroyapı analizinin yapılması gerekmektedir.

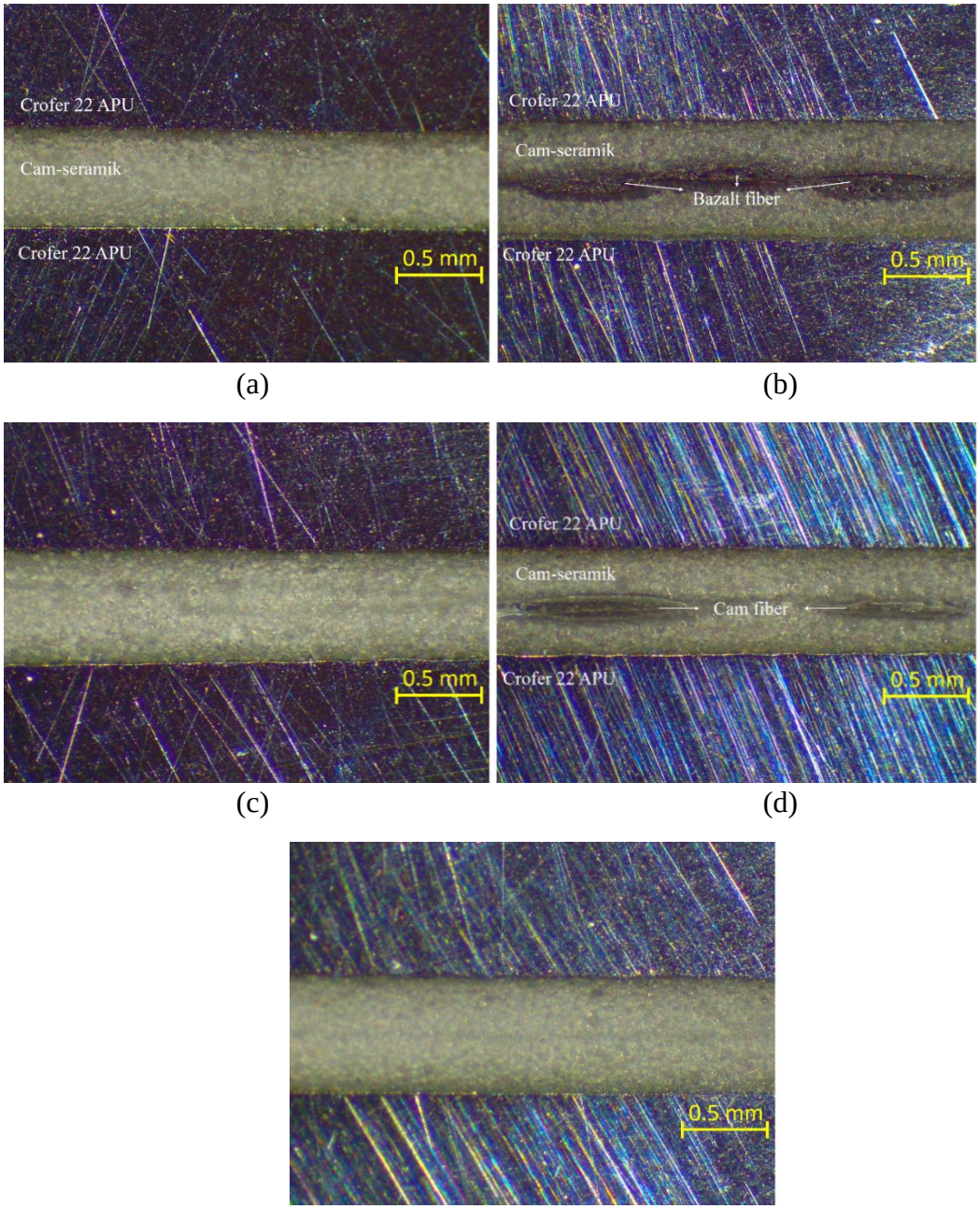


Şekil 4.16. CF_CS durumlarına ait kırılma yüzeylerinin mikroskop görüntüleri

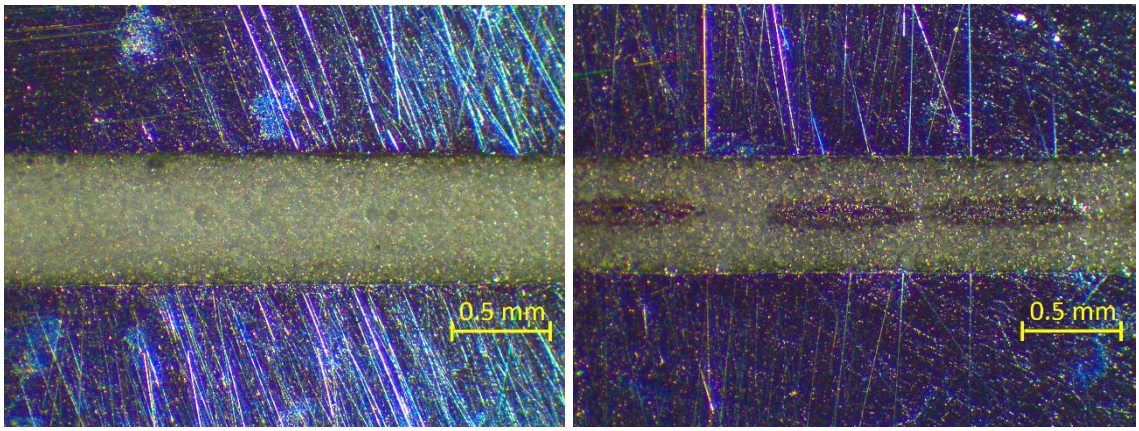


Şekil 4.17. KF_CS durumlarına ait kırılma yüzeylerinin mikroskop görüntüleri

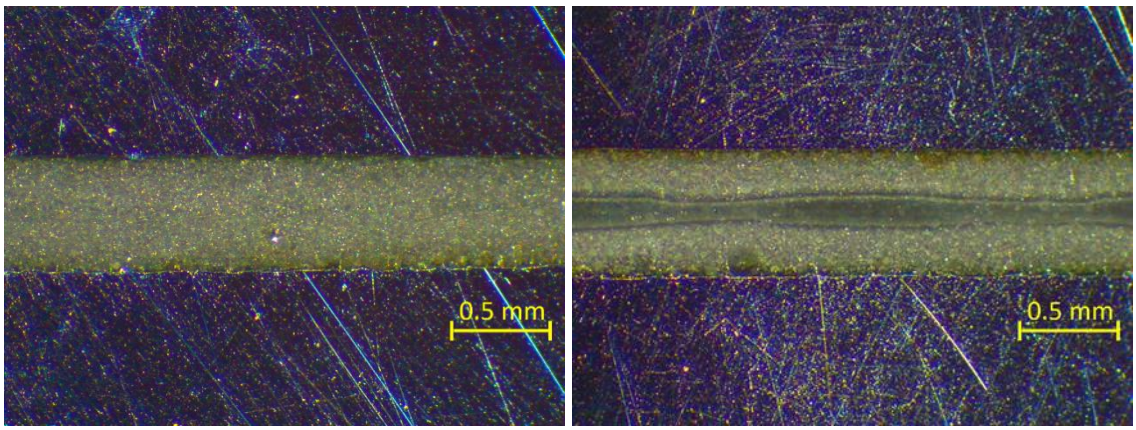
Şekil 4.18 ve Şekil 4.19 sırasıyla termal döngü geçirmemiş ve 5 termal döngüye maruz bırakılmış FE-SEM analizleri için hazırlanmış olan numunelerin maksimum 35x büyütme sunabilen mikroskop kesit görüntülerini içermektedir. Burada asıl amaç FE-SEM öncesi numunelere ön bir inceleme yapmak ve düzgün bir taşlama ve parlatma yapılıp yapılmadığının kontrolünü sağlamaktır. Şekillerden görülebileceği gibi BF_CS/BF_CS-5 ve CF_CS/CF_CS-5 durumlarında fiberler mikroskop ile görünmekte iken diğer durumlarda fiberlerin ayrımı yapılamamaktadır.



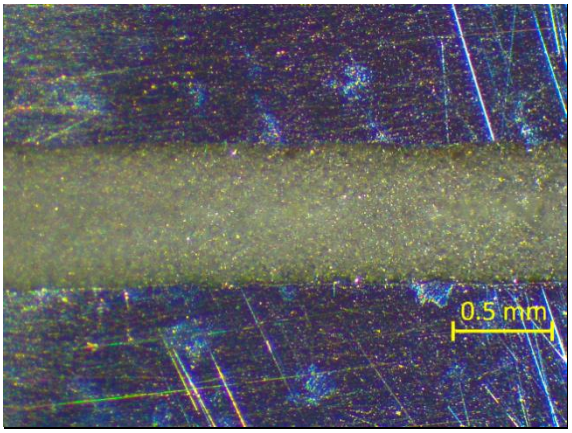
Şekil 4.18. Mikroyapı analizi için hazırlanmış numunelerin 35X büyütmede mikroskop görüntüleri; CS (a), BF_CS (b), AF_CS (c), CF_CS (d) ve KF_CS (e)



(a) (b)



(c) (d)



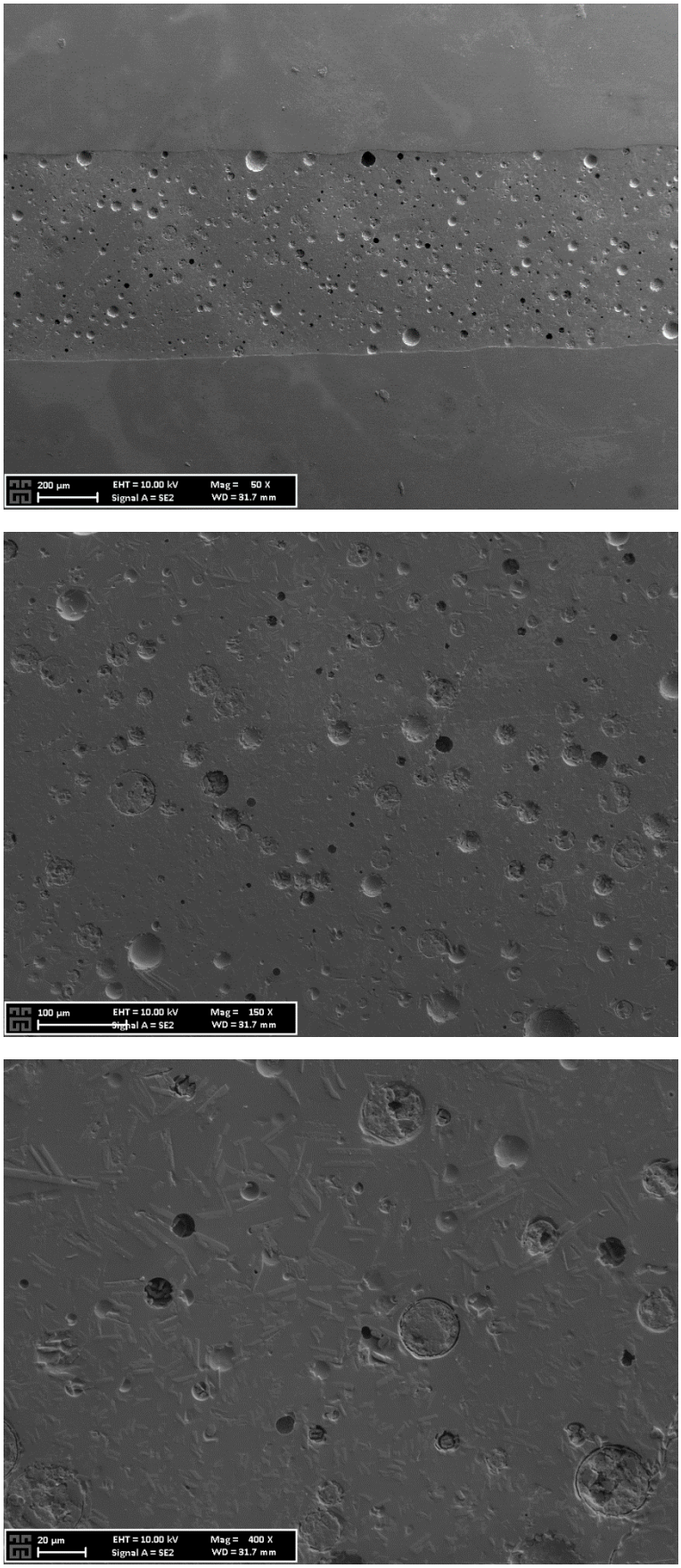
(e)

Şekil 4.19. Mikroyapı analizi için hazırlanmış numunelerin 35X büyütmede mikroskop görüntüleri; CS-5 (a), BF_CS-5 (b), AF_CS-5 (c), CF_CS-5 (d) ve KF_CS-5 (e)

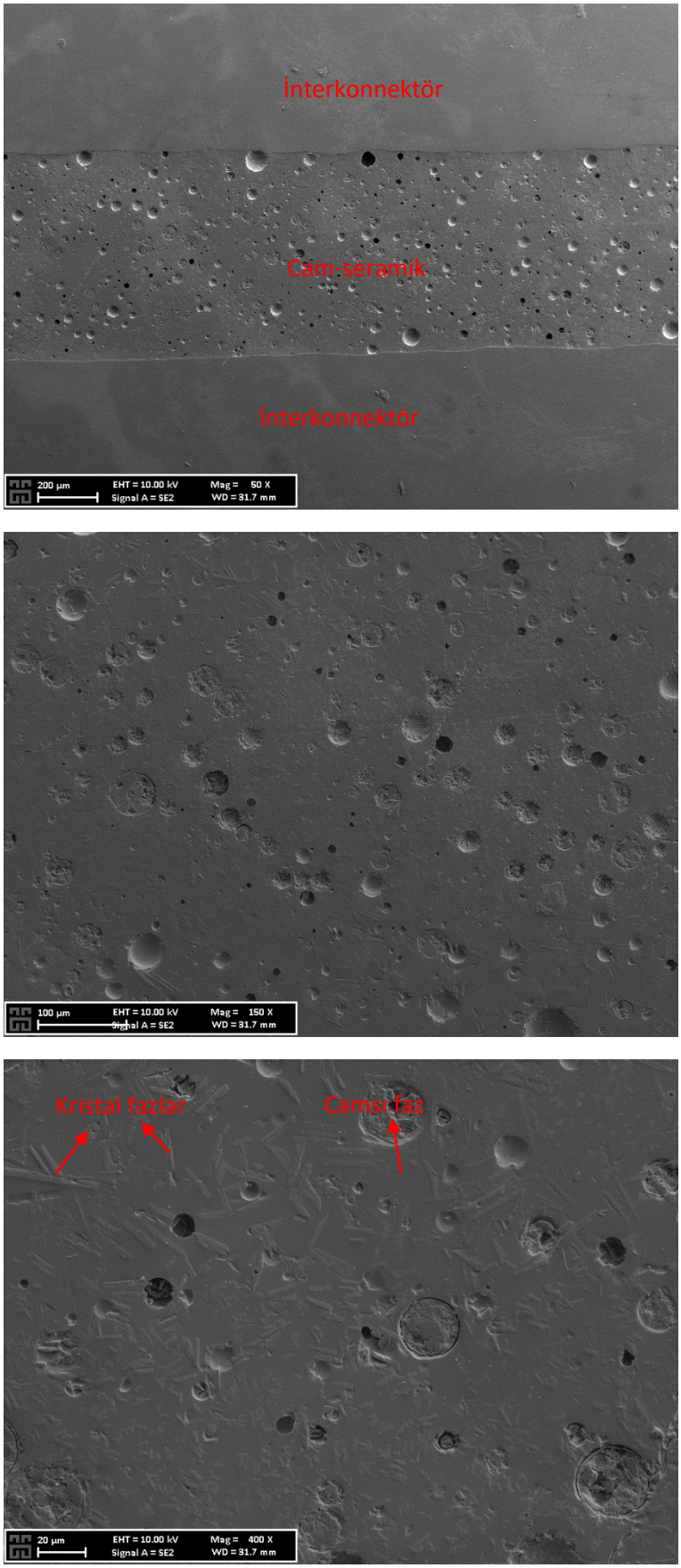
Şekil 4.20, Şekil 4.22, Şekil 4.24, Şekil 4.26, Şekil 4.28 sırasıyla CS, BF_CS, AF_CS, CF_CS ve KF_CS; Şekil 4.21, Şekil 4.23, Şekil 4.25, Şekil 4.27, Şekil 4.29 ise sırasıyla CS-5, BF_CS-5, AF_CS-5, CF_CS-5 ve KF_CS-5 durumları için elde edilen kesit mikroyapı görüntülerini göstermektedir. Mikroyapı görüntüleri tüm durumlar için 10 kV voltaj ve 50X, 150X ve 400X büyütmede elde edilmiştir. Tüm durumlardaki FE-SEM görüntülerinde ilk olarak göze çarpan cam-seramik yapısındaki kapalı gözeneklerdir. Bu gözenekler, esas olarak şerit döküm içeriğinde kullanılan katkı maddelerinden kaynaklanmakta ve daha farklı bir içerik kullanımı ve/veya cam oluşturma reçetesinde değişiklikler yapılarak giderilebilmektedir. Şekil 4.20 ve Şekil 4.21'de verilmiş olan CS durumlarında herhangi bir delaminasyonun olmadığı ve yapının metal yüzeyler ile düzgün bir yapışma sağladığı görülebilmektedir. Ayrıca 400X büyütmede elde edilen görüntüden yapıdaki kristal oluşumları görülebilmektedir.

Şekil 4.22'de verilmiş olan BF_CS durumunda BF'nin erimeden kalmış olduğu ve yapıdaki her bir fiber tanesinin dikey/yatay olarak yönelimleri net bir şekilde görülmektedir. Ayrıca BF'nin alt ve üst yüzeylerinden cam-seramik ile yapışma sağladığı fakat BF'nin orta noktalarına cam-seramiğin ulaşamadığı görülmüştür. Bu durum yapıdaki en zayıf noktanın BF merkezi olmasını açıklamaktadır. Şekil 4.23'te verilmiş olan BF_CS-5 durumunda da benzer görüntüler elde edilmiş olup farklı olarak burada cam-seramik bölgelerinde kristal fazların arttığı görülmektedir. Fakat kopmanın esas olarak BF'nin iç yüzeyinden gerçekleşmesi cam-seramik kısımda meydana gelen değişiklikleri anlamsız hale getirmiştir.

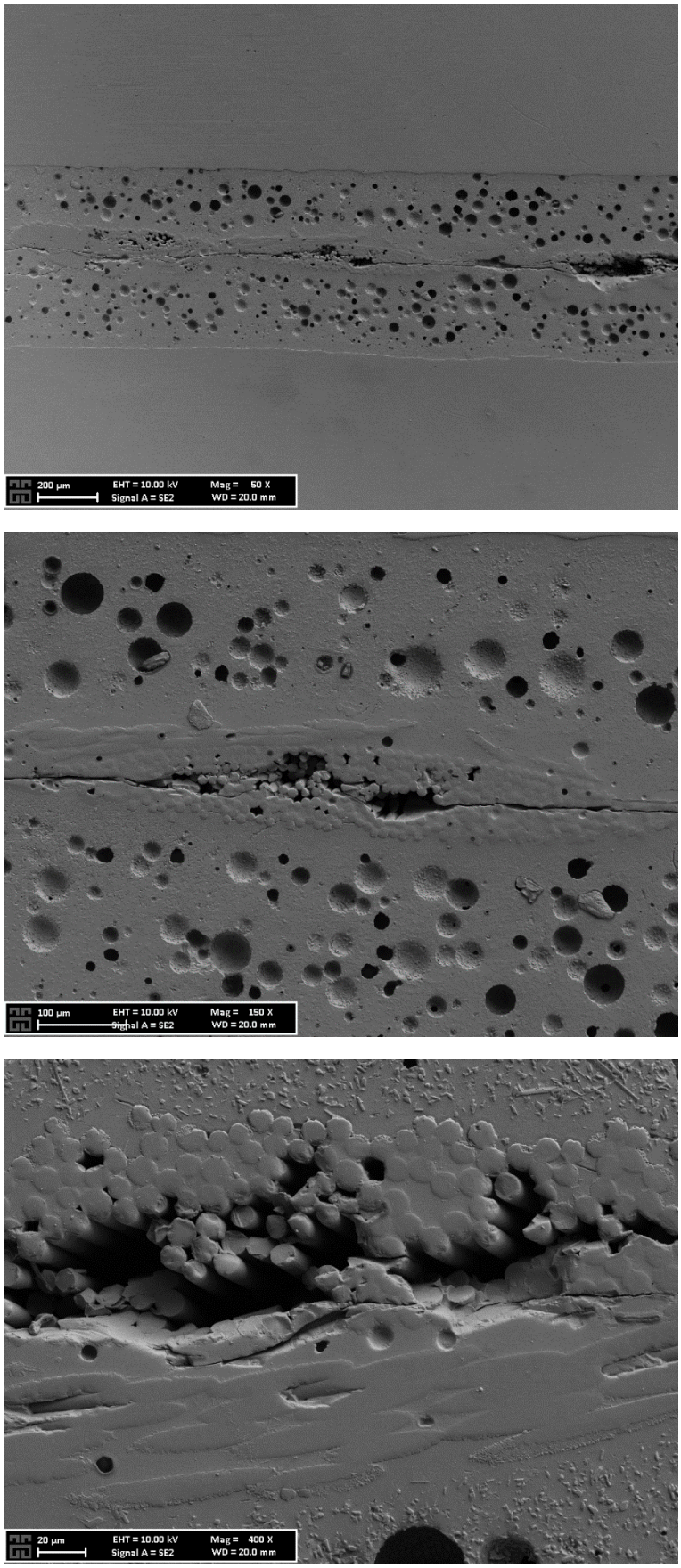
Şekil 4.24'te verilmiş olan AF_CS durumuna ait görüntülerden AF'ye dair bir iz aranmış yapıdaki çatlak benzeri alanın AF olabileceği düşünülmüştür. Yapının tam ortasında konumlanması beklenen AF'nin metal yüzeye çok yakın bir konumda olması ihtimali düşük olsada Şekil 4.25'te verilmiş olan AF_CS-5 durumunda elde edilen mikroyapının incelenmesi sonucu yapıda her hangi bir fiberin kalamadığı anlaşılmıştır. Bu haliyle uygulanan yüksek sıcaklıkta AF'nin bozunduğu anlaşılmaktadır. Diğer taraftan cam-seramik içeriğindeki katkı maddelerinin buharlaşması sonucu oluşmuş olan kapalı gözeneklerin iç yüzeyinde meydana gelen kristalleşmelerin AF bozunması sonucu meydana geldiği diğer fiber tiplerindeki kapalı gözenekler incelendiğinde ortaya çıkmaktadır. Ayrıca AF_CS-5 durumunda kristal fazların artış göstermiş olmasını da bu durumun tetiklediği düşünülmektedir.



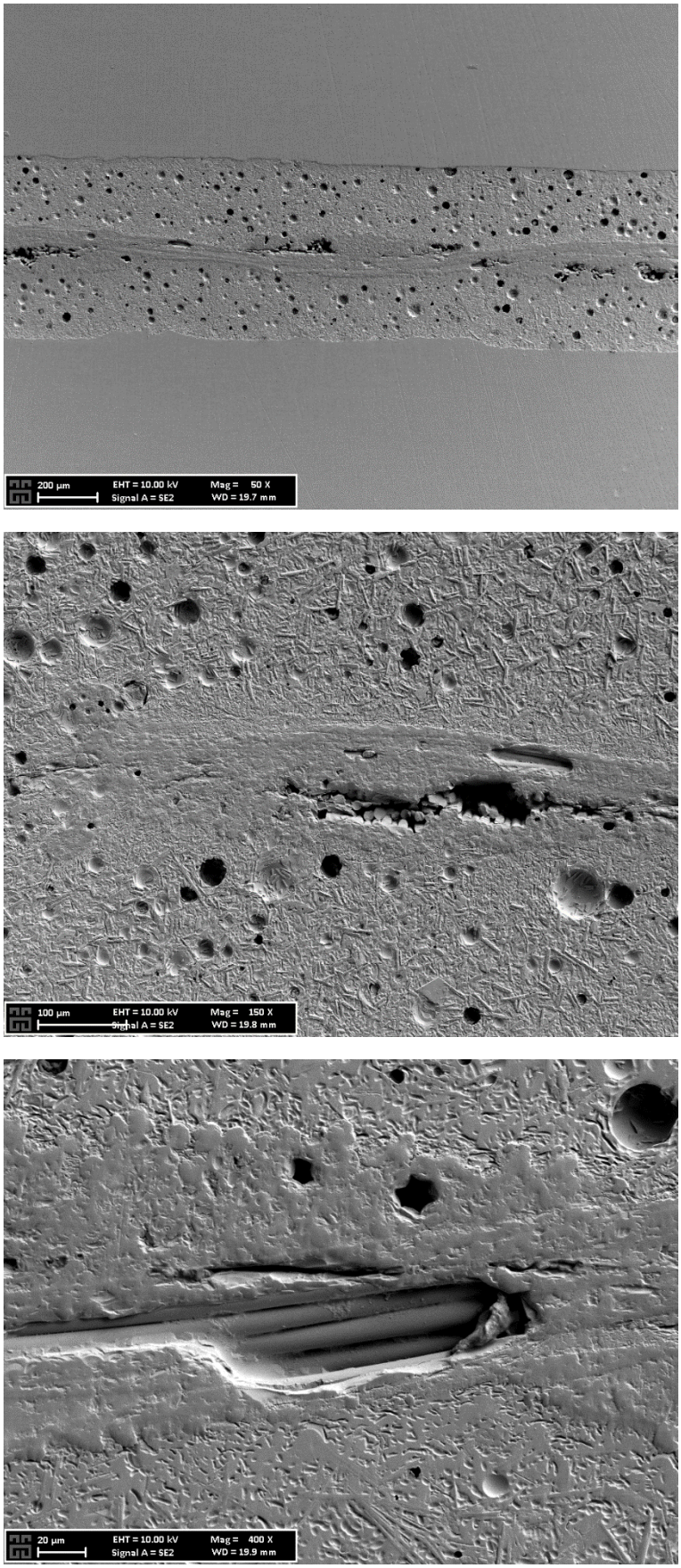
Şekil 4.20. Termal döngü öncesi baz durum (CS) için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri



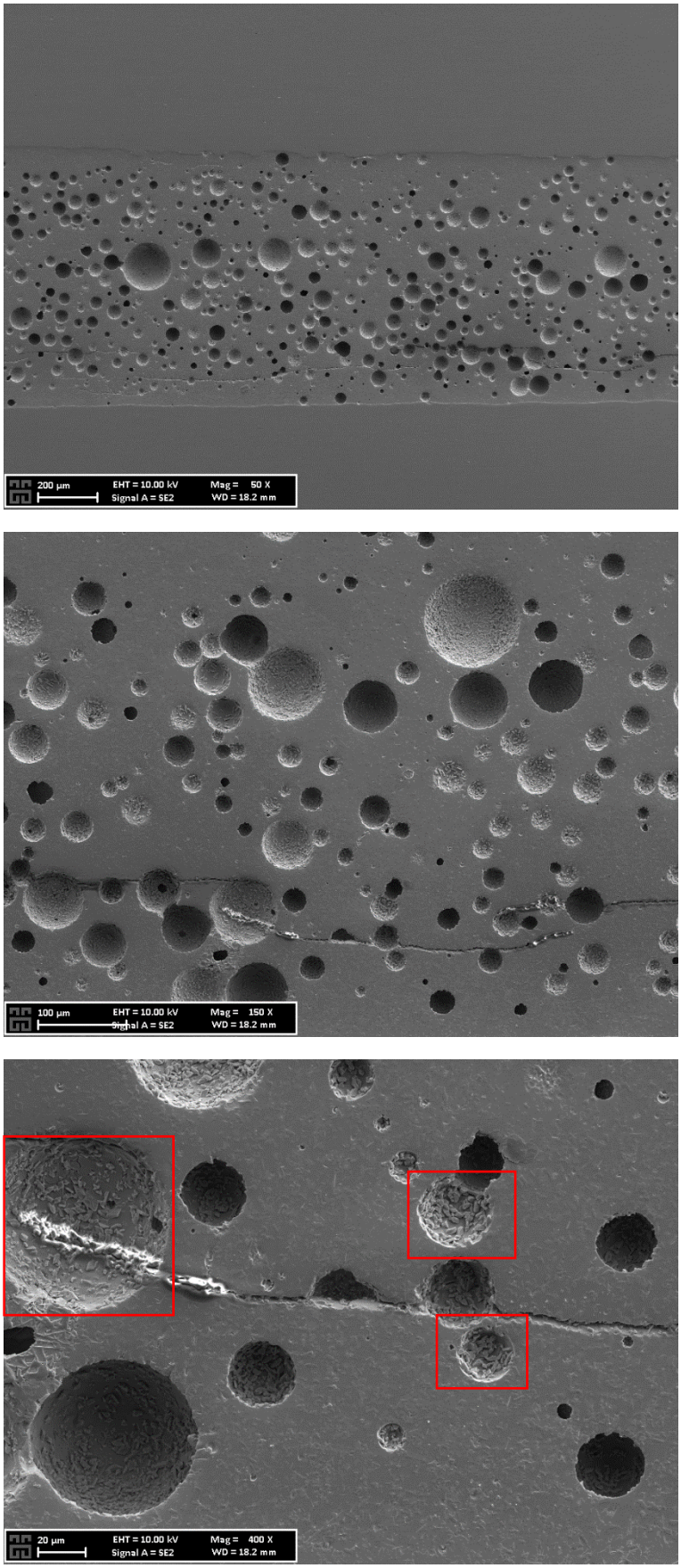
Şekil 4.21. CS-5 için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri



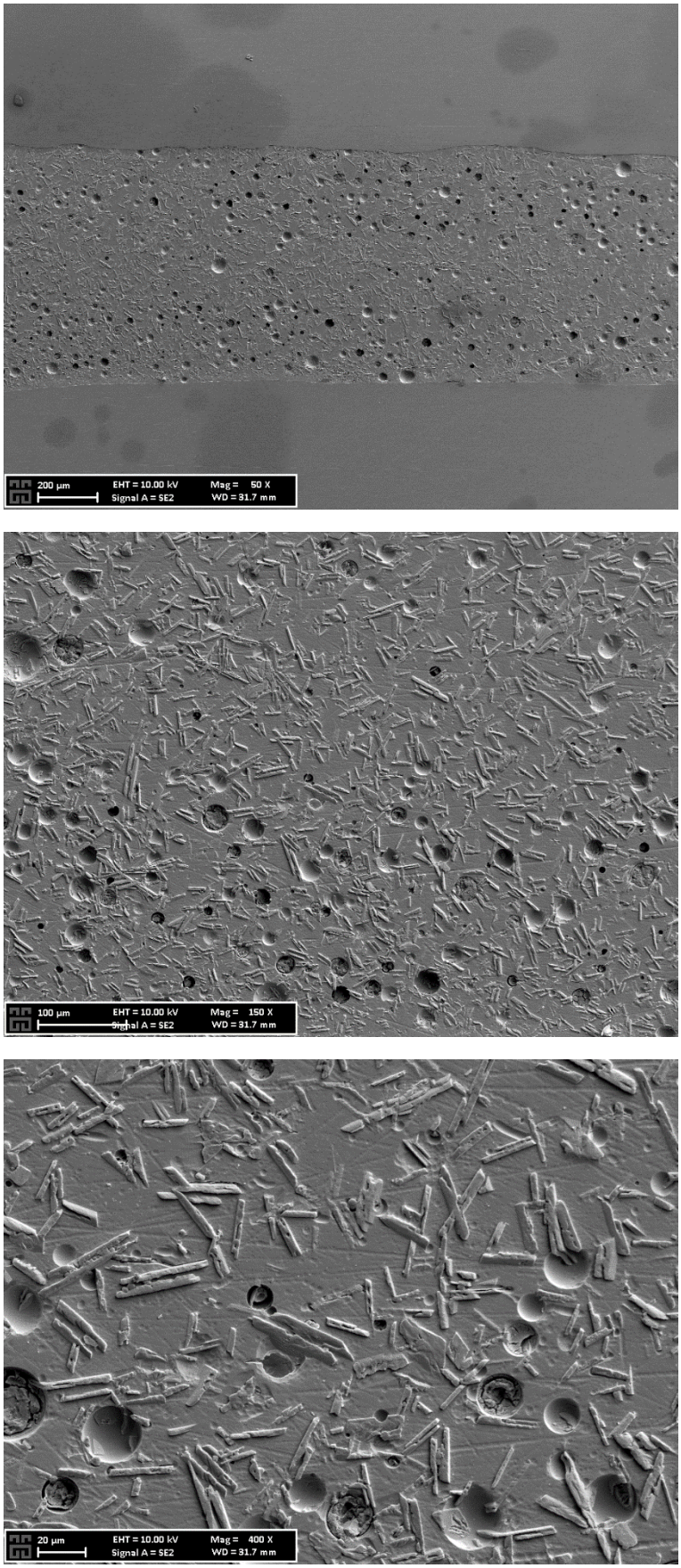
Şekil 4.22. BF_CS için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri



Şekil 4.23. BF_CS-5 için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri



Şekil 4.24. AF_CS için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri

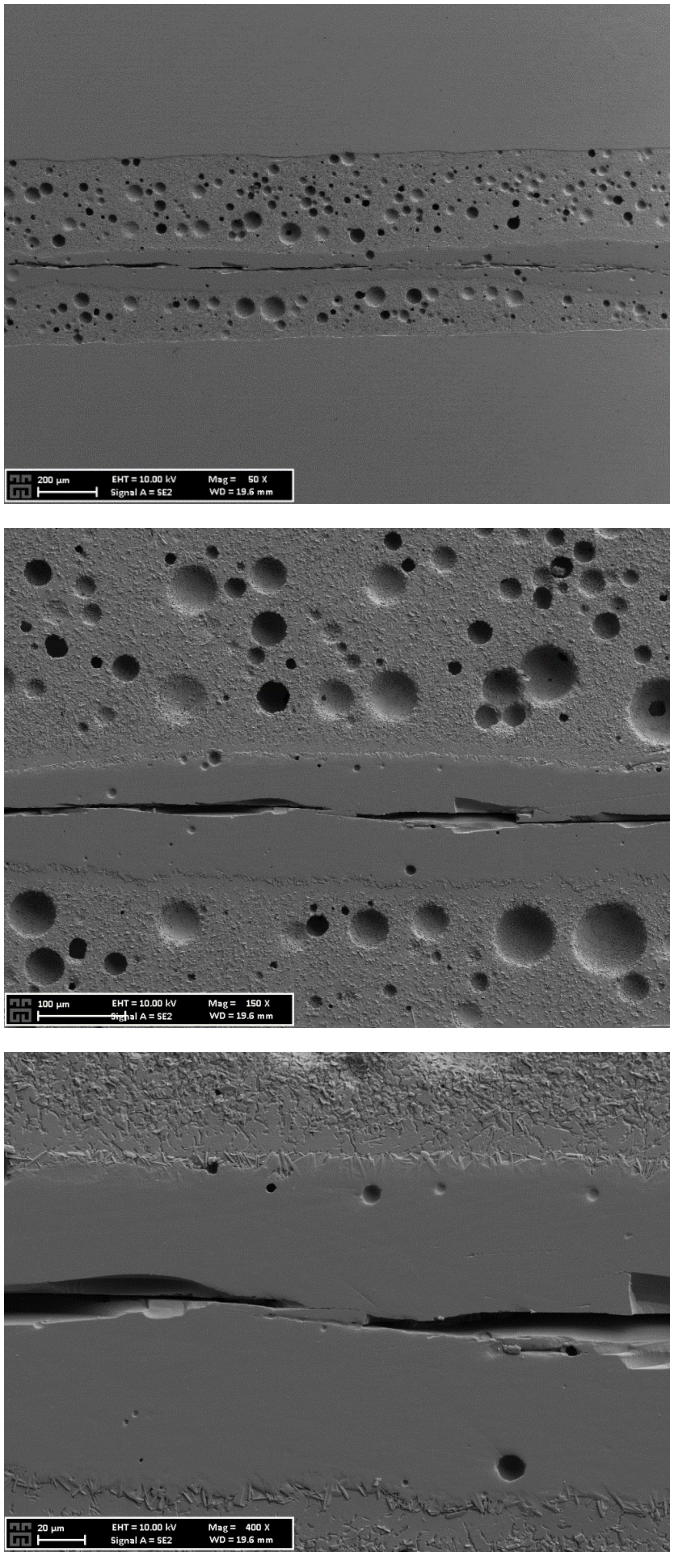


Şekil 4.25. AF_CS-5 için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri

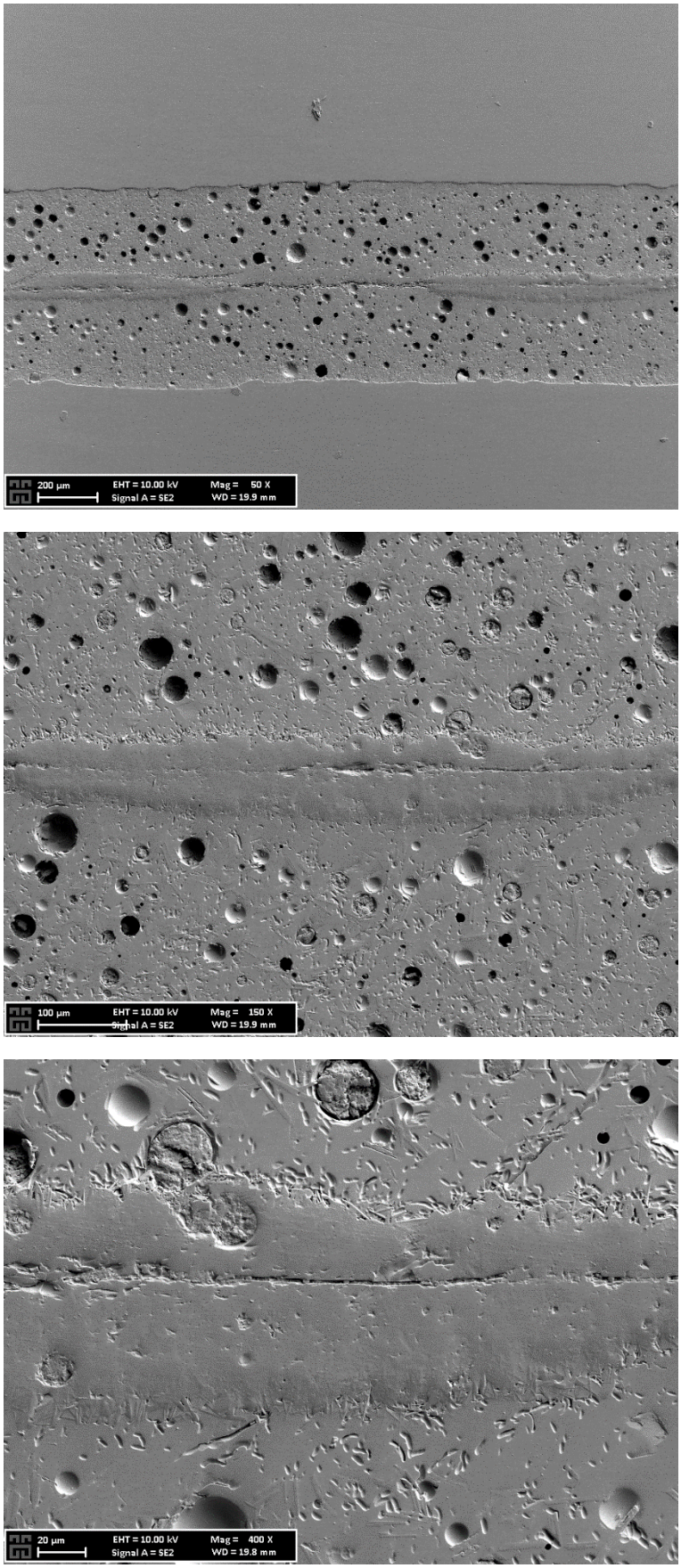
Şekil 4.26 CF_CS için elde edilen mikroyapı görüntüsünü göstermektedir. Şekilden görülebileceği gibi BF_CS durumunda belirgin olan dikey/yatay tekil fiberlerin CF_CS durumunda gözlenmemektedir. Bu durum fiberlerin eriyip yoğun bir cam halini aldığını göstermektedir. Erimiş ve yoğun bir halde bulunan CF'nin kalınlığı arttıkça termal genleşme katsayının önem kazanması olasıdır. Şekilden de görüldüğü üzere CF'nin merkezi boyunca çatlak oluşmasının sebebi bu duruma bağlanabilir. Bu durum aslında kullanılan CF'nin bu yapı için kalın kaldığını göstermektedir. Merkezde bulunan çatlağın yapının zayıf noktasını oluşturduğu ve kırılmayı tetiklediği anlaşılmıştır. Şekil 4.27'de verilmiş olan CF_CS-5 durumuna ait mikroyapıda da değişen bir durumun olmadığı sadece çatlağın formunun değiştiği görülmüştür. Yinede her bir termal döngü sonrasında CF'nin yeniden eriyip katılaşması sonucu bazı durumlarda CF yapısındaki çatlakların nispeten onarılması mümkün olabilir. CF_CS durumlarında elde edilen yapışma mukavemeti değerine bakıldığında termal döngü performansı açısından istikrarsız bir yapının varlığı bu duruma atfedilebilir.

Son olarak Şekil 4.28'de verilmiş olan KF_CS durumuna ait mikroyapı görüntüleri incelendiğinde AF_CS durumuna benzer olarak yapıdaki çatlak benzeri alanın KF olabileceği ihtimali söz konusu iken Şekil 4.29'da KF_CS-5 durumlarında elde edilen mikroyapı görüntüsünde sürekli bir KF kalıntısının olmadığı anlaşılabilmektedir. Şekil 4.28'de verilmiş olan 400X büyütmeye sahip mikroyapı incelendiğinde kısa kristal fazlara ek olarak birbiri içerisinde dallanan uzun kristal/dendritik fazların varlığı görülebilmektedir. KF_CS-5 durumu için Şekil 4.29'da verilen 400X büyütmeye sahip mikroyapıya bakıldığında ise termal döngüler sonrası yapıdaki kristal fazların camsı fazlara oranla ciddi bir artış gösterdiği görülebilmekte ve yapının formunun tamamen değiştiği görülebilmektedir. Yapıdaki KF varlığının cam seramik malzemenin kristalleşme kinetiğini değiştirdiği ortadadır. Cam seramiklerin mekanik özelliklerinin, kristalleşme ve kristal fazların artması ile iyileştirilebileceği iyi bilinmektedir (Malzbender vd., 2007; Chang vd., 2010; Timurkutluk vd., 2015). Fakat kristalleşme aynı zamanda homojen bir kristalleşme söz konusu olmadığında yapı içerinde farklı termal genleşmelere sebep olması sonucu lokalize stres oluşumlarına yol açıp kırılgan bir yapı oluşumunu da tetikleyebilir (Timurkutluk vd., 2015). Bu haliyle KF_CS durumunda elde edilen mekanik performansın yapıdaki kristal fazların artışı ile açıklanabilmesi mümkündür. KF_CS-1 ve KF_CS-3 durumlarında homojen bir kristalleşme gerçekleştiği ve yapıdaki kristal fazların camsı fazlar ile oranının korunduğu düşünülmektedir.

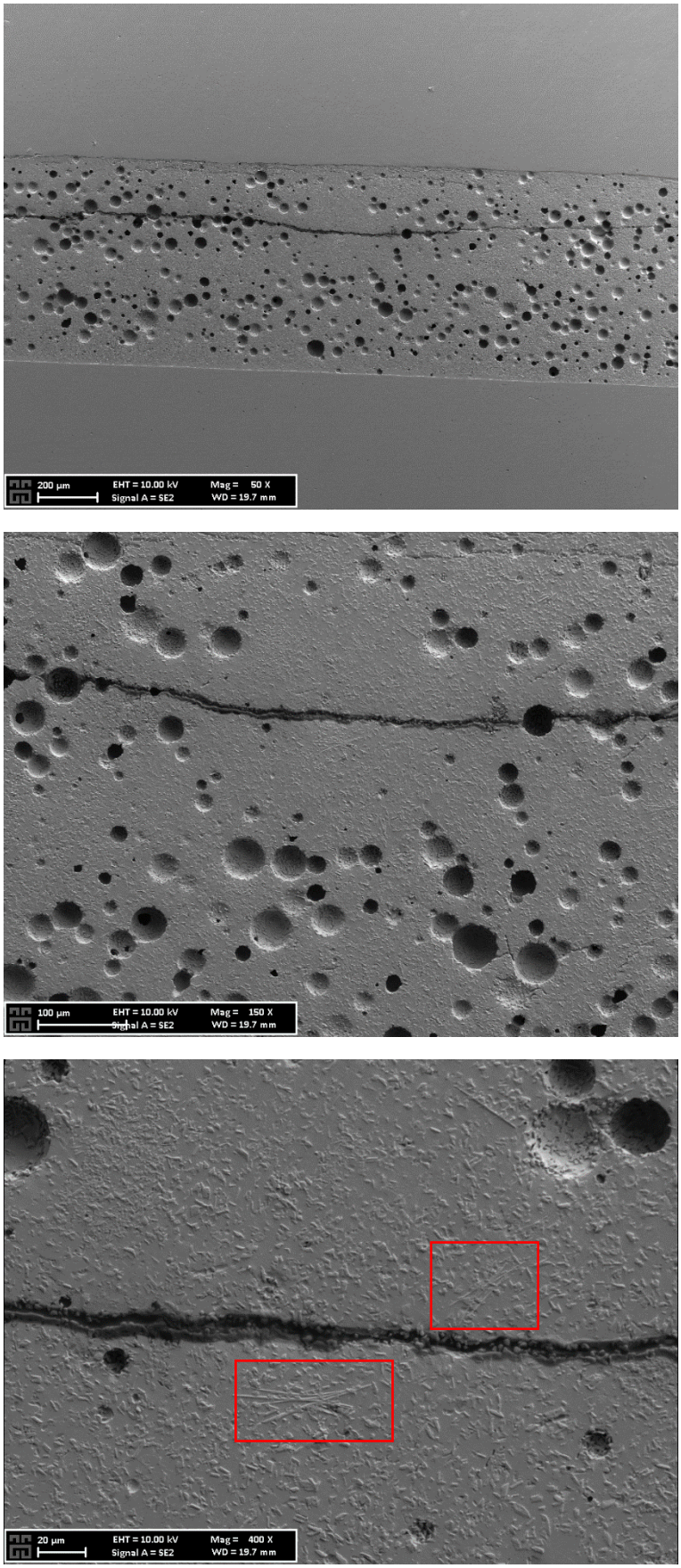
KF_CS-5 durumunda gözlenen nispeten düşüşün de kristal fazlardaki aşırı artış sebebiyle termal genleşmeye bağlı olarak gerçekleşmiş olması olasıdır. Mikroyapı analizlerine ek olarak XRD analizleri kristal fazlarının durumu hakkında bilgi vermesi açısından gerekli olmuştur.



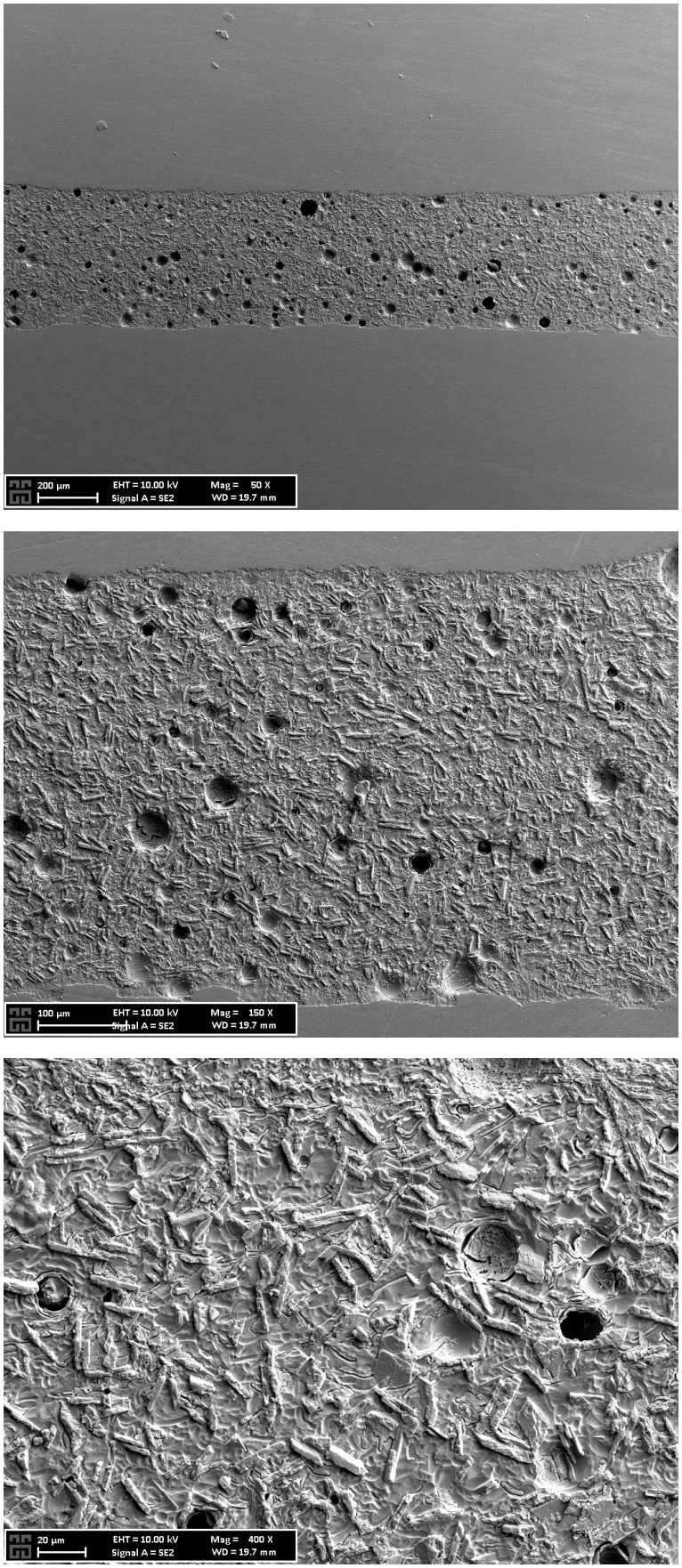
Şekil 4.26. CF_CS için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri



Şekil 4.27. CF_CS-5 için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri



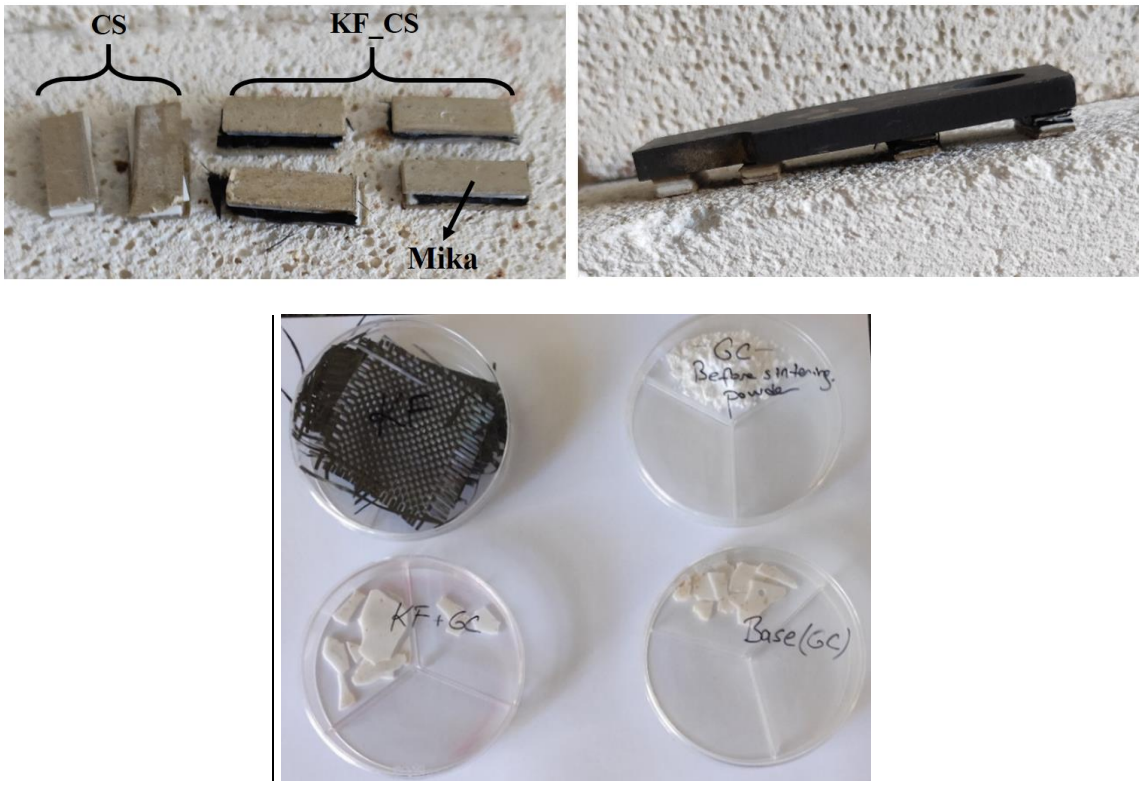
Şekil 4.28. KF_CS için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri



Şekil 4.29. KF_CS-5 için sırasıyla 50X, 150X ve 400X büyütmedeki FE-SEM görüntüleri

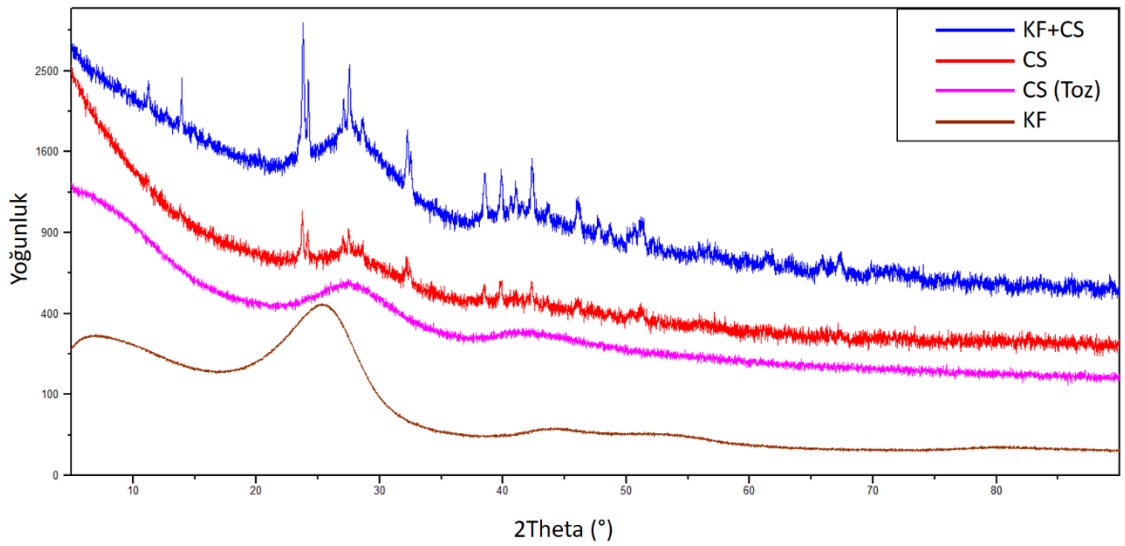
4.3 XRD Sonuçları

XRD analizleri performans olarak en etkileyici sonuçları sunan KF takviyesinin etkilerini incelemek amacıyla 0 < 2teta < 90° aralığında gerçekleştirilmiştir. XRD analizlerinde kullanılacak numunelerin elde edilebilmesi için metalik numunelere yapışma gerçekleştirilmemiştir. Metalik yüzeylere yapışmış olan yüzeyde kalan numunelerin elde edilmesinin zorluğu düşünüldüğünde farklı bir numune hazırlama sürecine ihtiyaç duyulmuştur. Bu kapsamda mika ile kolay ayrılabilen yapışma davranışı sunması nedeniyle XRD numunelerinin eldesi için sızdırmazlık elemanları iki mika tabakası arasında fırınlanmıştır. Fırınlama sonrası mika tabakalar kolayca ayrılmış fakat numune yüzeylerinde mika tozları bırakmıştır. Bu sebepten yüzeyde kalan tozların uzaklaştırılması amacıyla zımpara kâğıdı kullanılmıştır. KF'nin etkilerinin incelenebilmesi ve karşılaştırma amacıyla KF_CS durumu ile birlikte baz durum olan CS durumu da fırınlanmıştır. Şekil 4.30 XRD analizi için hazırlanmış olan numuneleri göstermektedir. Şekilde görülebileceği gibi ticari olarak temin edilen KF kumaş ve cam-seramik içeriğinin hazırlanmasında kullanılan cam-seramik tozu da incelemeye dâhil edilmiştir.



Şekil 4.30. XRD analizi için hazırlanan numuneler

Şekil 4.31 ise XRD analizleri sonucunu göstermektedir. Kahverengi çizgi sadece KF kumaşının; pembe çizgi ise sinterlenmemiş olan ve cam-seramik içeriğinde kullanılan cam-seramik tozunun desenini göstermektedir. KF kumaş için elde edilen kırınım deseninin literatür ile benzer olduğu görülmüştür. Cam-seramik tozundan elde edilen kırınım deseninde tamamen amorf fazların olduğu görülebilmektedir. KF takviyesinin cam-seramik sızdırmazlık elemanı üzerindeki etkisi asıl olarak kırmızı (CS) ve mavi (KF_CS) kırınım desenlerinin incelemesi ile ortaya çıkacaktır. Şekilde görülebileceği gibi CS durumunda elde edilen kırmızı renkli kırınım deseninde sinterlenmemiş cam-seramik tozundan farklı olarak faz pikleri oluşmuştur. Bu pikler yapıda kristal fazların oluşmaya başladığı göstermektedir. KF_CS durumuna ait mavi kırınım deseni ile CS durumuna ait olan kırmızı kırınım deseni arasındaki farklar ise bariz olarak görülmektedir. Şekilden anlaşılabileceği gibi KF takviyesi yapıdaki kristal fazların piklerinin daha belirgin hale gelmesini sağlamış ve yapıdaki kristal fazların artmasını tetiklemiştir. Bu haliyle XRD analizleri karbon fiberin cam-seramik sızdırmazlık malzemesini yapısal ve kimyasal olarak etkilediğini ispatlamaktadır.



Şekil 4.31. XRD sonuçları

BÖLÜM V

SONUÇ VE ÖNERİLER

KOYP sızdırmazlığı için yaygın kullanıma sahip olan cam-seramik sızdırmazlık elemanının yapışma mukavemetinin iyileştirilmesi amacıyla metalik olmayan fiberler ile birlikte kullanımı bu tez çalışması kapsamında deneysel olarak incelenmiştir. Cam-seramik sızdırmazlık elemanları şerit döküm yöntemi ile başarılı bir şekilde üretilmiş ve ticari olarak temin edilen dört farklı metalik olmayan fiber ile sandviç yapısında test edilmiştir. Ayrıca ilgili durumların 5 termal döngüye kadar performansları incelenmiştir. 5 termal döngünün genel davranışı verdiği görülmüş ve daha fazla termal döngü süreci uygulanmamıştır. Yapışma mukavemeti ve mikroyapısal analizlerden elde edilen genel sonuçlar ve öneriler aşağıda sıralandığı gibidir:

- ✓ İlgilenilen tüm durumlar arasında en düşük yapışma mukavemetleri BF_CS durumlarında elde edilmiştir. Düşük yapışma mukavemetine sahip olması dışında BF_CS durumlarının termal döngü performansının iyi olduğu ve termal döngü kararlılığı sunduğu görülmüştür. Çekme testlerinde kopmanın sandviç yapının ortasında bulunan BF yüzeylerinden gerçekleşmesi ve düşük yapışma mukavetine sahip olmasının nedeninin BF'nin termal döngü öncesi ve sonrasında erimeden yapı içerisinde kalmış olması ve orta noktalarına cam-seramiğin ulaşamaması olduğu anlaşılmıştır. Daha az alansal ağırlığa sahip bir BF kullanımı veya BF tozlarının düşük miktarda cam-seramik tozlarına karıştırılması ile elde edilecek bir kompozitin performanslarının farklı olacağı ve ayrı bir çalışma konusu olduğu düşünülmektedir.

- ✓ AF_CS durumlarında elde edilen yapışma mukavemeti değerleri fiber katkısız baz durum ile yakın sonuçlar vermiştir. Cam oluşturma için uygulanan yüksek fırınlama sıcaklıklarında AF'nin bozunduğu ve kapalı gözeneklerde kristal oluşumunu tetiklediği anlaşılmıştır. Homojen bir yapışma davranışının olmadığı kopma yüzeylerinde görülen bölgesel metalik yüzeylerden de anlaşılmış ve kristal-camsı fazlar arasındaki dengenin buna sebep olduğu sonucuna varılmıştır. Daha farklı bir ısıtma rejimi ve kontrollü kristallenme ile AF kullanımının farklı bir çalışmada derinlemesine incelenmesi gerekmektedir. Ayrıca daha düşük

çalışma sıcaklıklarına sahip bir sistemde AF kullanımının farklı sonuçlara sebep olabileceği düşünülmektedir.

- ✓ CF_CS durumlarında ise BF_CS durumundan sonra en kötü performanslar elde edilmiş ve CF kullanımının yapışma mukavemeti üzerinde olumsuz bir etkiye sahip olduğu görülmüştür. Buna ek olarak tüm durumlar arasında termal döngü davranışı en karmaşık olan yapının CF_CS durumları olduğu görülmüştür. Analizler CF'nin eriyip yoğun bir cam halini aldığını ve CF'nin merkezi boyunca çatlak oluşması sonucu kopmanın buradan tetiklendiğini göstermiştir. Her bir termal döngü sonrasında CF'nin yeniden eriyip katılaşması ile bazı adımlarda çatlağın nispeten giderilmesi ile karmaşık termal döngü davranışlarının ortaya çıktığı sonucuna varılmıştır. Bu haliyle çatlak oluşumunun önlenebileceği bir ısıtma rejimi ve/veya farklı alansal ağırlığa sahip CF kullanımının farklı sonuçlara sebep olabileceği düşünülmektedir.

- ✓ İlgilenilen tüm durumlar arasında KF_CS durumunda (32,59 MPa) baz durum olan CS durumuna (22,49 MPa) göre ~%45'lik bir performans artışı ile en yüksek yapışma mukavemeti değeri elde edilmiştir. KF takviyeli cam-seramikler 1 ve 3 termal döngü sonrasında performans kaybı yaşanmamış ve 5. termal döngü sonrası %13,3'lük bir performans kaybına rağmen elde edilen yapışma mukavemeti değerinin CS baz durumları dahil ilgilenilen tüm durumlardan hala çok yüksek olduğu görülmüştür. Yapıdaki KF varlığının cam seramik malzemenin kristalleşme kinetiğini değiştirdiği ve KF_CS durumunda elde edilen mekanik performansın yapıdaki kristal fazların artışı ile gerçekleştiği anlaşılmıştır. KF_CS-5 durumunda gözlenen düşüşün de kristal fazlardaki aşırı artış sebebiyle termal genleşme farkının artmasına bağlı olarak gerçekleşmiş olduğu düşünülmüştür. XRD analizleri ise KF takviyesinin yapıdaki kristal fazların piklerini daha belirgin hale getirdiğini ve karbon fiberin cam-seramik sızdırmazlık malzemesini yapısal ve kimyasal olarak etkilediğini göstermiştir. Tez kapsamında elde edilen sonuçlar ışığında cam seramik sızdırmazlık elemanları ile KF kullanımının ciddi iyileştirmelere neden olduğu görülmüş olsa da KF kullanımının TEC, T_g, T_s gibi fiziksel özellikleri nasıl etkilediği üzerine termogravimetri ve dilatometre analizlerinin yapılması gerekmektedir.

KAYNAKLAR

Acar, V., Cakir, F., Alyamaç, E. and Seydibeyoğlu, M. Ö., "Basalt fibers" Fiber technology for fiber-reinforced composites, ***Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering, Elsevier***, 2017.

Acatay, K., "Carbon fibers" Fiber Technology for Fiber-Reinforced Composites, ***Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering, Elsevier***, 2017.

Agbede, O., Hellgardt, K. and Kelsall, G., "Electrical conductivities and microstructures of LSM, LSM-YSZ and LSM-YSZ/LSM cathodes fabricated on YSZ electrolyte hollow fibres by dip-coating", ***Materials Today Chemistry***, 16(100252, 2020.

Altan, T., Nikel Temelli Katı Oksit Yakıt Pili Anotlarındaki Redoks Davranışının Mikroyapısal İncelenmesi, Doktora Tezi, ***Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü***, Niğde, s. 2023.

Arcaro, S., Moreno, B., Chinarro, E., Salvador, M., Borrell, A., Nieto, M., Moreno, R. and de Oliveira, A. N., "Properties of LZS/nanoAl2O3 glass-ceramic composites", ***Journal of Alloys and Compounds***, 710(567-574, 2017.

Bansal, N. P., "Celsian formation in fiber-reinforced barium aluminosilicate glass–ceramic matrix composites", ***Materials Science and Engineering: A***, 342(1-2), 23-27, 2003.

BP, "Bp Statistical review of world energy 2022", https://www.bp.com/en/global/corporate/energy-economics/statistical-review-of-world-energy.html 2022

Brendt, J., Gross-Barsnick, S.-M., Babelot, C. and Natour, G., "The influence of ZnO and V2O5 on the crystallization behavior of BaO-CaO-SiO2 glass-ceramic sealants", ***Journal of Non-Crystalline Solids***, 501(78-84, 2018.

Bunsell, A. R., Handbook of properties of textile and technical fibres, ***Woodhead Publishing***, 2018.

Cela Greven, B., Gross-Barsnick, S., Koppitz, T., Conradt, R., Smeacetto, F., Ventrella, A. and Ferraris, M., "Torsional shear strength of novel glass-ceramic composite sealants for solid oxide fuel cell stacks", ***International Journal of Applied Ceramic Technology***, 15(2), 286-295, 2018.

Chang, H.-T., Lin, C.-K. and Liu, C.-K., "Effects of crystallization on the high-temperature mechanical properties of a glass sealant for solid oxide fuel cell", ***Journal of Power Sources***, 195(10), 3159-3165, 2010.

Choi, S. R., Bansal, N. P. and Garg, A., "Mechanical and microstructural characterization of boron nitride nanotubes-reinforced SOFC seal glass composite", ***Materials Science and Engineering: A***, 460(509-515, 2007.

Chou, Y.-S., Stevenson, J. W. and Gow, R. N., "Novel alkaline earth silicate sealing glass for SOFC: Part II. Sealing and interfacial microstructure", ***Journal of power sources***, 170(2), 395-400, 2007.

Du, P., "Du Pont Kevlar Technical Guide", ***Kevlar Aramid Fibers***, 2016.

Ertekin, M., "Aramid fibers" Fiber technology for fiber-reinforced composites, ***Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering, Elsevier***, 2017.

Garai, M., Molla, A. R., Reka, A. A. and Karmakar, B., "Wide thermal expansion in Ag0/Au0 nanoparticle doped SiO2-MgO-Al2O3-B2O3-K2O-MgF2 glass-ceramics", ***Materials Today: Proceedings***, 50(134-138, 2022.

Garai, M. and Roy, S., "Performance evaluation for Ag and Au nanoparticle containing K2O-MgO-B2O3-Al2O3-SiO2-F glass sealants for SOFC application", ***International Journal of Ceramic Engineering & Science***, 5(2), e10172, 2023.

Garai, M., Singh, S. P. and Karmakar, B., "Mica (KMg3AlSi3O10F2) based glass-ceramic composite sealant with thermal stability for SOFC application", ***International Journal of Hydrogen Energy***, 46(45), 23480-23488, 2021.

Gaurav, A. and Singh, K. K., "Fatigue behavior of FRP composites and CNT-Embedded FRP composites: A review", ***Polymer Composites***, 39(6), 1785-1808, 2018.

Ghosh, S., Sharma, A. D., Mukhopadhyay, A., Kundu, P. and Basu, R. N., "Effect of BaO addition on magnesium lanthanum alumino borosilicate-based glass-ceramic sealant for anode-supported solid oxide fuel cell", ***International Journal of hydrogen energy***, 35(1), 272-283, 2010.

Gross, S. M., Federmann, D., Remmel, J. and Pap, M., "Reinforced composite sealants for solid oxide fuel cell applications", ***Journal of Power Sources***, 196(17), 7338-7342, 2011.

Guo, M., Jin, Y., Zhang, R., Yang, Z. and Peng, S., "Low leakage rate of silicate glass modified with Al2O3 for solid oxide fuel cell", ***Journal of the European Ceramic Society***, 42(7), 3264-3270, 2022.

Guo, M., Zhang, X., Li, Y., Andersson, M., Yang, Z. and Peng, S., "High gas tightness ZrO2-added silicate glass sealant with low thermal stress for solid oxide fuel cells", ***Ceramics International***, 49(12), 19708-19716, 2023.

Heydari, F., Maghsoudipour, A., Hamnabard, Z. and Farhangdoust, S., "Mechanical properties and microstructure characterization of zirconia nanoparticles glass composites for SOFC sealant", ***Materials Science and Engineering: A***, 552(119-124, 2012.

Jamshaid, H. and Mishra, R., "A green material from rock: basalt fiber–a review", ***The Journal of The Textile Institute***, 107(7), 923-937, 2016.

Kim, E., Choi, H. and Yang, Y., "Effects of Al2O3 on (1− x)[SrO–SiO2–B2O3]–xAl2O3 glass sealant for intermediate temperature solid oxide fuel cell", ***Ceramics International***, 41(10), 14621-14626, 2015.

Kosiorek, M., Żurawska, A., Ajdys, L., Kolasa, A., Naumovich, Y., Wiecińska, P., Yaremchenko, A. and Kupecki, J., "Glass–Zirconia Composites as Seals for Solid Oxide Cells: Preparation, Properties, and Stability over Repeated Thermal Cycles", ***Materials***, 16(4), 1634, 2023.

Krainova, D., Saetova, N., Farlenkov, A., Belyakov, S. and Kuz'min, A., "Effect of Chromium Oxide Additions on the Stability of Glass Ceramic Sealants for Solid Oxide Fuel Cells", ***Russian Journal of Applied Chemistry***, 94(3), 323-329, 2021.

Krainova, D., Saetova, N., Kuzmin, A. V., Raskovalov, A., Eremin, V., Ananyev, M. V. and Steinberger-Wilckens, R., "Non-crystallising glass sealants for SOFC: Effect of Y2O3 addition", ***Ceramics International***, 46(4), 5193-5200, 2020.

Laorodphan, N. and Ayawanna, J., "BaO-Al2O3-SiO2-B2O3 Glass-Ceramic SOFCs Sealant: Effect of ZnO Additive", ***Key Engineering Materials***, 751(455-460, 2017.

Lee, H., Kim, U. S., Kim, S. D., Woo, S. K. and Chung, W. J., "SiO2–B2O3-BaO-WO3 glasses with varying Al2O3 content as a sealing material for reversible solid oxide fuel cells", ***Ceramics International***, 46(11), 18256-18261, 2020.

Li, R., Peng, L., Wang, X., Yang, J., Yan, D., Pu, J., Chi, B. and Li, J., "Investigating the performance of Glass/Al2O3 composite seals in planar solid oxide fuel cells", ***Composites Part B: Engineering***, 192(107984, 2020.

Li, R., Yang, J., Yan, D., Pu, J., Chi, B. and Li, J., "Performance of Al2O3 particle reinforced glass-based seals in planar solid oxide fuel cells", ***Ceramics International***, 47(6), 7504-7510, 2021.

Li, T. and Parbey, J., Intermediate Temperature Solid Oxide Fuel Cells, 2020.

Li, Z., Ma, J., Ma, H. and Xu, X., "Properties and applications of basalt fiber and its composites", ***IOP Conference Series: Earth and Environmental Science***, s. 012052, 2018.

Li, Z., Peng, B., Zhang, T., Li, H., Li, L., Wen, C. and Chen, K., "Improving sealing performance of borosilicate glass-ceramics for solid oxide fuel cell applications: Effect of AlN", ***Journal of the European Ceramic Society***, 39(14), 4194-4201, 2019.

Lipman, T. E. and Weber, A. Z., Fuel cells and hydrogen production: A volume in the Encyclopedia of sustainability science and technology, ***Springer***, 2019.

Luo, Z., Lei, W., Liang, H., Xu, W., Liu, X., Qin, C. and Lu, A., "Improving sealing properties of CaO-SrO-Al2O3-SiO2 glass and glass-ceramics for solid oxide fuel cells: effect of La2O3 addition", ***Ceramics International***, 46(11), 17698-17706, 2020.

Mah, J. C., Muchtar, A., Somalu, M. R. and Ghazali, M. J., "Metallic interconnects for solid oxide fuel cell: a review on protective coating and deposition techniques", ***International Journal of Hydrogen Energy***, 42(14), 9219-9229, 2017.

Mahato, N., Banerjee, A., Gupta, A., Omar, S. and Balani, K., "Progress in material selection for solid oxide fuel cell technology: A review", ***Progress in Materials Science***, 72(141-337, 2015.

Malzbender, J., Mönch, J., Steinbrech, R. W., Koppitz, T., Gross, S. M. and Remmel, J., "Symmetric shear test of glass-ceramic sealants at SOFC operation temperature", ***Journal of materials science***, 42(6297-6301, 2007.

Militký, J., Kovačič, V. and Bajzík, V., "Mechanical properties of basalt filaments", ***Fibres & Textiles in Eastern Europe***, 2007.

Nguyen, X.-V., Chang, C.-T., Jung, G.-B., Chan, S.-H., Lee, W.-T., Chang, S.-W. and Kao, I.-C., "Study of sealants for SOFC", ***International Journal of Hydrogen Energy***, 41(46), 21812-21819, 2016.

Partyka, J., "Effect of BaO addition on the structure and microstructure of SiO2–Al2O3–Na2O–K2O–MgO glass–ceramic composites", ***Ceramics International***, 41(10), 14013-14020, 2015.

Rao, P. and Singh, R. N., "Sintering and thermal expansion behaviors of glass and glass–YSZ composites as self-repairable seals for SOFC", ***Journal of the American Ceramic Society***, 106(1), 157-165, 2023.

Saeidpour, F., Zandrahimi, M. and Ebrahimifar, H., "Evaluation of pulse electroplated cobalt/yttrium oxide composite coating on the Crofer 22 APU stainless steel interconnect", ***International Journal of Hydrogen Energy***, 44(5), 3157-3169, 2019.

Safarzadeh Kermani, P., Rezaei, N. and Ghatee, M., "Barium-calcium aluminosilicate glass/mica composite seals for intermediate solid oxide fuel cells", ***Ceramics International***, 47(15), 21679-21687, 2021.

Sammes, N., Du, Y. and Bove, R., "Design and fabrication of a 100 W anode supported micro-tubular SOFC stack", ***Journal of Power Sources***, 145(2), 428-434, 2005.

Santulli, C., "Mechanical and impact damage analysis on carbon/natural fibers hybrid composites: a review", ***Materials***, 12(3), 517, 2019.

Seydibeyoglu, M. O., Mohanty, A. K. and Misra, M., Fiber technology for fiber-reinforced composites, ***Woodhead Publishing***, 2017.

Shi, H., Su, C., Ran, R., Cao, J. and Shao, Z., "Electrolyte materials for intermediate-temperature solid oxide fuel cells", ***Progress in Natural Science: Materials International***, 2020.

Singh, K. and Walia, T., "Review on silicate and borosilicate-based glass sealants and their interaction with components of solid oxide fuel cell", ***International Journal of Energy Research***, 45(15), 20559-20582, 2021.

Smeacetto, F., Salvo, M., Santarelli, M., Leone, P., Ortigoza-Villalba, G., Lanzini, A., Ajitdoss, L. and Ferraris, M., "Performance of a glass-ceramic sealant in a SOFC short stack", ***International Journal of Hydrogen Energy***, 38(1), 588-596, 2013.

Surgeon, M., Vanswijgenhoven, E., Wevers, M. and Van der Biest, O., "Acoustic emission during tensile testing of SiC-fibre-reinforced BMAS glass-ceramic composites", ***Composites Part A: Applied Science and Manufacturing***, 28(5), 473-480, 1997.

Timurkutluk, B., Altan, T., Celik, S., Timurkutluk, C. and Palacı, Y., "Glass fiber reinforced sealants for solid oxide fuel cells", ***International Journal of Hydrogen Energy***, 44(33), 18308-18318, 2019.

Timurkutluk, B., Ciflik, Y. and Korkmaz, H., "Strength evaluation of glass–ceramic composites containing yttria stabilized zirconia after thermal cycling", ***Ceramics International***, 41(5), 6985-6990, 2015.

Toruntay, F., Atalmis, G., Timurkutluk, C. and Timurkutluk, B., "Fabrication of glass ceramic sealants with ceramic fiber filler for solid oxide fuel cells", ***Ceramics International***, 48(3), 3779-3789, 2022.

Tulyaganov, D. U., Reddy, A. A., Kharton, V. V. and Ferreira, J. M. F., "Aluminosilicate-based sealants for SOFCs and other electrochemical applications − A brief review", ***Journal of Power Sources***, 242(486-502, 2013.

van Asselt, H. and Green, F., "COP26 and the dynamics of anti-fossil fuel norms", ***Wiley Interdisciplinary Reviews: Climate Change***, 14(3), e816, 2023.

Vepreva, A., Dubovtsev, D., Krainova, D., Chetvertnykh, Y., Belyakov, S., Saetova, N. and Kuzmin, A., "Barium Silicate Glasses and Glass–Ceramic Seals for YSZ-Based Electrochemical Devices", ***Ceramics***, 6(3), 1314-1329, 2023.

Wang, S.-F., Hsu, Y.-F., Liao, Y.-L., Yang, Y.-J. and Jasinski, P., "Physical and sealing properties of BaO–Al2O3–SiO2–CaO–V2O5 glasses for solid oxide fuel cell applications", ***International Journal of Hydrogen Energy***, 47(17), 10044-10055, 2022.

Wang, W., Qu, J., Julião, P. S. B. and Shao, Z., "Recent advances in the development of anode materials for solid oxide fuel cells utilizing liquid oxygenated hydrocarbon fuels: a mini review", ***Energy Technology***, 7(1), 33-44, 2019.

Wei, J., Pećanac, G. and Malzbender, J., "Mechanical behavior of silver reinforced glass–ceramic sealants for solid oxide fuel cells", ***Ceramics International***, 41(10), 15122-15127, 2015.

Weibull, W., "A statistical distribution function of wide applicability", ***Journal of applied mechanics***, 1951.

Zhang, Q., Du, X., Tan, S., Tang, D., Chen, K. and Zhang, T., "Effect of Nb2O5 doping on improving the thermo-mechanical stability of sealing interfaces for solid oxide fuel cells", ***Scientific Reports***, 7(1), 5355, 2017.

Zhang, W., Wang, X., Dong, Y., Yang, J., Pu, J., Chi, B. and Jian, L., "Development of flexible ceramic-glass seals for intermediate temperature planar solid oxide fuel cell", ***International Journal of Hydrogen Energy***, 41(14), 6036-6044, 2016.

Zhang, W., Yan, D., Duan, J., Pu, J., Chi, B. and Li, J., "Development of Al2O3/glass-based multi-layer composite seals for planar intermediate-temperature solid oxide fuel cells", ***International journal of hydrogen energy***, 38(35), 15371-15378, 2013.

Zhao, Y., Malzbender, J. and Gross, S. M., "The effect of room temperature and high temperature exposure on the elastic modulus, hardness and fracture toughness of glass ceramic sealants for solid oxide fuel cells", ***Journal of the European Ceramic Society***, 31(4), 541-548, 2011.

ÖZ GEÇMİŞ

Derya ALTAN **.**.**** tarihinde ***'de doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini ***'da tamamladı. 2010 yılında girdiği Niğde Üniversitesi Elektrik Elektronik Mühendisliği Bölümünden Haziran 2015'te mezun oldu. 2019 yılında Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Makine Mühendisliği tezli yüksek lisans programına başladı.