

Yüksek Kaynak Özelliklerine Sahip Nano Partikül Alaşımılı Özlu Kaynak Tellerinin Geliştirilmesi

Program Kodu: 1001

Proje No: 315M495

Proje Yürütücüsü:
Prof. Dr. Sunullah ÖZBEK

Araştırmacı(lar):

Dr. Öğretim Üyesi İlknur KOÇAŞ KOZBE
Dr. Öğretim Üyesi Polat TOPUZ
Selçuk KESKİNKILIÇ

Danışman(lar):

Doç.Dr. Mustafa KOÇAK

Bursiyer(ler):

Merve PEHLİVAN, Yüksek Lisans
Yağizer YAVUZ, Yüksek Lisans

Aralık 2019
İSTANBUL

ÖNSÖZ

Yüksek performans gerektiren yapı çeliklerinin kaynak bağlantı yerlerinin mekanik davranışlarının ana metal ile uyumlu olması yapının stabilitesi açısından çok önemlidir. Genel olarak bu bağlantılar kaynak yapımı sürecinde yüksek ısıdan etkilenmekte ve ana metal ile uyum sorunu yaşanmaktadır. Bunu olabilecek minimum seviyelere indirmek için kaynak sarf malzemesi olarak kullanılan özlü teller (Flux Cored Wires /FCW) nano teknoloji ile üretilen alüminyum, zirkonyum veya titanyum oksit toz bileşenleri eklenerek giderilmesi için bu proje kapsamında geliştirme çalışmaları yapılmıştır. Bu çalışmada söz konusu nano tozlar ve bunlara demir bağlayarak nano kompozit tozlar üretilmiştir. Bunu takiben nano tozlar öz karışımına harmanlanarak üretim hattında bu özel özlü kaynak telleri üretilmiştir. Ürünlerle kaynak uygulamaları yapılmış ve kaynaklı malzemeler standart mekanik testlere ve metalografik analizlere tabi tutulmuştur. Sonuç olarak ısıdan etkilenmiş bölgenin daraldığı ve tokluk değerlerinin %30 kadar yükseldiği görülmüştür.

Bu çalışma Avrupa Birliği ERA Net Rus Plus programı kapsamında İstanbul Gedik Üniversitesi, Brandenburg University of Technology Cottbus–Senftenberg, Almanya ve Saint Petersburg State Polytechnical University, Rusya işbirliği içinde ülke genelinde kendi uzmanlık alanlarını kullanarak bu projeye katkıda bulunmaya çalışmışlardır. Bu araştırma projesin Türk tarafı olan İstanbul Gedik Üniversitesi Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından desteklenmiştir, Proje No: 315M495.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
ŞEKİL LİSTESİ.....	iv
TABLO LİSTESİ.....	vi
ÖZET.....	vii
ABSTRACT.....	viii
1. GİRİŞ.....	1
2. LİTERATÜR ÖZETİ.....	2
2.1. Özlü Kaynak Teli Üretim.....	3
2.2. Nano Tozların Sentezi.....	4
3. GEREÇ VE YÖNTEM.....	8
3.1. Kullanılan Tozlar.....	9
3.2. Nano Tozların Sentezi.....	9
3.3. Toz Harmanlama.....	10
3.4. Kaynak Uygulamaları İçin Kullanılan Metal Plaka.....	11
3.5. Özlü Kaynak Teli Üretimi.....	12
3.6. Kaynak Uygulamaları.....	13
3.7. Mekanik Testler.....	14
3.7.1.Tahribatsız Testler.....	14
3.7.2.Tahribatlı Testler.....	15
3.8. Karakterizasyon Çalışmaları.....	18
3.8.1.Metalografik Analizler.....	18
3.8.2.SEM-EDS Analizleri.....	18
4. BULGULAR.....	20
4.1. Nano Tozların Sentezi.....	20
4.1.1.Nano Al ₂ O ₃ Toz Üretimi.....	20
4.1.2.Fe-Al ₂ O ₃ Nanokompozit Toz Üretimi.....	24
4.1.3.Fe-ZrO ₂ Nanokompozit Toz.....	27
4.2. Nanotoz/Nanokompozit Takviyeli Öz Tozu Harmanlama.....	28
4.3. Özlü tel üretimi, Kaynak Uygulamaları, Testler ve Analizler.....	31
4.3.1.Radyografik Muayene.....	32
4.3.2.X-Işını Spektrometresi.....	33
4.3.3.Mekanik Testler.....	34
4.3.4.Metalografik Analizler.....	35
5. SONUÇLAR.....	38
TEŞEKKÜR.....	40
KAYNAKLAR.....	41

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1. Nanotoz/Nanokompozit takviyeli özlü kaynak teli üretimi.....	4
Şekil 2. Çözelti yakma yöntemi akış şeması.....	5
Şekil 3. Turbula T2F karıştırıcısının görünümü.....	10
Şekil 4. Gedik Kaynak A.Ş. özlü kaynak teli üretim hattından görüntüler.....	12
Şekil 5. Kullanılan kaynak makinası.....	13
Şekil 6. Radyografik muayene esnasında kullanılan X-Ray cihazı.....	14
Şekil 7. Kullanılan X-RF cihazı.....	15
Şekil 8. PA pozisyonu için kullanılan çekme test numunesinin boyutları.....	16
Şekil 9. PF pozisyonu için kullanılan çekme test numunesinin boyutları.....	16
Şekil 10. Standartlara göre elde edilmiş çentik numunesinin boyutları.....	17
Şekil 11. PF pozisyonu için yapılan sertlik ölçümlerinin alındığı noktalar.....	17
Şekil 12. SEM-EDS cihazları.....	19
Şekil 13. Çözelti yakma prosesi: Nano Al ₂ O ₃ toz üretimi.....	20
Şekil 14. Kalsinasyon öncesi ve 1000°C'de kalsinasyon sonrası sentezlenen örnekler: a) SC-A-U1, b) SC-A-U2, c) SC-A-G1, d) SC-A-G2.....	21
Şekil 15. Çözelti yakma yöntemiyle sentezlenen ve 1000°C'da kalsine edilen a) SC-A-U1, b) SC-A-U2, c) SC-A-G1 ve d) SC-A-G2 numunelerine ait XRD paternleri.....	22
Şekil 16. Çözelti yakma yöntemiyle sentezlenen ve 1000°C'da kalsine edilen a) SC-A-U1, b) SC-A-U2, c) SC-A-G1 ve d) SC-A-G2 numunelerine ait SEM görüntüleri.....	23
Şekil 17. Çözelti yakma prosesi: Fe-Al ₂ O ₃ nanokompozit toz üretimi.....	24
Şekil 18. a) Çözelti yakma (SC) prosesinden sonra sırası ile SC-FA-U1, SC-FA-U2, SC-FA-G1, SC-FA-G2, SC-FA-S2 numuneleri, b) 1000 °C'de kül fırınında kalsine edildikten sonra sırası ile SC-FA-U1, SC-FA-U2, SC-FA-G1, SC-FA-G2, SC-FA-S2 numuneleri ve c) 1000 °C'de H ₂ atmosferli fırınında indirgeme işleminden sonra sırası ile SC-FA-U1, SC-FA-U2, SC-FA-G1, SC-FA-G2, SC-FA-S2 numuneleri.....	25
Şekil 19. a) %50 glisin yakıtı kullanılarak sentezlenen b) %100 glisin yakıtı kullanılarak sentezlenen ve c) %100 glisin yakıtı kullanılarak sentezlenen ve 1000 °C de H ₂ ortamında indirgenen örneklerin XRD paternleri.....	26

ŞEKİL LİSTESİ (devam)

Şekil 20. SC-FA-G2 ve SC-FA-G2-H örneklerine ait SEM görüntüleri.....	26
Şekil 21. %50 Fe içerecek şekilde sentezlenen Fe-Al ₂ O ₃ nano kompozit tozun EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) ve SEM analizleri.....	27
Şekil 22. Fe-ZrO ₂ SEM-EDS ve XRD Analizleri.....	28
Şekil 23. Mikronize sünger demir tozu SEM görüntüsü.....	29
Şekil 24. a) Hazırlanan mikronize sünger demir ve nano tozların eklenmesi, b) nano tozların karışımında aglomere hale gelmesi ve c) karışımın son görüntüsü.....	30
Şekil 25. Mikronize sünger demir ve nano tozların SEM görüntüsü.....	30
Şekil 26. 23 devir/dk EDS-Mapping sonuçları (pembe: demir, lacivert: alüminyum, sarı: oksijen, yeşil: titanyum, mavi: zirkonyum).....	31
Şekil 27. PA pozisyonunda.....	32
Şekil 28. PF pozisyonu.....	32
Şekil 29. PA pozisyonunda yapılan referans numunenin kaynağın röntgen görünümü.....	33
Şekil 30. PA pozisyonunda 1.kompozisyon için yapılan kaynakların röntgen görünümü.....	33
Şekil 31. Nano toz katkılı ve katkısız kaynak kesitleri (ITAB'ın daraldığı görülmektedir).....	35
Şekil 32. ELCO R 71 nano toz katkısız özlü kaynak teli ile PA pozisyonunda yapılan kaynak numunelerinin; a) ana malzeme, b) ITAB ve c) kaynak bölgesi mikroyapıları, X 200 büyütme.	36
Şekil 33. ELCO R 71 nano toz katkılı %0,5 nano toz katkılı özlü kaynak teli ile PA pozisyonunda yapılan kaynak numunelerinin; a) ana malzeme, b) ITAB ve c) kaynak bölgesi mikroyapıları, X 200 büyütme.	36
Şekil 34. ELCO R 71 nano toz katkılı %0,7 nano toz katkılı özlü kaynak teli ile PA pozisyonunda yapılan kaynak numunelerinin; a) ana malzeme, b) ITAB ve c) kaynak bölgesi mikroyapıları, X 200 büyütme.	36
Şekil 35. (a) referans özlü kaynak teli (ELCOR R-71) ve (b) ZrO ₂ nano toz katkılı üretilmiş özlü kaynak teller ile yapılan kaynak kapak bölgelerinden mikroyapı görüntüleri. α - allotriomorfik ferrit; α_a - asiküler ferrit; α_b - üst bainit; α_{lb} - düşük bainit; α_p - poligonal ferrit; α_w - Widmanstätten ferriti.....	37

TABLO LİSTESİ

Tablo 1. Çözelti yakma yöntemiyle demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozit sentezi ile ilgili literatürde yer alan bazı çalışmalar.....	7
Tablo 2. Kullanılan tozlar ve özellikleri.....	9
Tablo 3. Harmanlama için kullanılan tozların miktar ve oranları.....	11
Tablo 4. Üretim için kullanılan tozlar ve oranları.....	11
Tablo 5. S355JR çeliğinin kimyasal ve mekanik özellikleri.....	12
Tablo 6. Kullanılan pozisyonlar ve parametreler.....	14
Tablo 7. Üretimde kullanılan farklı kombinasyonlardaki oksitleyici/yakıt oranları.....	21
Tablo 8. Üretimde kullanılan farklı kombinasyonlardaki oksitleyici/yakıt oranları.....	24
Tablo 9. EDS'den elde edilen SC-FA-G2-H örneğine ait kompozisyon analiz sonuçları....	27
Tablo 10. Mikronize sünger demir tozu ve Al ₂ O ₃ , TiO ₂ , ZrO ₂ nanotozların tane boyutları....	29
Tablo 11. Kaynak uygulamasında kullanılan pozisyonlar ve parametrelere.....	32
Tablo 12. X-RF analizinde belirlenen kaynak metalindeki nano-toz oranları.....	33
Tablo 13. ELCOR R-71 ve nanotoz katkılı (Al ₂ O ₃ , TiO ₂ , ZrO ₂) üretimlerin mekanik testleri..	34
Tablo 1. ELCOR R-71 nanotoz katkısız için kaynak metali sertlik değerleri.....	34
Tablo 15. 1. Kompozisyon için kaynak metali sertlik değerleri.....	34
Tablo 16. 2. Kompozisyon için kaynak metali sertlik değerleri.....	35

ÖZET

Yüksek Kaynak Özelliklerine Sahip Nano Partikül Alaşımli Özlü Kaynak Tellerinin Geliştirilmesi

Boru hatları veya kıyıda uzak rüzgar parkları gibi birçok yapı, yüksek mukavemet ve iyi işleme yeteneklerine sahip malzemelerden imal edilirler ve bu yapılarda yüksek tokluk büyük önem arz etmektedir. Adı geçen yapıları oluşturmak için, bu tür malzemelerin birleştirilmesi gerekmektedir. Bu tür yapıların kaynaklı birleşim bölgelerindeki düşük tokluk, stabiliteyi ve güvenilirliği etkileyen en önemli problemlerden biridir. Kaynak dikişinin ve ısıdan etkilenen bölgenin (Isının Tesiri Altındaki Bölge /ITAB) tokluğu, ana metalin tokluğu düzeyinde muhafaza edilmelidir. Bu tür yapılardan beklenen son derece yüksek seviyedeki özellikler, araştırmacıları yeni kaynak yöntemlerini ve kaynak malzemelerini geliştirmeye özendirmiştir. Örnek olarak, yeni ve henüz yeterince test edilmemiş lazer hibrit kaynak yöntemi söylenebilir. Bununla beraber, bilinen kaynak yöntemleri uygulamalarında, kaynak dikiş kalitesini artırmak için yeni nesil kaynak sarf malzemelerinin geliştirilmesine ihtiyaç duyulmuştur. Bu çalışmanın amacı da söz konusu ihtiyaca cevap verebilecek nano teknoloji ile üretilen Al_2O_3 , TiO_2 ve ZrO_2 tozları veya $Fe-Al_2O_3$ gibi nano kompozit tozları içeren yeni tip özlü kaynak telleri (Flux Cored Wires /FCW) geliştirmektir. Bu oksitler, yüksek tokluk ile metalürjik olarak ince taneli mikroyapı üreterek kaynak metal dolgusu üzerinde olumlu bir etki sağlayacaktır. Yapılan nanotoz sentezleri ve bunların üretime uygulama çalışmaları sonucu elde edilen ürünler standart mekanik testlere tabi tutulmuştur. Sonuçlar, tokluğun standart özlü kaynak teli ile yapılan kaynaklara göre önemli ölçüde iyileştirdiğini, $-20^{\circ}C$ da yapılan testlerde yaklaşık %30 artış sağladığını göstermiştir.

Anahtar kelimeler: Özlü kaynak teli, nano-kompozit tozlar, yüksek kaynak özellikleri, tokluk.

ABSTRACT

Design of flux cored welding wires with nano particles for higher weld properties

Many structures, such as pipelines or offshore wind farms, are made of materials with high strength and good processing capabilities, and high toughness is of great importance in these structures. Such materials need to be joined to form structures. Low toughness in welded joints of such structures is one of the most important problems affecting stability and reliability. The toughness of the weld seam and the heat-affected zone (HAZ) should be maintained at the level of toughness of the base metal. The extremely high level of properties expected from such structures has encouraged researchers to develop new welding methods and welding materials. As an example, a new and not yet sufficiently tested laser hybrid welding method can be mentioned. However, in the practice of known welding methods, there was a need to develop a new generation of welding consumables to improve weld seam quality. The aim of this study is to develop flux cored welding wires (Flux Cored Wires / FCW) which are produced with nano technology to meet this need and include nano composite powders such as Al_2O_3 , TiO_2 and ZrO_2 powders or $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$. These oxides will produce a metallurgically fine-grained microstructure with high toughness and have a positive effect on the weld metal filler. The products obtained as a result of nanoparticle syntheses were applied to produce flux cored welding wires. Wires produced used for welding and these were subjected to standard mechanical tests. The results showed that toughness significantly improved compared to welds made with standard flux cored wire, resulting in a 30% increase in tests at -20°C .

Key words: Flux cored wire, nano-composite particles, high welding properties, toughness.

1. GİRİŞ

Teknolojik gelişmelerin hızla ilerlediği günümüzde, teknik isteklerin mevcut teknolojilerle karşılanması birçok yapısal uygulamalarda sağlanamamakta veya daha fazla malzeme kullanarak maliyetleri artırmaktadır. Bu durum, özellikle birleştirme teknolojilerinde öne çıkmaktadır. Birleştirilecek parçaların kaynak bölgelerinin mekanik özelliklerinin ana metalin özelliklerine çok yakın ve hatta benzer olması için yoğun çaba gösterilmesi gerekmektedir. Özellikle yüksek tokluk özelliği büyük önem arz etmektedir.

Bu projenin amacı, yüksek performans gerektiren kaynak uygulamaları için içeriğinde metal oksit seramik nano-bileşenler olan yenilikçi özlü kaynak tellerinin üretiminin geliştirilmesi ve araştırmacıları bu yönde çalışmalar yapmaları için özendirmek ve teşvik etmek olmuştur. Bu amaç kapsamında, çelik birleştirme uygulamalarında kaynak bölgesinin içyapısında meydana gelen iri taneli ostenitik yapının küçültülmesi ve aynı zamanda ısıdan etkilenen bölgenin daraltılması için proje çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Bu yapının oluşturulması amacıyla kaynak dolgu malzemesi için nano ölçekli oksit tozlar, örneğin Fe-Al₂O₃ gibi nano kompozit tozlar sentezlenmiştir. Kullanılan oksit tozlarının yüksek ergime sıcaklığına sahip olmaları nedeniyle, kaynak bölgesinin katılaşması sürecinde ince taneli ostenitik yapıyı oluşturması beklenmektedir. Bu durum kaynaklı bölgenin mekanik özelliklerinde önemli iyileştirmeler sağlayacaktır.

Bu yenilikçi kaynak teknolojisinin süreçlerini oluşturan alt süreçlerde önemli yetkinlikleri olan proje ortakları koordineli bir şekilde çalışacak ve karşılıklı görüşmelerle projenin başarılı bir şekilde yürütülmesini sağlayacaktır. Ayrıca, malzemeye özel simülasyon teknikleriyle nano-çökeltmeyle elde edilecek kaynağın geliştirilmesi desteklenecektir.

Özetlemek gerekirse, bu çalışmada, i) Kaynak dikişi çentik darbe tokluğunu 100 J/cm² mertebelerine çıkarılması, ii) Kaynak bölgesine uygulanacak ısı girdisinin azaltılması ve ITAB genişliğinin daraltılarak minimize edilmesi hedeflenmiştir. Bunun sonucunda; nano kompozit dolgulu masif ve özlü kaynak tellerinin üretilmesine yönelik yeni ark teknolojileri de geliştirilebilecektir.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

Boru hatları veya açık deniz yapıları gibi birçok uygulamalarda için kaynaklı çelik bileşenlerinin yüksek mukavemet ve tokluk özellikleri önem arz etmektedir. Düşük mekanik özellikler, özellikle kaynak bağlantılarının tokluğunu etkilemekte, tüm yapının stabilitesini ve güvenilirliğini etkilemektedir. Kaynak yapılan yapıların güvenilir bir şekilde kullanılması için, kaynak bağlantısının sağlamlığının ana malzeme seviyesinde tutulması gerekir. Bazı geleneksel ark kaynağı işlemleri ve dolgu malzemeleri ile bu tür yüksek gereksinimleri karşılamak zordur. Bu nedenle, bu tür kaynak yöntemlerini kullanarak kaynak bağlantılarının kalitesini artırmak için yeni dolgu malzemelerinin geliştirilmesi gerekmektedir.

Son yıllarda, kaynak metallerinin tokluğunun iyileştirilmesi ile ilgili birçok kapsamlı çalışma yapılmaktadır. Kaynakların darbe dayanıklılığının özellikle oluşturulan mikro yapıya bağlı olduğu bilinmektedir. Metalografik araştırmalar, tane sınırındaki allotriomorfik ferrit, poligal on ferrit, Widmanstätten ferrit ve asiküler ferrit gibi birçok ferrit yapısının kaynak metallerinde tanımlanabileceğini göstermiştir. Mekanik özelliklerin, özellikle çarpma tokluğunun en iyi kombinasyonunun, lentiküler plakalar ve yüksek açılı sınırların yoğunluğundaki ince kenetlenme mikro yapısının bir sonucu olarak, intragranüler asiküler ferritin oluşumu yoluyla kaynaklarda elde edilebildiği ortaya çıkmıştır. Metalik olmayan inklüzyonlar üzerindeki asiküler ferritin intragranüler çekirdekleşmesi, östenit-ferrit dönüşümü sırasında gerçekleşir. Plakaların en boy oranı, herhangi bir rasgele kesit alanında 0.1-0.2'dir. Östenit taneleri içindeki var olan asiküler ferrit plakaların kaotik düzenlenmesi, çatlakların başlatılmasını ve yayılmasını ve Widmanstätten ferrit ve martensit-östenit bileşenlerinin oluşumunu engellemektedir. Asiküler ferrit oluşumu, östenit tane boyutu, soğuma hızı ve metalik olmayan inklüzyonların varlığından ve dağılımından etkilenmektedir. Kaynak metallerindeki çeşitli inklüzyonlar potansiyel intergranüler çekirdekleşme kaynakları olduğu incelenmiş ve bu inklüzyonların kimyasal bileşimine, morfolojilerine ve dağılımlarına önemli ölçüde bağlı olduğu görülmüştür [1-7].

Birçok araştırma çalışması [8-11], geleneksel kaplı elektrotların mekanik özelliklerinin ve mikro yapısının iyileştirilmesi amaçlanmış ve kaplama malzemesine oksit nano partikülleri ekleyerek bu özelliklerin geliştirilebileceğini göstermişlerdir. ZrO₂, TiO₂ ve Ti bazlı metalik olmayan nanoparçacıkların eklenmesi, kaynak yöntemlerinde asiküler ferritin çekirdekleşmesini arttırdığı ve bu ince dağılmış nanopartiküllerin pinning etkisi nedeniyle tane incelmeye ve bunun sonucu yüksek mekanik özelliklere ve korozyon performansının artmasına neden olmaktadır. Bununla beraber metalik olmayan nano taneciklerin ark kaynağı için özlü kaynak dolgu tellere uygulaması ile ilgili literatürde yeterli çalışmanın olmadığı görülmüştür. Bu nedenle, bu araştırmanın amacı da farklı metalik olmayan Al₂O₃, TiO₂ ve ZrO₂ nano tozları

veya Fe-Al₂O₃ gibi nano kompozit tozları içeren yeni tip özlü kaynak telleri (Flux Cored Wires /FCW) geliştirmek bunların kaynaklı yapının mikroyapısı ve mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini belirlemektir. ZrO₂-nanopartiküllü bu teller MAG kaynak işlemi ile incelenmiştir. Daha sonra kaynaklı örnekler metalografik incelemeler ve mekanik özelliklerin testleri ile incelenmiştir.

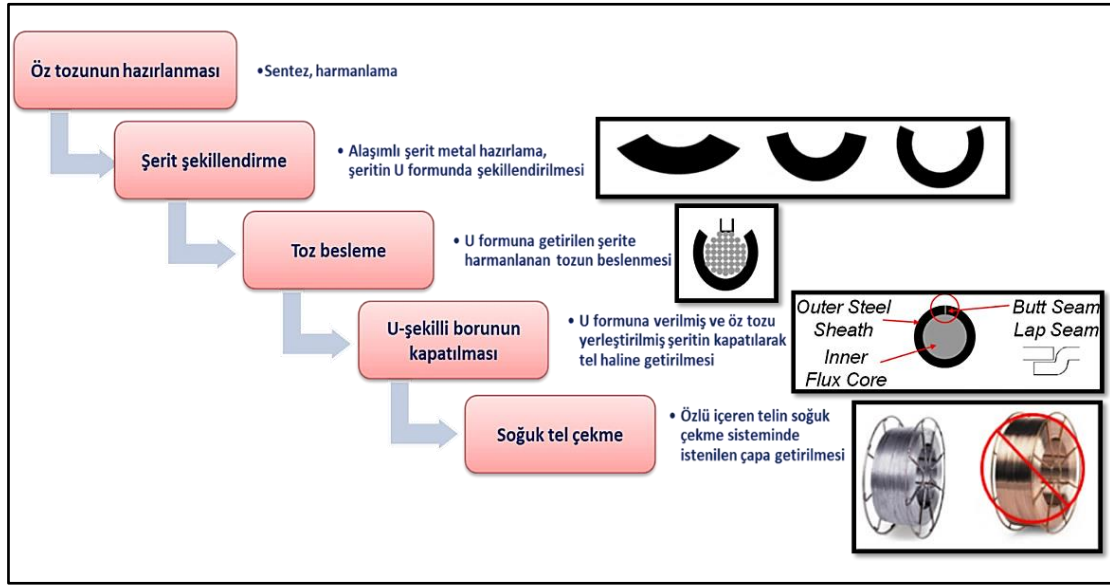
Metal sanayinde yüksek mukavemet ve darbe direncine sahip nano-çökelmiş üç fazlı çelikler üretilmektedir ve nano modifiye malzemelerin uygulama alanları geniştir. Ancak, birleştirme işleminden sonra çelik malzeme özellikleri yüksek performans gerektiren uygulamalarda tam olarak beklentileri karşılamamaktadır. Nano takviyeli malzemeler ile birleştirme işlemlerinde mühendisler zorluklarla karşı karşıya kalmaktadır. Örneğin; ergime sıcaklığının üstüne çıkıldığında, kaynak banyosu bölgesinde ısı yayılımı çözünmeye veya nano partiküllerin ortamdaki uzaklaşmasına neden olmaktadır. Nano alaşımın olumlu etkisi, metalürjik reaksiyonlar ile önemli ölçüde azalabilmektedir. Nano parçacıklar ITAB (Isının Tesiri Altındaki Bölge) özelliklerini etkileyen mikro değişiklikleri ortaya çıkarabilirler [12-21]. Malzeme tasarımlarında optimize edilmiş uygun kaynak ürünlerinin kullanılması önemlidir. Kaynak ürünlerinin hafif olması ve yüksek mekanik özelliklere sahip olması istenilmektedir.

Bu nedenle, bu araştırmanın amacı da farklı metalik olmayan Al₂O₃, TiO₂ ve ZrO₂ nano tozları veya Fe-Al₂O₃ gibi nano kompozit tozları içeren yeni tip özlü kaynak telleri (Flux Cored Wires /FCW) geliştirmek ve bunların oluşturduğu kaynaklı malzemenin mikroyapı ve mekanik özellikler üzerindeki etkilerin incelenmesi olmuştur. Kaynak malzemeleri için nano teknoloji uygulanması ile örneğin geleneksel ürünlerin yetersiz kaldığı durumlarda özel olarak üretilecek bu özlü kaynak teli ile yeterli malzeme özellikleri sağlanabilecektir. Böylece kaynaklı hafif yapıların oluşturulması ile önemli ölçüde teknolojik ve ekonomik avantaj sağlanacaktır.

2.1. Özlü Kaynak Teli Üretimi

Özlü kaynak telleri iki farklı yol ile üretilmektedir. Birinci özlü tel üretim yönteminde; özü oluşturan mineraller ve metal tozları önceden homojen olarak karıştırılarak hazırlanır. Öncelikle belirli bir kalınlığa sahip sac metal parçası (10 mm), merdanelerden geçirilmek suretiyle, U formuna gelene kadar şekillendirilir. Bunu takiben önceden hazırlanan öz toz karışımı bir besleyici vasıtası ile U formuna gelen sac içerisine eşit olacak şekilde doldurulur. Doldurulma işleminin ardından U form kapatılmak üzere bir kez daha merdanelerden geçirilerek tel haline getirilir. Son olarak, teli istenilen çapa getirmek için tel çekme işlemine tabi tutulur, Şekil 1. Bu inceltirme işlemi ile tozun içerisinde boşluksuz ve sıkı bir şekilde kalması sağlanmış olur. 0.8 mm ile 4 mm arasında üretilmelerine karşın, özlü teller genellikle 2.4 mm'ye kadar kullanılırlar. Bu kalınlıkların üzerinde ise tozaltı ark kaynağı için tercih edilirler.

İkinci özlü tel üretim yönteminde ise, içi boş halde bulunan bir boru haline getirilmiş tel yardımıyla, öz maddelerinin, tel içerisine doldurulmasıyla yapılmaktadır. Bu noktada, tozun homojen ve boşluksuz dolabilmesi önemlidir. Bu durumu sağlamak için toz doldurulurken hem sarsıntı yardımıyla hem de sürekli döndürülmek suretiyle, içerisinde boşluk kalmadan üretimin düzgün bir şekilde gerçekleştirilmesi sağlanır. Bu yöntemin en büyük avantajı, ağzı kapalı halde bulunan borunun içerisine özün doldurulması sayesinde içerisinde hidrojen barındırmamasıdır. Yukarıda anlatılan birinci yöntem nazaran ikinci yöntemin verimi daha düşüktür [22-25].



Şekil 1. Nanotoz/Nanokompozit takviyeli özlü kaynak teli üretimi [25].

Genellikle kaynak işlemlerinde, GMAW, TIG ve kullanımı giderek artan lazer ışını kaynağı yöntemleri uygulanmaktadır. Düşük tokluk problemini azaltmak için, GMAW-Lazer-Hibrit yöntemi kullanılmaya başlanmıştır [26-29]. Fakat bu yöntemin çok pahalı, yeteri kadar araştırılmamış, birçok uygulama için sertifikalandırılmamış ve sadece fabrika ortamında uygulanabilir olması en önemli dezavantajlarını oluşturmaktadır.

2.2. Nano Tozların Sentezi

Bu güne kadar, nano boyutlu metal oksit toz üretimi için kimyasal çöktürme [30], sol-jel [31], sprey piroliz [32] ve çözelti yakma [33] gibi birçok yöntem geliştirilmiştir. Bu yöntemler arasında, oksit malzemeleri sentezlemek için kullanılan çözelti yakma (Solution Combustion) yöntemi, diğer teknikler ile karşılaştırıldığında yeni bir yöntemdir. Günümüzde çözelti yakma yöntemi, çeşitli uygulama alanlarında oksit malzemeleri hazırlamak için kullanılmaktadır. Bu çalışmada, verimin yüksek olması nedeniyle nano boyutlu metal oksit sentezi için çözelti yakma yöntemi kullanılmıştır. Çözelti yakma yöntemine ait proses akış şeması Şekil 2'de gösterilmiştir.

Başlangıç maddesinin hazırlanmasında ilk koşul, bileşenlerin homojen olarak karıştırılması ve oluşacak redox reaksiyonlarının kontrol altına alınmasıdır.

Çözelti yakma metodu genel olarak iki basamaktan oluşmaktadır. Bu basamaklar sırası ile kaynağın oluşması ve kendiliğinden tutuşma olarak adlandırılır. Kaynağın oluşmasında (viskoz sıvı veya jel) en önemli koşul, başlangıç bileşenlerinin homojen bir şekilde karıştırılmasını sağlamaktır, yakıt ve oksitleyici arasında kendiliğinden gerçekleşen redox reaksiyonlarını önlemektir. Kendiliğinden tutuşma olarak adlandırılan basamakta ise, yanma sırasında çok yüksek ekzotermik reaksiyon, alev veya ateş biçiminde ortaya çıkabilmektedir. Bu nedenle, bu proses otomatik ateşleme prosesi olarak da adlandırılmaktadır [34].



Şekil 2. Çözelti yakma yöntemi akış şeması [34].

Nanopartikül sentezlenmesinde diğer kimyasal prosesler arasında, kendinden etkili çözelti yakma sentezi basit ve zamandan tasarruf sağlayan bir prosestir. Genellikle bu yöntemde; üre, glisin, sitrik asit, askorbik asit, sukroz gibi maddeler kullanılacak yakıtlara örnek olarak verilebilir. Çözelti yakma metodu ile yüksek saflıkta, kimyasal homojenite ve kontrollü parçacık boyutuna sahip tozlar üretilebilmektedir. Yakma metodu kolay ve ucuz proses yöntemi olarak tanımlanır. Diğer ıslak metotlarla karşılaştırıldığında önemli oranda zaman ve enerji tasarrufu sağlamaktadır. Birden fazla basamak gerektirmeyen bu basit proses, itici gazlar ve patlayıcılar alanında kullanılmaktadır. Buna ek olarak, istenilen tuzlar ve uygun yakıtlar ile beraber ekzotermik ve kendiliğinden gerçekleşen reaksiyonlar içermektedir. Ortaya çıkan ürün genellikle kuru, kristalin, yüksek kimyasal homojenliğe ve saflığa sahip ve son derece kabarık köpük halinde aglomere olmuş bir üründür [35, 36].

Bu çalışmada kullanılacak olan demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozit malzemeyi sentezlemek için çözelti yakma metodu kullanılmıştır. Yapılan literatür araştırmasına göre demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozit malzemeler daha önce çözelti yakma metodu ile çeşitli yakıtlar kullanılarak sentezlenmiştir. Çözelti yakma yöntemiyle demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozit sentezi ile ilgili yapılan çeşitli çalışmalar ve bu çalışmalara ait deney koşulları ve karakterizasyon sonuçları Tablo 1'de özetlenmiştir.

Zhang vd. (2012) [37], Fe_2O_3/Al_2O_3 nanokompozitleri sentezlemek için oksitleyici olarak stokiyometrik miktarda $Fe(NO_3)_3$ ve $Al(NO_3)_3$, yakıt olarak üre kullanmıştır. Bu çalışmada ilk olarak, oksitleyici ve yakıt içeren karışım $60\text{ }^\circ\text{C}$ 'de manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Daha sonra, viskoz sol $110\text{ }^\circ\text{C}$ 'de kurutulup $600\text{ }^\circ\text{C}$ 'de kül fırınında ön ısıtmaya bırakılmıştır. Son olarak, $950\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 2 saat boyunca kalsine edilmiştir. Sentezlenen örnekler FT-IR, TGA-DTA, BET, XRD, SEM ve TEM ile karakterize edilmiştir. Sentezlenen Fe_2O_3/Al_2O_3 nanokompozitlerin ortalama por boyutu ve yüzey alanı 64.76 nm ve $4.01\text{ m}^2/\text{g}$ olarak bulunmuştur.

Kakooei vd. (2012) [38], $Fe-Al_2O_3$ sentezleyebilmek için stokiyometrik miktarda $Fe(NO_3)_3$ ve $Al(NO_3)_3$ ile yakıt olarak sükröz kullanmıştır. Hazırlanan karışımı fazla suyunun uzaklaşması için ısıtmış ve daha sonra, alfa fazında Al_2O_3 elde etmek için ayrı ayrı 900 ve $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 'de ısıtım işlemine tabi tutmuştur. Sentezlenen örnekler XRD, DTA, SEM ve EDS ile karakterize edilmiştir. Bu çalışma sonucunda $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 'de karakterize edildiğinde oluşan alfa fazında Al_2O_3 'ün kristalin boyutu yaklaşık olarak 38.94 nm olarak hesaplanmıştır. Çözelti yakma metodu ile demir bağlı alüminyum oksit sentezlenmesi için yakıt olarak kullanılan sükrözün iyi bir dağılım ajanı ve karbon kaynağı olduğu sonucuna varılmıştır.

Wang vd. (2011) [39], sol-jel tekniği ve çözelti yakma metodunu birleştirerek, stokiyometrik miktarda $Fe(NO_3)_3$, $Al(NO_3)_3$ ve üre kullanarak Fe_2O_3/Al_2O_3 sentezlemişlerdir. Sentezlenen örnekler FT-IR, TGA-DTA, XRD ve BET ile karakterize edilmiştir. Bu çalışmanın sonucunda kalsinasyon basamağının alfa fazında Fe_2O_3 ve Al_2O_3 sentezlenebilmesi için önemli olduğu sonucuna varılmıştır.

Yapılan literatür taramasına göre, demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozitleri çözelti yakma metodu ile sentezlenirken glisin yakıtının daha önce hiç kullanılmadığı görülmüştür. Bu çalışmada demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozit sentezlenirken yakıt olarak üre ve sükröze ek olarak glisin yakıtı da kullanılmış ve elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır.

Tablo 2. Çözelti yakma yöntemiyle demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozit sentezi ile ilgili literatürde yer alan bazı çalışmalar.

Kaynak	Başlangıç Malzemesi		Yakma Reaksiyonu Parametreleri			Kalsinasyon Sıcaklığı (°C)	Karakterizasyon çalışmaları	
	Oksitleyici	Yakıt	Isıtma Sistemi	Sıcaklık (°C)	Zaman (dak)		XRD Analizi	Ortalama Boyut (nm)
Zhang vd. (2012) [37]	Al(NO ₃) ₃ ve Fe(NO ₃) ₃	Üre	Sıcak Plaka + Kül fırını	60 + 110	-	600	α-Al ₂ O ₃ α-Fe ₂ O ₃	100
Kakooei vd. (2012) [38]	Al(NO ₃) ₃ ve Fe(NO ₃) ₃	Sükroz	Fırın	350 – 450	-	900	Fe-(γ-Al ₂ O ₃) Fe-(α-Al ₂ O ₃)	38.94 ^(a)
						1100		
Wang vd. (2011) [39]	Al(NO ₃) ₃ ve Fe(NO ₃) ₃	Üre	Sıcak plaka + Kül fırını	75 + 600	- + 15	950	α-Al ₂ O ₃ α-Fe ₂ O ₃	-

^(a) Bu sonuç XRD analiz sonucundan elde edilmiştir.

3. GEREÇ VE YÖNTEM

Projenin amacı, içeriğinde seramik nano-bileşenler olan yenilikçi özlü kaynak tellerin geliştirilmesini sağlamaktır. Bu tellerin temelini termokimyasal işlemler ile sentezlenmiş nm boyutunda homojen dağıtılmış Al_2O_3 , ZiO_2 , TiO_2 tozlar veya $Fe-Al_2O_3$ ve $Fe-ZiO_2$ kompozit tozları oluşturmaktadır. Demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozitleri sentezlemek için çözelti yakma yöntemi uygulanmıştır. Isıl işlemle nem ve uçucular bünyeden uzaklaştırmış ve geriye Fe ve Al oksit tanecikleri kalmıştır. Kompozit nanotozlar için elde edilen tozdaki demir oksit atmosfer kontrollü bir fırında indirgenerek saf demire dönüştürülmüştür. Alümina uygulanacak indirgeme süreç şartlarından etkilenmediği için Fe tozunun içinde homojen olarak dağılmış olacaktır. Yüksek ergime sıcaklığına sahip olan oksitler kaynak metalin katılma sürecinde mikro yapısında ince taneli ostenit oluşturarak yüksek mekanik özelliklere sahip olmasını sağlayacaktır. Düşük ısı GMAW-birleştirme yöntemleri (Soğuk Metal Transferi veya Soğuk Ark), kaynağı vasıtasıyla yapılan işlemlerde sıcak veya soğuk kaynak dolgu teli malzemesinin içyapısal dönüşümüne etki edecektir. Entegre süreç kontrolü ve kaynak hızı oranının optimizasyonu farklı soğuma oranları oluşturarak metalürjik reaksiyonları etkileyecektir.

Proje önerisi kapsamında, Rus ortak SPbSPU kompozit toz malzemenin sentezlenmesi, karakterizasyonu ve hazırlanmış kompozit toz malzemenin sıcak ekstrüzyon yöntemi ile masif kompozit kaynak elektrotlar halinde üretilmesinden sorumlu olacak idi. Bunu takiben Gedik Kaynak A.Ş.'nin sorumluluğu ise; deneysel çalışmalar için farklı kompozisyon ve üretim şartlarında kompakt kompozit malzemeler ve kaynak telleri hazırlamak idi. Üretilen kaynak elektrot telleri; kaynak deneyleri için BTU'ya ve Gedik üniversitesine gönderilecek idi.

Nano teknoloji esaslarına göre geliştirilen alaşım sistemlerine sistematik olarak kaynak testleri ve bunu takiben mekanik-teknolojik kaynak yapılabirlik, dikiş ve ITAB özellikleri, temel olarak gerilme mukavemeti ve çentik darbe tokluğu özellikleri ölçülerek değerlendirilmeleri yapılmıştır. Özellikle dikiş, ITAB ve ısııl işlemin malzeme özelliklerine olan etkileri metalografi ve taramalı elektron mikroskobu (SEM, XRF, EDS) ile birlikte mikro/nano yapısal değişim ve dönüşümler incelenmiştir [40-44].

Bu projede sırasıyla;

- kaynak dikişi çentik darbe tokluğunu $100 J/cm^2$ mertebelerine çıkarılması,
- kaynak bölgesine uygulanacak ısı girişinin azaltılması,
- Isının Tesiri Altındaki Bölge (ITAB) genişliğinin minimize edilmesi,

için çalışmalar gerçekleştirilmiştir ve bu kapsamda kullanılan gereç ve yöntemler aşağıda verilmiştir.

3.1. Kullanılan Tozlar

SPbSPU tarafından üretim için yeterli nanotoz tedarik edilememiştir. Sadece iki üretim çalışmasına yetecek kadar 50 gram Fe-ZrO₂ gönderilmiştir. BTU için ürettiğimiz özlü kaynak tellerinden göndermemize rağmen, herhangi bir geri dönüş alınamamıştır. Sonuç olarak, projenin tamamı İstanbul Gedik Üniversitesi tarafından tamamlanmıştır. Bu nedenle, İstanbul Gedik Üniversitesinde uygun toz sistemlerinin incelenmesi ve yeni kaynak malzemelerinin üretiminin geliştirilmesi için çalışmalar yapılmıştır. SPbSPU'ya paralel olarak laboratuvar ölçeğinde toz sentezleri gerçekleştirilmiştir.

Bununla birlikte; SPbSPU tarafından gönderilen 50 gram numune ve Gedik Üniversitesinde sentezlenen nano tozlar öz tozu (flux) ile harmanlanmıştır. Özü oluşturan toz kompozisyonundaki demir, alaşım metalleri ve flux tozları ile birlikte farklı oranlarda hazırlanan veya satın alınan nano tozlar özlü tel üretimi için kullanılmıştır. Özlü tel üretimi için Gedik Kaynak A.Ş.'de bulunan mevcut hattan yararlanılmıştır, Şekil 18. Çalışmalardan elde edilen dolgu malzemelerinin ark kaynak uygulamaları da Gedik Üniversitesi imkanları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen tel ile yapılan kaynaklı parçaların özellikleri göz önüne alınarak, kaynak dolgu malzeme üretim teknolojisinin iyileştirilmesi çalışmaları yapılmıştır.

Bu çalışma kapsamında üretilecek olan metal matrisli nano-kompozit için, matris malzemesi olarak mikronize sünger demir (100.25), takviye malzemesi olarak da nano boyuta sahip Al₂O₃,ZrO₂,TiO₂ tercih edilmiştir. Bu seçilen takviye malzemelere, ulaşabilmesi ve ticari olarak satın alınabilmesi kolay olduğu için tercih sebebi olmuştur ve bu malzemeler Sigma-Aldrich'den tedarik edilmiştir. Tablo 2 'de tozların özellikleri verilmiştir.

Tablo 3. Kullanılan tozlar ve özellikleri.

Kullanılan Tozlar	Ortalama Tane Boyutu	Yoğunluk
Al ₂ O ₃	13 nm	3,95 g/mL
TiO ₂	21 nm	4,26 g/mL
ZrO ₂	<100 nm	5,89 g/mL
Sünger Demir, 100.25	100 mikro metre	2,40-2,60 g/cm ³

3.2. Nano Tozların Sentezi

Nano tozların üretimi için literatürde adı geçen yöntemler denenmiş ve bu çalışma için çözelti yakma yönteminin daha verimli olması nedeniyle daha avantajlı olduğuna karar verilmiştir. Çözelti yakma yönteminden Bölüm 2.2.'de kısaca bahsedilmişti. Bu çalışmada farklı metal

oksit nano tozları üretilmiş olmasına rağmen bunlara örnek olarak Al_2O_3 ve $Fe-Al_2O_3$ verilmiştir. Burada, oksitleyici olarak $Al(NO_3)_3$ ve yakıt olarak üre ve glisin farklı oran ve kombinasyonları kullanılarak beş farklı numune hazırlandı. Belirlenen miktarlarda oksitleyici ve yakıt içeren karışımlar, 500 rpm hızında 15 dakika boyunca manyetik karıştırıcı kullanılarak karıştırıldı. Hazırlanan farklı bileşimdeki numuneler sıcak plaka üzerinde kendiliğinden tutuşma sıcaklığına gelene kadar, yaklaşık 400 °C'ye kadar ısıtıldı. Çözeltideki su fazlası uzaklaşana kadar ve köpüksü son ürün oluşana kadar beklendi. Ürün, oda sıcaklığına soğutuldu ve safsızlıklarından uzaklaştırılmak için 3 kez distile su ile yıkandı. Numuneler 100 °C'de etüvde kurutuldu ve kalsinasyon amacı ile 600 °C ve 1000 °C'de kül fırınında 1 saat süre ile kalsine edildi. Sentezlenen örneklerin içerisinde çeşitli safsızlıkların var olduğu görüldüğü için 1000 °C'de kül fırınında 1 saat süre ile kalsine edildi ve safsızlıklardan arındırıldı.

Alüminaya bağlı demir nanokompozit toz sentezi iki aşamada gerçekleştirildi. Birinci aşamada; çözelti yakma (SC): Çözelti yakma metodunda başlangıç malzemeleri olarak, alüminyum nitrat ($Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$), demir nitrat ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$), üre ($CO(NH_2)_2$), glisin ($C_2H_5NO_2$), sükröz ($C_{12}H_{22}O_{11}$) ve distile su kullanılmıştır. Yukarıda belirtilen yöntem kullanılarak $Al(NO_3)_3$ ve $Fe(NO_3)_3$ reaksiyon başlatıcı (oksitleyici ajan) olarak kullanılmıştır. Üre, glisin ve sükröz ise yakıt (indirgeme ajanı) olarak kullanılarak sentezlenmiş ve 1000°C'da kalsine edilmiştir. İkinci aşamada; kalsine edilmiş numuneler 1000 °C'de hidrojen atmosferi altında fırında 1 saat indirgenerek $Fe-Al_2O_3$ nano kompozit toz elde edilmiştir.

3.3. Toz Harmanlama

Metal matrisli nano-kompozitin, hazırlanması esnasında, kullanılmıştır. Bu karıştırıcının sahip olduğu kompleks hareketler sayesinde farklı bir yol ve üretim yöntemi belirlenmiştir.

Kullanılan Turbula T2F adlı karıştırma cihazı Şekil 3'de gösterilmiştir.



Şekil 3. Turbula T2F karıştırıcının görünümü

Bu karıştırıcının sahip olduğu ve kullandığı inversiyon hareketine bağlı olarak nano tozların aglomerasyondan kurtularak, mikronize sünger demirin sahip olduğu gözeneklere girmek suretiyle bir homojen bir karışım oluşturduğu gözlemlenmiştir. Bu harmanlama cihazı kullanılarak homojen bir karışımın sağlanabilmesi için karıştırma parametrelerini optimize etmek amacıyla bir dizi seri deney yapılmıştır. Toz karışımları Tablo 3’de verildiği miktarlarda belirlenmiştir. Üç karıştırıcı hızı seçilmiştir. Bunlar sırasıyla 23, 34 ve 49 devir/dk ve üç ayrı sürede (1, 2 ve 3 saat) olarak belirlenmiştir.

Tablo 4. Harmanlama için kullanılan tozların miktar ve oranları.

Toplam Toz Ağırlığı (kg)	Mikronize Sünger Demir (g)	ZrO ₂ Ağırlığı (g)	TiO ₂ Ağırlığı (g)	Al ₂ O ₃ Ağırlığı (g)	Oran (%)
1	997	1	1	1	0,3
1	994	2	2	2	0,6
1	991	3	3	3	0,9
1	988	4	4	4	1,2

Bu çalışmanın sonucunda optimize edilen parametreler 49 devir/dk ve 3 saat karıştırma süresi seçilerek üretim için iki ayrı kompozisyon belirlenmiş ve bu belirlenen oranlar için üretimler gerçekleştirilmiştir. Tablo 4’de kullanılan tozlar ve oransal olarak miktarları verilmiştir.

Tablo 5. Üretim için kullanılan tozlar ve oranları.

Kompozisyon	ZrO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	TiO ₂ (%)	Oran (%)
1(*)	0,2	0,2	0,1	0,5
2(*)	0,3	0,3	0,1	0,7

(*)Tablodaki değerler her bir üretim partisinde kullanılan 10 kg öz tozu karışımına göre verilmiştir

3.4. Kaynak Uygulamaları İçin Kullanılan Metal Plaka

Proje amacına uygun olarak, S355Jr düşük karbonlu, çelik tercih edilmiştir. Kaynak işlemleri bu çelik parçalara, kaynak ağzı açılmak suretiyle yapılmıştır. Her iki kaynak pozisyonu için parça boyutlarına uygun olarak çelik malzemeler temin edilmiştir. Tablo 5’de S355JR çeliğinin kimyasal ve mekanik özellikleri verilmiştir.

Tablo 6. S355JR çeliğinin kimyasal ve mekanik özellikleri.

Kaynak Pozisyonu	Ölçü (mm)	Çekme Dayanımı (MPa)	Akma Dayanımı (MPa)	Uzama (%)	C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)
PA	20x150x300	555	409	28	0,170	0,020	1,360	0,014	0,004
PF	15(20)x150x300	531	383	29	0,180	0,030	1,350	0,008	0,005

3.5. Özlü Kaynak Teli Üretimi

Bu çalışmada nano partikül içeren özlü kaynak telleri üretimi Gedik Kaynak A.Ş.'de bulunan üretim hattında gerçekleştirilmiştir, Şekil 4.



Şekil 4. Gedik Kaynak A.Ş. özlü kaynak teli üretim hattından görüntüler.

Bu hatta önce özü oluşturan mineraller ve metal tozları homojen olarak karıştırılarak hazırlanır. Öncelikle belirli bir kalınlığa sahip sac metal parçası (10 mm), merdanelerden geçirilmek suretiyle, U formuna gelene kadar şekillendirilir. Bunu takiben önceden hazırlanan öz toz karışımı bir besleyici vasıtası ile U formuna gelen sac içerisine eşit olacak şekilde doldurulur. Doldurulma işleminin ardından U form kapatılmak üzere bir kez daha merdanelerden geçirilerek tel haline getirilir. Son olarak, teli istenilen çapa getirmek için tel çekme işlemine tabi tutulur, Şekil 1. Bu inceltirme işlemi ile tozun içerisinde boşluksuz ve sıkı bir şekilde kalması

sağlanmış olur. 0.8 mm ile 4 mm arasında üretilmelerine karşın, özlü teller genellikle 2.4 mm'ye kadar kullanılırlar. Bu kalınlıkların üzerinde ise tozaltı ark kaynağı için tercih edilirler.

Yukarıda bahsedilen yöntem çerçevesinde hazırlanan farklı oranlarda nano toz ihtiva eden öz karışım tozu sisteme yüklenerek üretim yapılmıştır.

3.6. Kaynak Uygulamaları

Üretilmiş olan tellerle yapılan kaynak işleminin karakteristiklerini ve kaynak yapılan bölgenin mekanik özelliklerini belirlemek amacıyla kaynak uygulama çalışmaları yapılmıştır. PA (oluk kaynak pozisyonunda ve PF (dikey kaynak pozisyonunda) pozisyonlarda kaynaklar yapılmıştır. İşlem esnasında her paso sonrası yüzey temizlenmiştir. Ayrıca her sıra sonrası parça 180 derece çevrilmek suretiyle kaynak işlemlerine devam edilmiştir. Bu işlemler esnasında koruyucu gaz olarak CO2 kullanılmıştır. Bu işlemler için GKM-420-2W adlı kaynak makinası kullanılmıştır. Şekil 5'de gösterilmiştir. İşlemler süresince kullanılan parametreler Tablo 6'da gösterilmiştir.



Şekil 5 Kullanılan kaynak makinası.

Tablo 7. Kullanılan pozisyonlar ve parametreler.

Kaynak Pozisyonu	Paso Türü	Kullanılan Akım (A)	Kullanılan Gerilim (V)	Koruyucu Gaz
PA	kök	200	27	CO ₂
	dolgu	240	33	CO ₂
PF	kök	190	26	CO ₂
	dolgu	240	33	CO ₂

3.7. Mekanik Testler

3.7.1. Tahribatsız Testler

Radyografik Muayene

Üretilen tellerden yapılan kaynaklar, ilk önce gözle muayene edilmiştir. Bunun ardından kaynak bölgesi içerisinde, gözenek, boşluk, kurtçuk vb. gibi safsızlığı ve mekanik özellikleri etkileyecek herhangi bir oluşumun tespit edilmesi amacıyla kullanılmıştır. Parça içerisindeki yoğunluk farklarından yararlanılarak hatalar tespit edilir. Bir X-Ray tüpü yardımıyla elde edilen radyasyon, muayene edilecek parçaya doğru yönlendirilir. Bu esnada içeride safsızlığı etkileyecek herhangi bir oluşum varsa, bu bölgeler veya yapılar, parçaya nazaran daha düşük bir yoğunluğa sahip olduğundan, film üzerinde farklı renkte gözükür. Bu sayede herhangi bir süreksizlik var ise tespit edilir. Bu testler, 'GE ERESKO 52MF4L' ticari adlı x-ray cihazı kullanılarak yapılmıştır. Şekil 6'de gösterilmiştir.



Şekil 6. Radyografik muayene esnasında kullanılan X-Ray cihazı

X-Işını Spektrometresi

Malzemelerin içeriğinde bulunan elementleri belirlemek için kullanılır. Bu yöntemde bir X-ray ışını kullanılarak, içeriği belirlenecek olan numuneye yönlendirilir. Gönderilen ışın ile hareket haline geçen element, kendi dalga boyunda bir karşılık verir. Bu gelen yeni dalga boyu yakalanarak, içeriğindeki elementler belirlenmiş olur. Burada önemli bir nokta her elementin kendine ait bir dalga boyuna sahip olmasıdır. Bu sayede yanlış belirleme olasılığı neredeyse imkansızdır. Bu yöntem ile referans ve üretilen nano-kompozit katkılı kaynakların kimyasal bileşimini belirlemek için kullanılmıştır. Bu testler, 'ZSX-PRİMUS II' adlı cihaz kullanılarak yapılmıştır, Şekil 7.



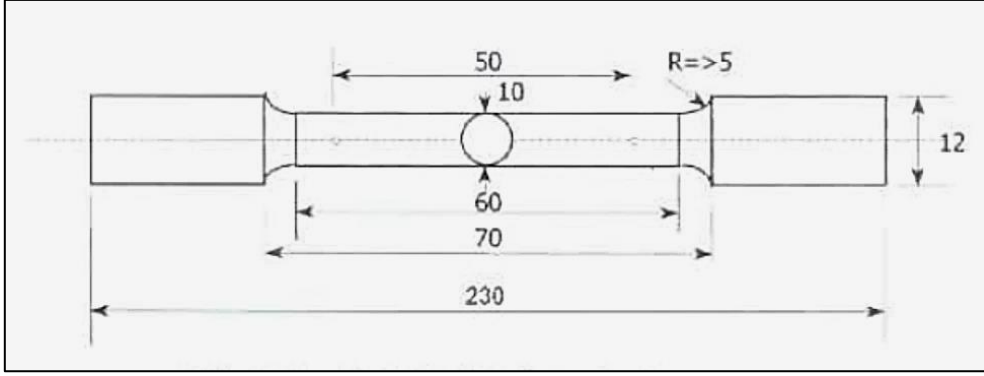
Şekil 7. Kullanılan X-RF cihazı

3.7.2. Tahribatlı Testler

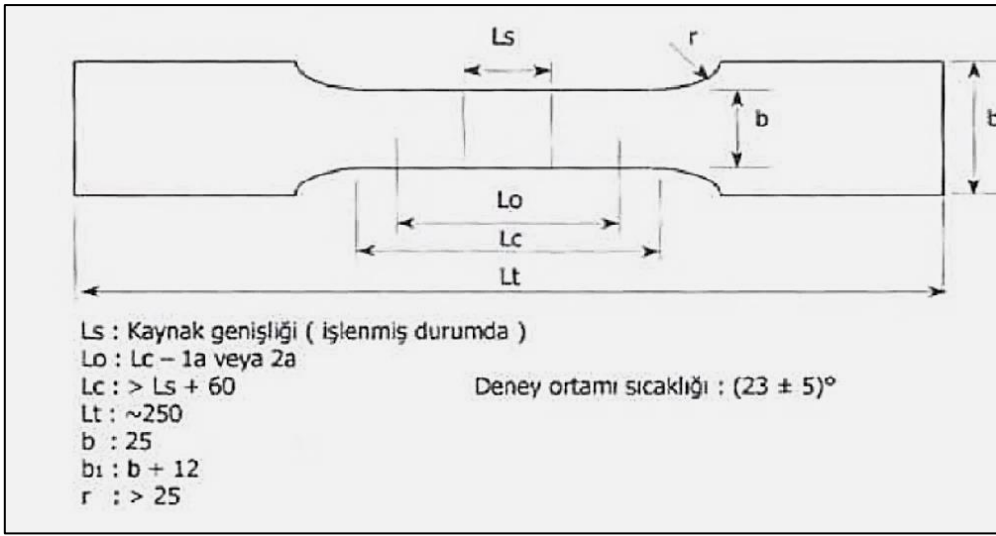
Üretilen tellerin, yapılan kaynaklarda özün içerisine katılmış olan nano-tozun mekanik özelliklere etkisinin belirlenmesi amacıyla, tahribatlı testler yapılmıştır.

Çekme Testleri

Yapılmış kaynaklardan, elde edilmiş çekme çubuklarından, nanotozun katkılı kaynakların akma ve çekme mukavemet değerlerini saptamak için yapılmıştır. PA pozisyonu için, çıkarılan çekme çubuklarının boyutları TS EN ISO5178:2011 de belirtildiği üzere çıkartılmıştır, Şekil 8. PF pozisyonu için, çubuk boyutları Şekil 9'da gösterilmiştir. Bütün bu işlemler TS EN ISO 5178:2011'e uygun olarak yapılmıştır. Her bir kaynak numunesinden 1 adet çekme numunesi elde edilmiştir. Çekme işlemi esnasında 25m/sn lik bir hızla numuneler teste tabii tutulmuştur. Bu çalışmada, Zwick Roell Z800 adlı ekipman kullanılmıştır.



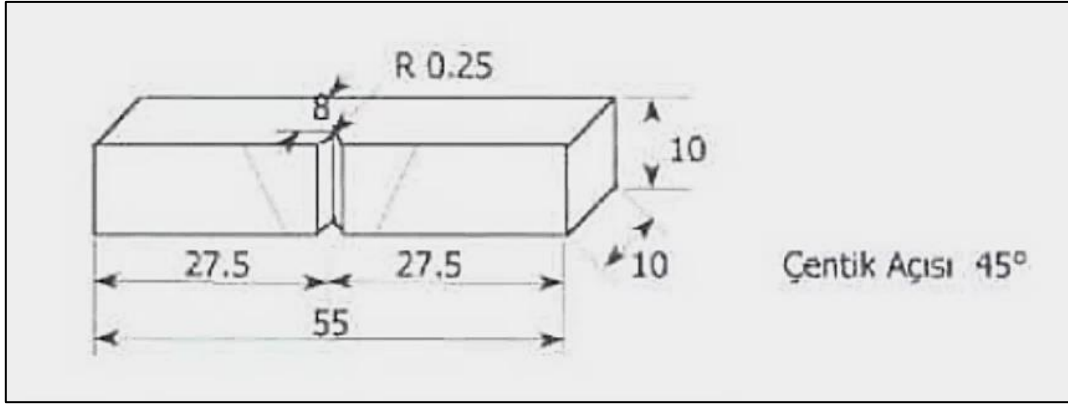
Şekil 8. PA pozisyonu için kullanılan çekme test numunesinin boyutları.



Şekil 9. PF pozisyonu için kullanılan çekme test numunesinin boyutları.

Çentik Darbe Testleri

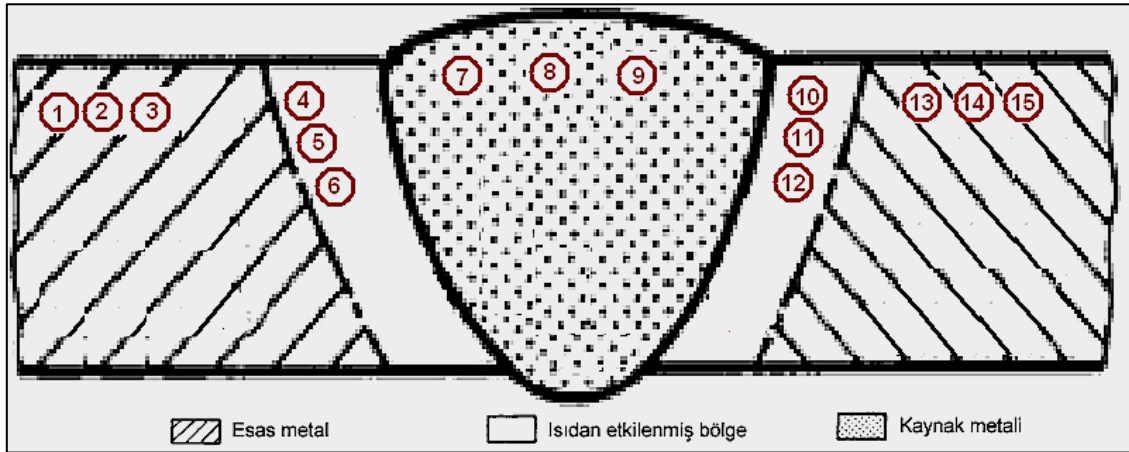
Bu test yöntemi malzemelerin dinamik zorlamalar altındaki, özelliklerini incelemek amacıyla yapılır. Bu sayede malzemeye ait olan, tokluk değerini ve darbe geçiş sıcaklığı belirlenmiş olur. Nano-kompozit özlü kaynakların tokluk değerlerinin belirlenmesi amacıyla yapılmıştır. Charpy-V yöntemine uygun olarak TS EN ISO 6892-1 standardında yapılmıştır. Test numunesi TS EN ISO 9016:2011'ya göre çıkarılmıştır, Şekil 10. PA pozisyonunda yapılan işlemlerden 8 adet çentik numunesi çıkarılmıştır. PF pozisyonu için ise 12 adet çentik numunesi elde edilmiştir, Şekil 10. Testler esnasında -20 ve -30°C sıcaklıklar kullanılmıştır. Test parçalarını, bu sıcaklıklara soğutmak amacıyla, dondurulmuş karbondioksit ve aseton kullanılmıştır. Bu sıcaklıkların parçaya homojen bir biçimde geçmesi için yaklaşık 20 dakika boyunca belirtilen sıcaklıklarda bekletilmiştir. Testler Gedik Kaynak A.Ş'de bulunan ZWICK ROELL RKP300 ekipmanı kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 10. Standartlara göre elde edilmiş çentik numunesinin boyutları.

Sertlik Ölçümleri

Kaynaklı numunelerin sertlik değerlerinin ölçülmesi için Vickers(HV) yöntemi uygulanmıştır. Sertlik ölçümleri 'Digirock-RBOV' adlı cihazda TS EN ISO 6507-2' ye göre yapılmıştır. Bu yöntemde 136 dereceye sahip bir elmas uç kullanılmıştır. İşlem esnasında 10kg/f luk bir ön yük uygulanmıştır. Bu işlemin ardından ise 30kg/f luk yük uygulanarak, 2mm derinliğe kadar bu işlemler gerçekleştirilmiştir. PA pozisyonunda yapılan işlemler doğrudan kaynak metalinin mekanik özelliklerini belirlemek için yapıldığından, kaynak bölgesinden 3 adet sertlik değerleri ölçülmüştür. PF pozisyonunda ise hem ITAB, kaynak ve ana malzemenin her bir bölgesinden 3'er adet olmak üzere 15 adet sertlik değerleri tespit ölçülmüştür, Şekil 11.



Şekil 11. PF pozisyonu için yapılan sertlik ölçümlerinin alındığı noktalar.

3.8. Karakterizasyon Çalışmaları

3.8.1. Metalografik Analizler

Makro Analiz

Elde edilen numuneler, sırasıyla 120-180-240-320-400-600-800-1000 zımparalardan geçirilmiştir. Bu esnada parçaların yüzeyinde zımpara izi kalmaması için ilk zımparalama yönüne ters, 90 derece çevrilmek suretiyle zımpara izinin kalmaması için zımparalanmıştır. Kaynak ve ITAB görülmesi için Nital 10 (Nitrik asit %10 ve %90 alkol) kullanılmak suretiyle ile dağlanarak, istenen bölgeler açığa çıkarılmıştır.

İç Yapı Analizleri

Elde edilen parçalardan, nano-tozun, kaynak içyapısındaki etkisinin incelenmesi amacıyla yapılmıştır. Elde edilen numuneler, sırasıyla 120-180-240-320-400-600-800-1000 zımparalardan geçirilmiştir. Bu esnada parçaların yüzeyinde zımpara izi kalmaması için ilk zımparalama yönüne ters, 90 derece çevrilmek suretiyle zımpara izinin kalmaması için zımparalanmıştır. Bu işlemin ardından, parlatma diskinde sırasıyla 6-3-1 mikron olacak şekilde elmas emdirilmiş parlatma çözeltisi kullanılmıştır. Bu işlemlerde, parlatma işlemi her numune için en az 4 dk olacak şekilde yapılmıştır. Ardından her numune, alkol ile temizlenmiş ve su ile durulanmıştır. Mikroskop altında inceleme yapabilmek amacıyla Nital 3 (%3 nitrik asit- %97etil alkol) çözeltisi kullanılmıştır. Yapılan bütün bu işlemlerin ardından alkolün uçucu etkisinden nedeniyle, bu karışım her çalışmada taze olarak hazırlanarak kullanılmıştır. Her bir numune için 8 ila 10 sn arasında çözeltiliye maruz bırakılmıştır. Ardından ise, su ile yıkanıp, alkol ile durulandıktan sonra kurutulmuştur.

Bütün bu işlemlerin ardından, her bir kaynak numunesi için malzemenin farklı bölgelerinden alınan örneklerin mikroyapıları incelenmiştir, Mikroyapı analizleri BAB-METD optik mikroskobu kullanılarak yapılmıştır.

3.8.2. SEM-EDS Analizleri

İlk olarak elde edilen nano toz karışımının homojenliğini ve yapı içinde bulunan tozların içeriğini belirlemek için SEM-EDS analizleri yapılmıştır. Nano-kompozitin oluşma mekanizmasını incelemek amacıyla, yüksek büyütmeleme çıkılması istendiğinden bu numuneler Au ile kaplanmıştır. Bu işlemlerin ardından 3 nokta EDS analizleri yapılmıştır. En son karışımların homojenliğini anlamak amacıyla haritalama analizleri de yapılmıştır. Ayrıca nano toz katkılı üretimler içinde EDS analizleri yapılmıştır gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmalarda 'FEI-Sirion XL-30 ve Philips EDS' adlı cihazlar kullanılmıştır, Şekil 12.



Şekil 12. SEM-EDS cihazları.

4. BULGULAR

Proje zaman planlamasına göre yapılan çalışmalar aşağıda sıralanmıştır.

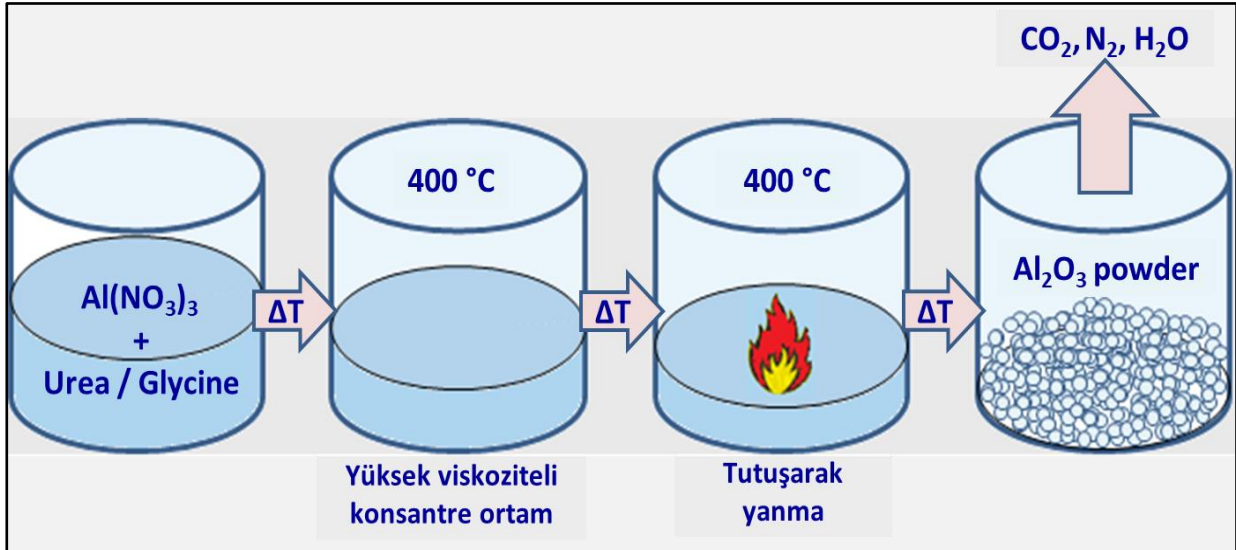
1. Nano tozların sentezi ve sentezlenen nano tozların karakterizasyonu,
2. Öz tozunun harmanlanması,
3. Özlü tel ile kaynak uygulamaları, mekanik testleri ve metalografik incelemeleri.

4.1. Nano Tozların Sentezi

Nanotozların sentezlenmesinde değişik yöntemler denenmiş ve en uygun metot olarak seçilen çözelti yakma metodu ile Al_2O_3 , ZrO_2 , TiO_2 , $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$ nanotozlar sentezlenmiştir. Al_2O_3 ve $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$ nanotozlar ve $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$ nano kompozit tozlarla ilgili yapılan çalışmalar aşağıda özetlenmiştir.

4.1.1. Nano Al_2O_3 Toz Üretimi

Bu çalışmada, oksitleyici olarak $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ve yakıt olarak üre ve glisin farklı oran ve kombinasyonları kullanılarak beş farklı numune hazırlanmıştır, Şekil 13. Belirlenen miktarlarda oksitleyici ve yakıt içeren karışımlar, 500 rpm hızında 15 dakika boyunca manyetik karıştırıcı kullanılarak karıştırılmıştır. Numuneler sırası ile; SC-A-U1, SC-A-U2, SC-A-G1 ve SC-A-G2 olarak adlandırılmıştır, Tablo 7. Hazırlanan farklı bileşimdeki numuneler sıcak plaka üzerinde kendiliğinden tutuşma sıcaklığına gelene kadar, yaklaşık $400\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar ısıtılmıştır. Çözeltideki su fazlası uzaklaşana kadar ve köpüksü son ürün oluşana kadar beklenilmiştir.

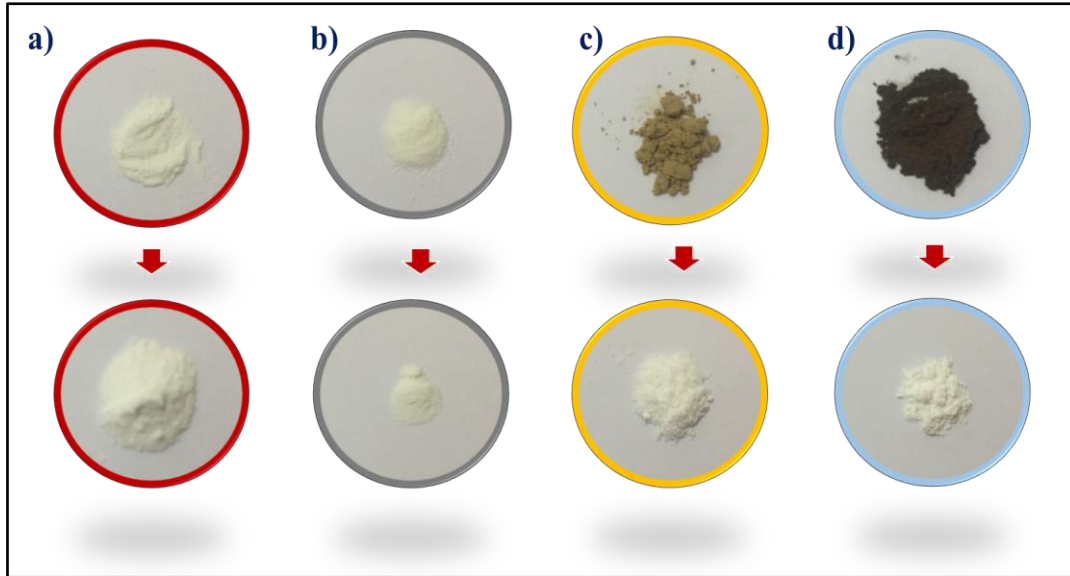


Şekil 13. Çözelti yakma prosesi: Nano Al_2O_3 toz üretimi.

Tablo 8. Üretimde kullanılan farklı kombinasyonlardaki oksitleyici/yakıt oranları.

Örnek isimleri	Oksitleyici	Yakıt tipi		Stokiyometrik yakıt oranı (%)
	Al(NO ₃) ₃ çözeltisi (mL)	Üre çözeltisi (mL)	Glisin çözeltisi (mL)	
SC-A-U1	11	1.5	-	50
SC-A-U2	11	3	-	100
SC-A-G1	11	-	4.5	50
SC-A-G2	11	-	9	100

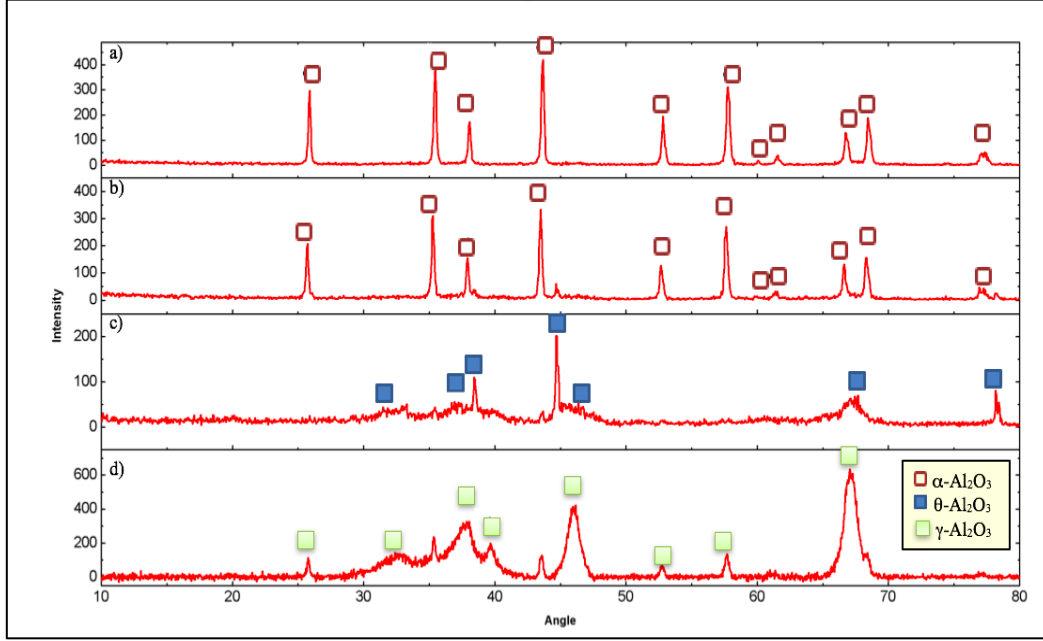
Çözelti yakma prosesinden elde edilen her bir köpüksü ürün, oda sıcaklığına soğutulduktan sonra safsızlıklarından uzaklaştırılmak için 3 kez distile su ile yıkanmıştır. Distile su ile yıkanan numuneler 100 °C'de etüvde kurutulmuştur. Kurutulan numuneler kalsinasyon amacı ile 600 °C ve 1000 °C'de kül fırınında 1 saat süre ile kalsine edilmiştir. Şekil 14'de sunulan görsellere göre, kalsine edilmeden sentezlenen örneklerin içerisinde çeşitli safsızlıkların var olduğu ve 600 °C'de gerçekleştirilen kalsinasyon işleminin safsızlıkların giderilmesinde yeterli olmadığı sonucuna varılmıştır.



Şekil 14 Kalsinasyon öncesi ve 1000°C'de kalsinasyon sonrası sentezlenen örnekler:
a) SC-A-U1, b) SC-A-U2, c) SC-A-G1, d) SC-A-G2.

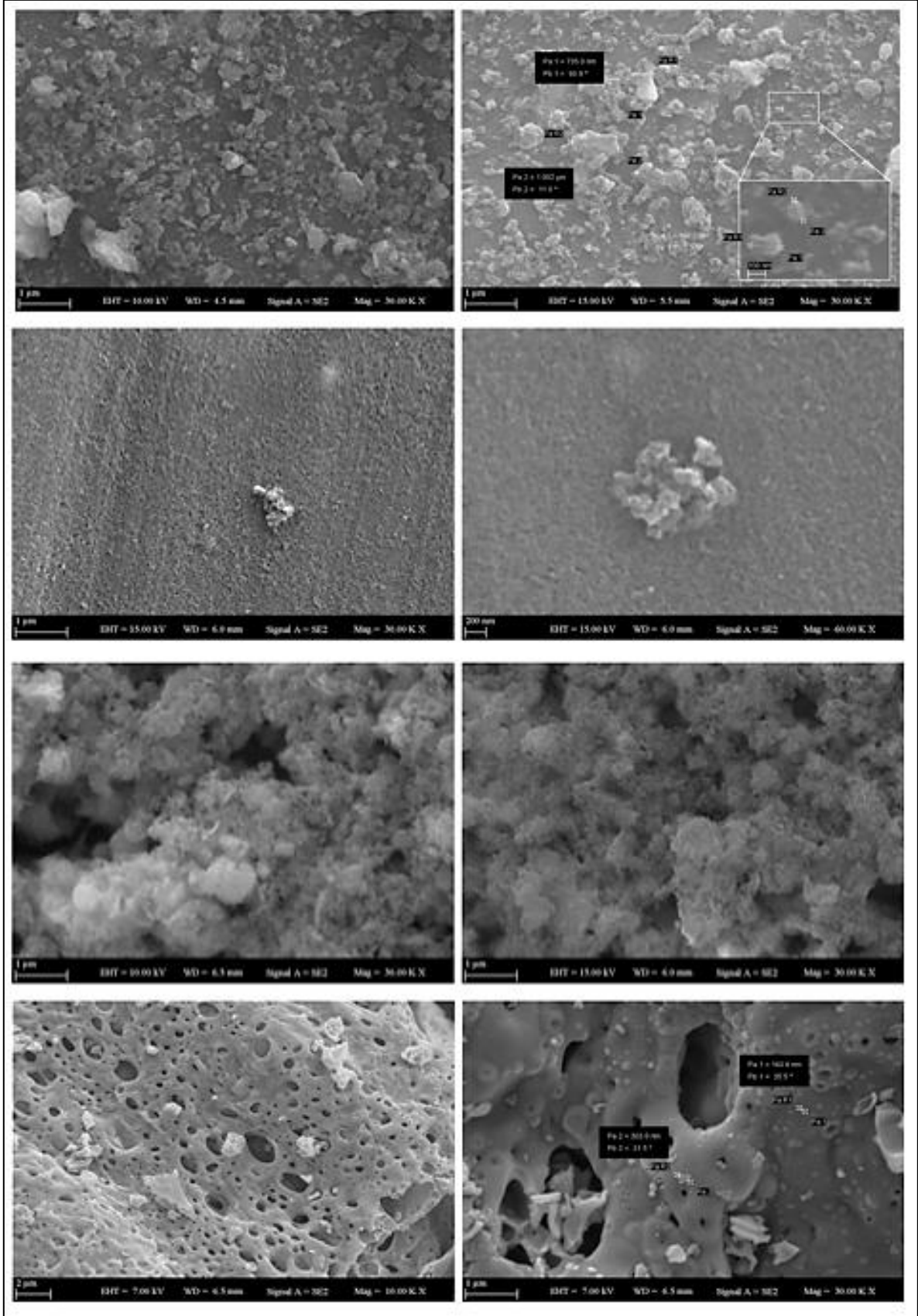
Çözelti yakma metodu ile sentezlenen ve 1000 °C'de kül fırınında 1 saat süre ile kalsine edilen SC-A-U1, SC-A-U2, SC-A-G1 ve SC-A-G2 numuneleri XRD ile karakterize edilmiştir, Şekil 15. XRD analiz sonuçlarına göre, yakıt olarak üre kullanılarak sentezlenen SC-A-U1 ve SC-A-U2

örneklerinin α - Al_2O_3 fazında olduğu, yakıt olarak %50 oranında glisin kullanılarak sentezlenen SC-A-G1'nin θ - Al_2O_3 fazında olduğu ve yakıt olarak %100 oranında glisin kullanılarak sentezlenen SC-A-G2'nin θ - Al_2O_3 fazında olduğu görülmüştür.



Şekil 15. Çözelti yakma yöntemiyle sentezlenen ve 1000°C'da kalsine edilen a) SC-A-U1, b) SC-A-U2, c) SC-A-G1 ve d) SC-A-G2 numunelerine ait XRD paternleri.

Şekil 6'da çözelti yakma metodu ile sentezlenen ve 1000 °C'de kül fırınında 1 saat süre ile kalsine edilen SC-A-U1, SC-A-U2, SC-A-G1 ve SC-A-G2 numunelerine ait SEM görüntüleri verilmiştir. SEM analiz sonuçlarına göre, SC-A-U1 örneğinin 151.3 ile 735 nm boyutunda parçacık boyut dağılımına sahip olduğu, buna karşılık SC-A-U2 örneğinin SC-A-U1 örneğine göre daha küçük ve daha az aglomere parçacıklardan oluştuğu görülmüştür. Yakıt olarak %50 glisin kullanılarak sentezlenen SC-A-G1 örneğinin gözenekli bir yapıya sahip olduğu ve yakıt olarak %100 glisin kullanılarak sentezlenen SC-A-G2 örneğinin 143.4 ile 303 nm boyutunda parçacık boyut dağılımına sahip olduğu görülmüştür, Şekil 16.



Şekil 16. Çözelti yakma yöntemiyle sentezlenen ve 1000°C'da kalsine edilen a) SC-A-U1, b) SC-A-U2, c) SC-A-G1 ve d) SC-A-G2 numunelerine ait SEM görüntüleri.

4.1.2. Fe-Al₂O₃ Nanokompozit Toz Üretimi

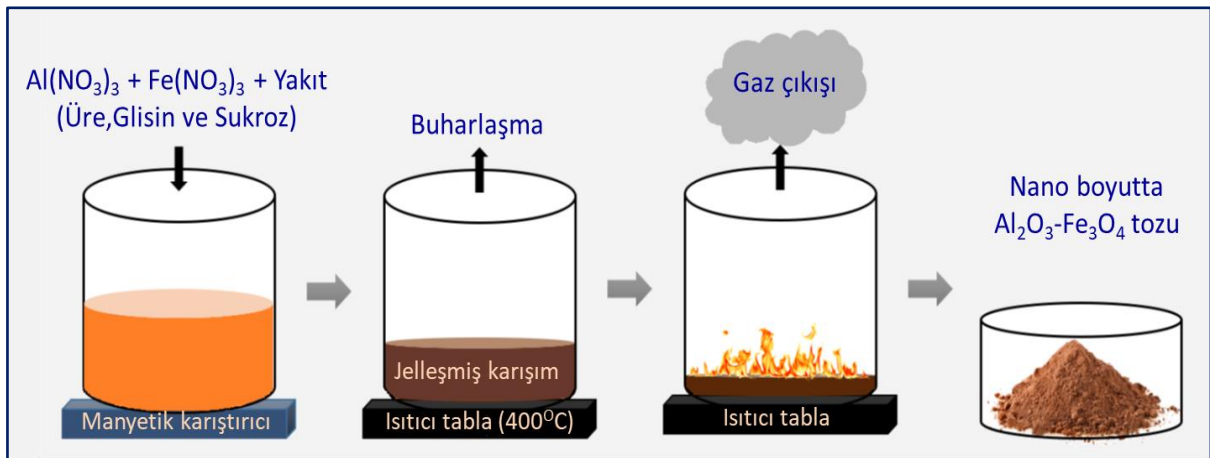
Alüminaya bağlı demir nanokompozit toz sentezi iki aşamada gerçekleştirilmiştir, Şekil 7.

Birinci aşamada; çözelti yakma (SC): Çözelti yakma metodunda başlangıç malzemeleri olarak, alüminyum nitrat (Al(NO₃)₃.9H₂O), demir nitrat (Fe(NO₃)₃.9H₂O), üre (CO(NH₂)₂), glisin (C₂H₅NO₂), sükroz (C₁₂H₂₂O₁₁) ve distile su kullanılmıştır. Burada Al(NO₃)₃ ve Fe(NO₃)₃ reaksiyon başlatıcı (oksitleyici ajan) olarak kullanılmıştır. Üre, glisin ve sükroz ise yakıt (indirgeme ajanı) olarak kullanılmıştır (Tablo 8).

Tablo 9. Üretimde kullanılan farklı kombinasyonlardaki oksitleyici/yakıt oranları.

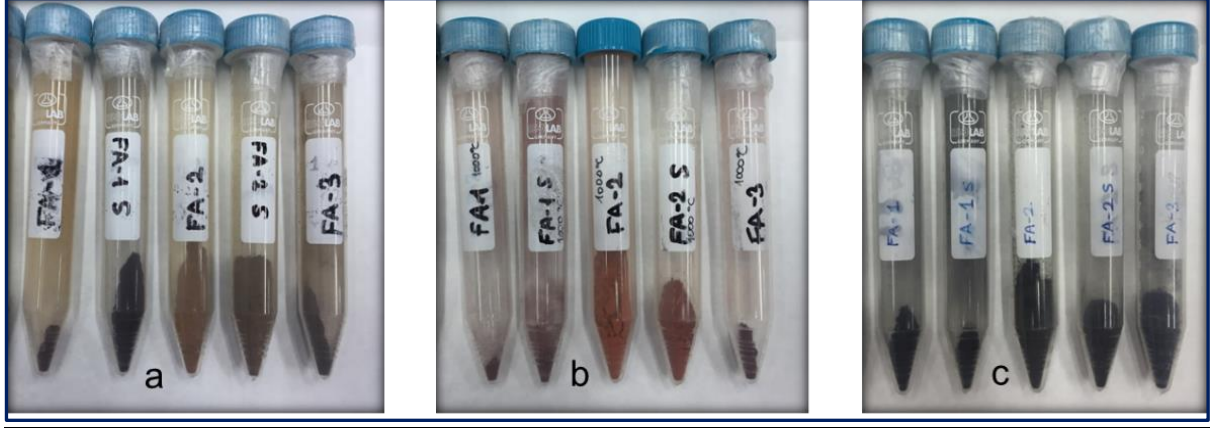
Örnek isimleri	Oksitleyici		Yakıt tipi			Stokiyometrik yakıt oranı (%)
	Al(NO ₃) ₃ çözeltisi (mL)	Fe(NO ₃) ₃ çözeltisi (mL)	Üre çözeltisi (mL)	Glisin çözeltisi (mL)	Sükroz çözeltisi (mL)	
SC-FA-U1	11	11	3	-	-	50
SC-FA-U2	11	11	6	-	-	100
SC-FA-G1	11	11	-	9	-	50
SC-FA-G2	11	11	-	18	-	100
SC-FA-S1	11	11	-	-	2,25	50
SC-FA-S2	11	11	-	-	4,5	100

İkinci aşamada; çözelti yakma prosesinden elde edilen her bir köpüksü ürün, oda sıcaklığına geldikten sonra safsızlıklarından uzaklaştırılmak amacı ile 3 kez distile su ile yıkanmıştır. Yıkanan numuneler 100 °C'de etüvde kurutulmuştur. Kurutulan numuneler kalsinasyon amacıyla 1000 °C'de kül fırınında 1 saat kalsine edilmiştir, Şekil 17.



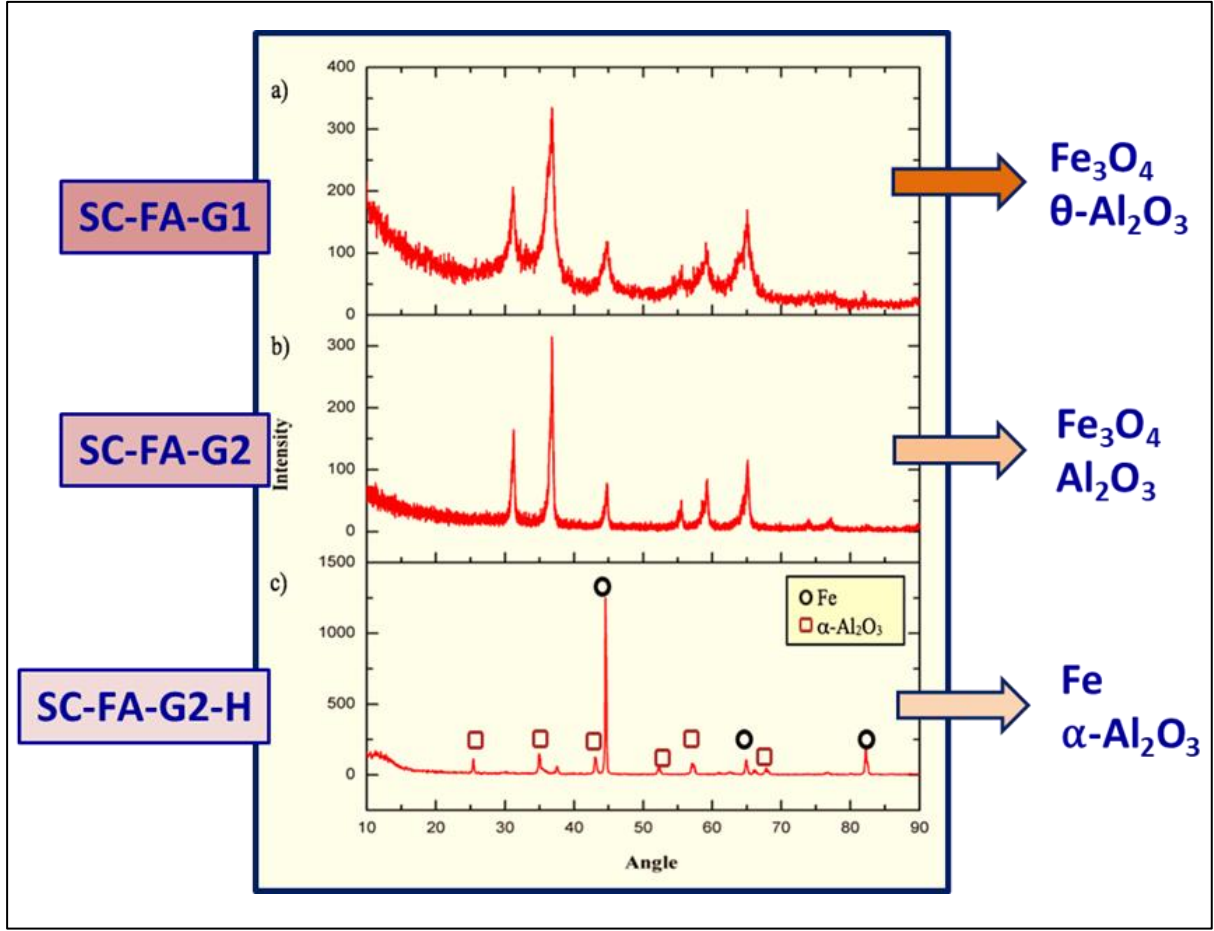
Şekil 17. Çözelti yakma prosesi: Fe-Al₂O₃ nanokompozit toz üretimi.

Demir oksit formunda elde edilen numuneleri demire indirgeyebilmek için kalsine edilmiş numuneler 1000 °C'de hidrojen atmosferi altında fırında 1 saat indirgenmiştir, Şekil 18. Şekil 18'de sunulan görsellerden; örneklerin kalsine edilmeden önceki hali ile hidrojen atmosferinde indirgendikten sonraki hallerinde renk değişimi gerçekleştiği görülmektedir.

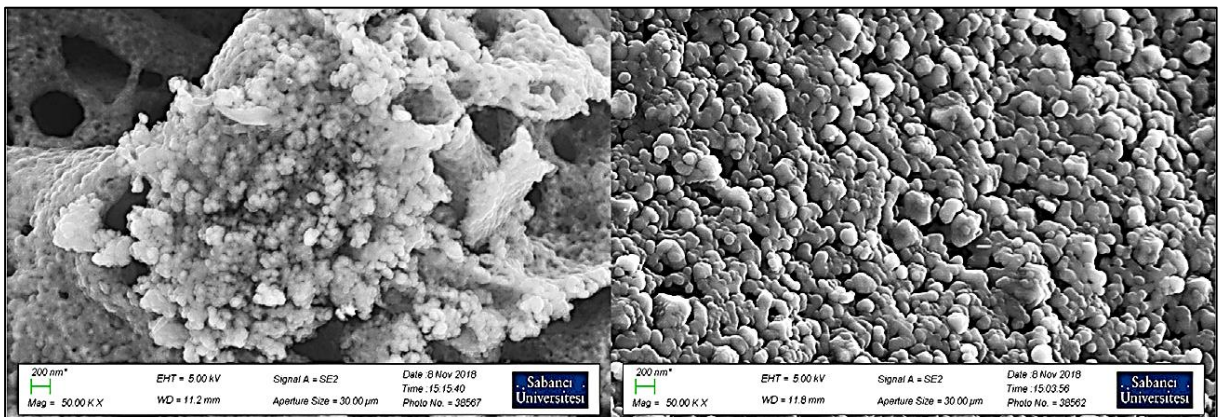


Şekil 18. a) Çözelti yakma (SC) prosesinden sonra sırası ile SC-FA-U1, SC-FA-U2, SC-FA-G1, SC-FA-G2, SC-FA-S2 numuneleri, b) 1000 °C'de kül fırınında kalsine edildikten sonra sırası ile SC-FA-U1, SC-FA-U2, SC-FA-G1, SC-FA-G2, SC-FA-S2 numuneleri ve c) 1000 °C'de H₂ atmosferli fırınında indirgeme işleminden sonra sırası ile SC-FA-U1, SC-FA-U2, SC-FA-G1, SC-FA-G2, SC-FA-S2 numuneleri.

Yapılan literatür araştırmasına göre demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozit malzemelerin çözelti yakma metodu ile sentezlenme aşamasında glisin yakıtının daha önce kullanılmadığı tespit edilmiştir. Bu nedenle bu çalışmada, demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozitleri sentezlenirken üre ve sükroz yakıtına ek olarak glisin yakıtı da kullanılmıştır. Yakıt olarak %50 ve %100 oranında yakıt kullanılarak sentezlenen ve %100 glisin yakıtı ile sentezlenip hidrojen atmosferinde indirgenen SC-FA-G1, SC-FA-G2 ve SC-FA-G2-H örneklerine ait XRD analiz sonuçları Şekil 19'da verilmiştir. XRD analiz sonuçlarına göre, SC-FA-G1 örneğinin θ -Al₂O₃ ve Fe₃O₄ fazında oluştuğu, SC-FA-G2 örneğinin Al₂O₃ ve Fe₃O₄ fazında oluştuğu ve SC-FA-G2-H örneğinin ise α -Al₂O₃ ve Fe fazında oluştuğu görülmektedir. Yakıt olarak %100 glisin kullanılarak sentezlenen (SC-FA-G2), yakıt olarak %100 glisin kullanılarak sentezlenen ve hidrojen atmosferinde indirgenen (SC-FA-G2-H) örneklerine ait SEM görüntüleri Şekil 20'de verilmiştir. SEM analiz sonuçlarına göre, SC-FA-G2 ve SC-FA-G2-H örneklerinin ortalama parçacık boyutları sırasıyla 60 nm ve 200 nm olarak bulunmuştur.



Şekil 19. a) %50 glisin yakıtı kullanılarak sentezlenen b) %100 glisin yakıtı kullanılarak sentezlenen ve c) %100 glisin yakıtı kullanılarak sentezlenen ve 1000 °C de H₂ ortamında indirgenen örneklerin XRD paternleri.



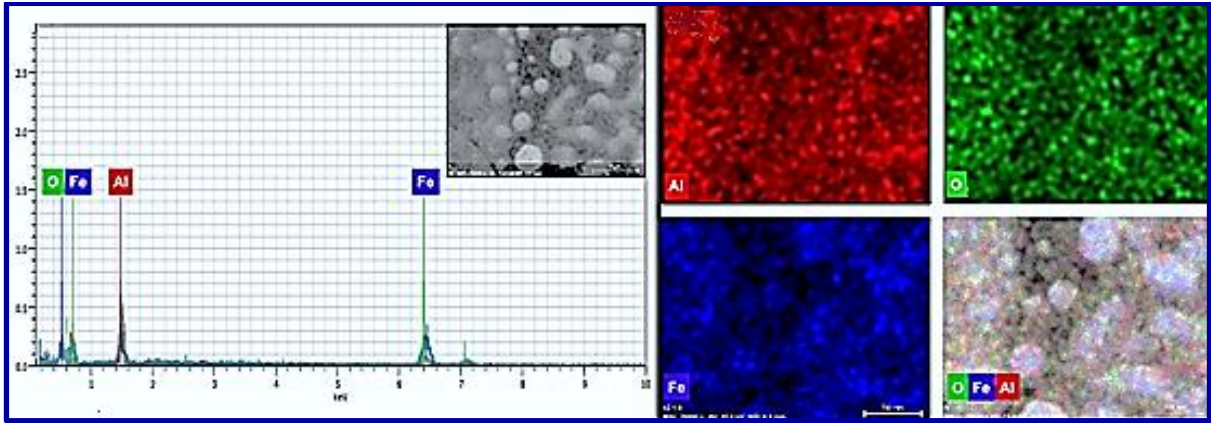
Şekil 20. SC-FA-G2 ve SC-FA-G2-H örneklerine ait SEM görüntüleri.

SC-FA-G2 ve SC-FA-G2-H örnekleri ağırlıkça %50 Fe içerek şekilde sentezlenmiştir. SC-FA-G2-H örneğine ait kompozisyonel analiz sonuçları Tablo 4'de ve SEM-EDS analiz sonuçları ise Şekil 21'de verilmiştir. SEM-EDS analiz sonuçlarına göre, ağırlıkça demir oranının teorik

olarak hesaplanan demir oranına yakın olduğu (Tablo 9) ve homojen dağılıma sahip nanokompozitlerin üretilebildiği sonucuna varılmıştır, Şekil 21.

Tablo 10. EDS'den elde edilen SC-FA-G2-H örneğine ait kompozisyonel analiz sonuçları.

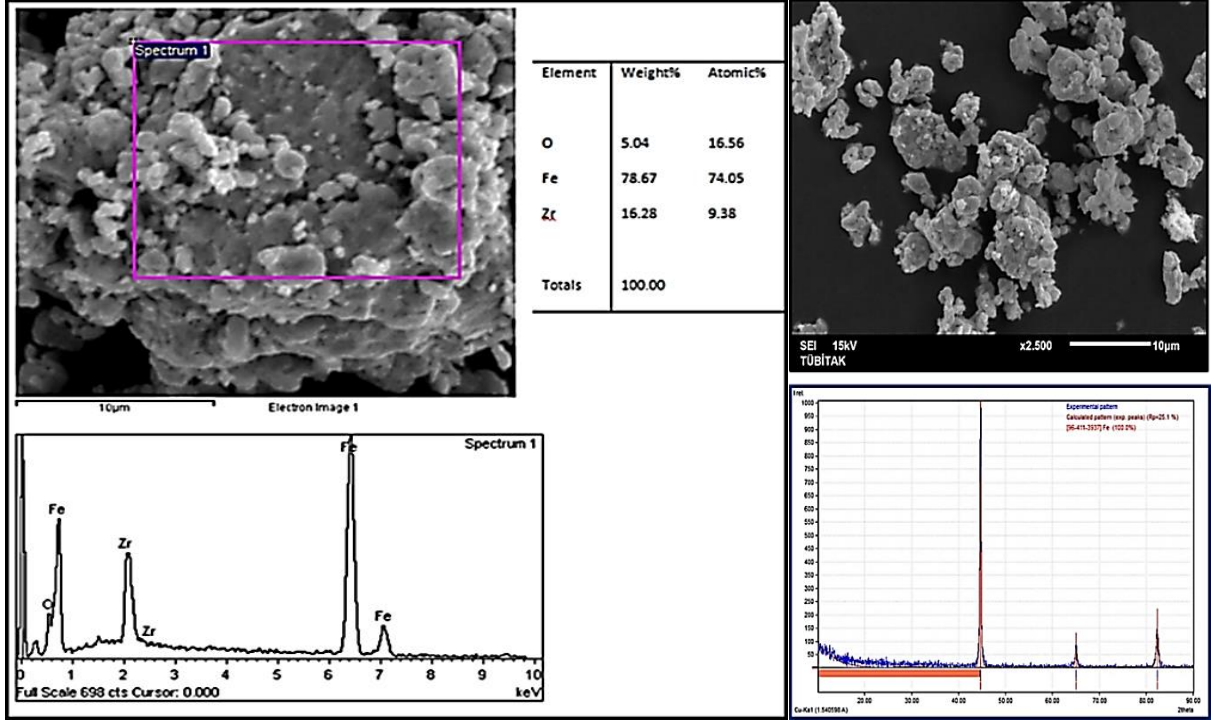
Örnek ismi	Fe (% ağırlıkça)	O (% ağırlıkça)	Al (% ağırlıkça)
SC-FA-G2-H	60,08	25,9	13,3



Şekil 21. %50 Fe içerecek şekilde sentezlenen Fe-Al₂O₃ nano kompozit tozun EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) ve SEM analizleri.

4.1.3. Fe-ZrO₂ Nanokompozit Toz

Rus proje ortağı tarafından sentezlenerek gönderilen Fe-ZrO₂ nano kompozit partiküllerin üretimi termokimyasal bir yöntemle gerçekleştirilmiştir. Fe-ZrO₂ nano kompozit partiküller, tuz çözeltisinin püskürtülmesini ve daha sonra Spray Dry B-290 ekipmanı yardımıyla kurutulması ile üretilmiştir. Tuzlar, sırasıyla demir tuzu olarak Fe(NO₃)₃·9H₂O ve zirkonyum tuzu olarak ZrO(NO₃)₂·xH₂O kullanılmıştır. Bundan sonra, elde edilen toz kalsine edildikten sonra hidrojen atmosferlerinde farklı sıcaklıklarda indirgeme işlemine tabi tutulmuştur. Bu durumda, yalnızca demir oksit saf demire indirgenmiş ve zirkonyum oksit olarak kalmıştır. Zira bu işlem esnasında kullanılan şartlar zirkon oksidin indirgenebilmesi için yeterli olmamaktadır. Sonuç olarak, Fe-ZrO₂ nano kompozit demir tozu üretilmiş oldu. Rus proje ortağı tarafından sentezlenerek gönderilen Fe-ZrO₂ nano kompozit tozu için yapılan SEM-EDS ve XRD Analizleri Şekil 22'de verilmiştir.



Şekil 22. Fe-ZrO₂ SEM-EDS ve XRD Analizleri.

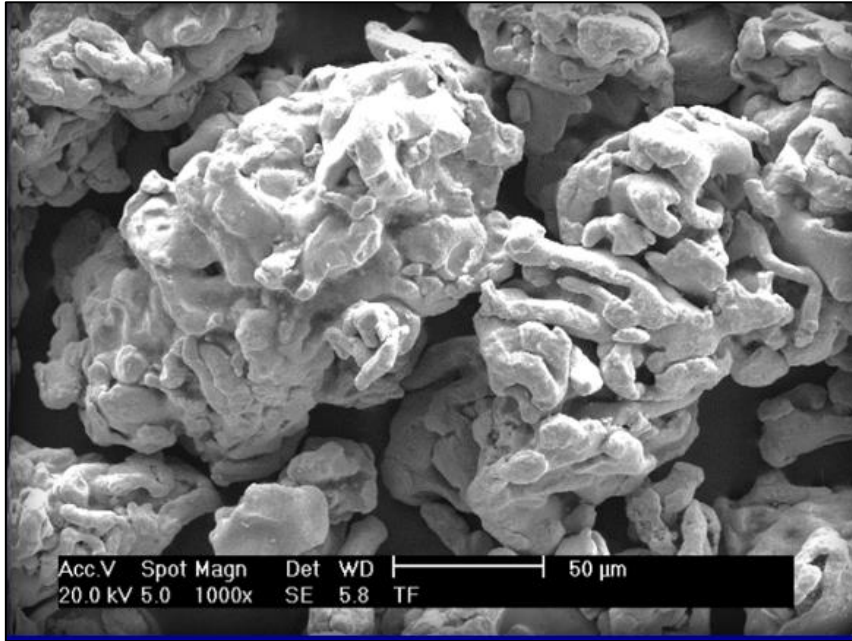
4.2. Nanotoz/Nanokompozit Takviyeli Öz Tozu Harmanlama

Rus proje ortağı tarafından üretilerek gönderilen Fe-ZrO₂ nano toz ve laboratuvarında sentezlenen nano tozlar üretim hattında kullanılan öz tozu miktarları için çok az miktarlarda (10-16 kg) olduğu için yeterli olamamıştır. Dolayısıyla, az miktarda üretilen tozlardan iki üretim yapılmış olmakla beraber. Ticari yollardan temin edilen Al₂O₃, TiO₂ ve ZrO₂ nano tozları diğer üremlerde kullanılmıştır.

Normal özlü kaynak teli üretiminde öz tozu içinde kullanılan demir tozu için bu çalışmada sünger demir tozu seçilmiştir. Mikronize sünger demir tozunun sahip olduğu gözenekler, nano tozların sahip olduğu geniş yüzey alanımda tutunmaları ve gözeneklere girerek homojen bir yapı oluşturmaları öngörülerek öz karışımına katılmadan önce ön karıştırma için tercih edilmiştir. Sünger demir tozlarında bulunan gözenekler sayesinde, eklenmesi istenen nanotozların (Al₂O₃, TiO₂, ZrO₂) gözenek yüzeylerine bağlanması ve gözeneklerin içine girerek tutunması suretiyle Fe-(Al₂O₃-TiO₂-ZrO₂) nanokompozit bir harman oluşturması sağlanmıştır. Tablo 10'de mikronize sünger demir tozu ve Al₂O₃, TiO₂, ZrO₂ nanotozların tane boyutları ve Şekil 23'de mikronize sünger demir tozuna ait SEM görüntüsü verilmiştir.

Tablo 11. Mikronize sünger demir tozu ve Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 nanotozların tane boyutları.

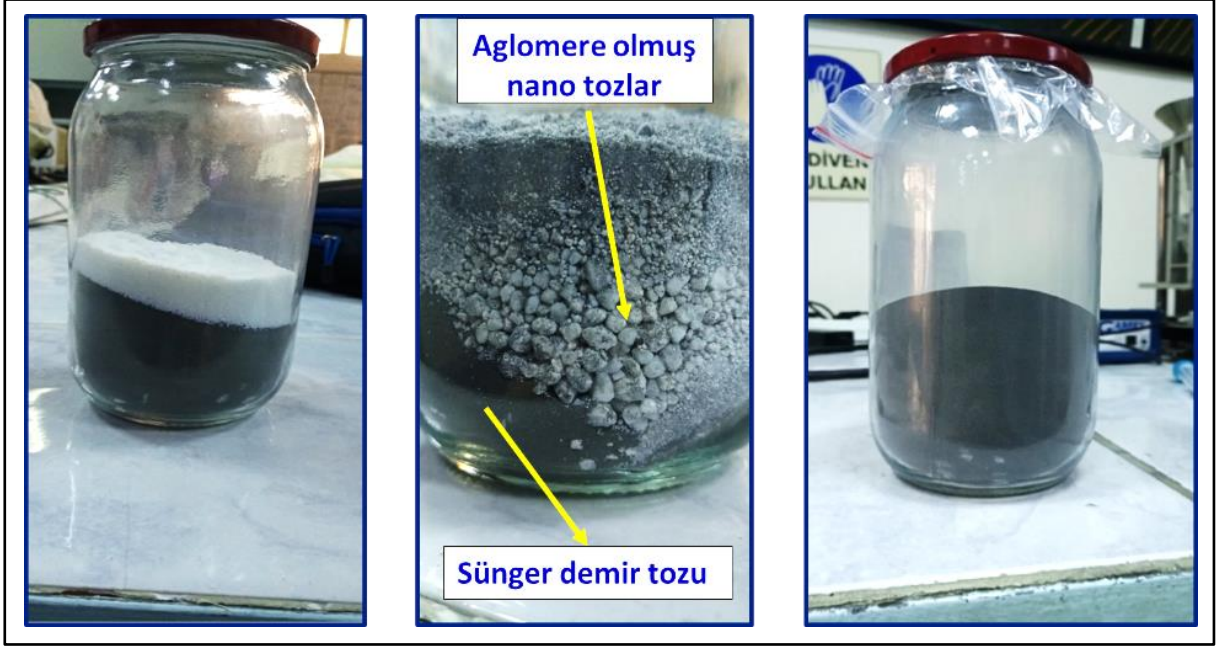
Kullanılan Tozlar	Ortalama Tane Boyutu
TiO_2	21 nm
Al_2O_3	13 nm
ZrO_2	<100 nm
Sünger Demir Tozu	100 mikro metre



Şekil 23. Mikronize sünger demir tozu SEM görüntüsü.

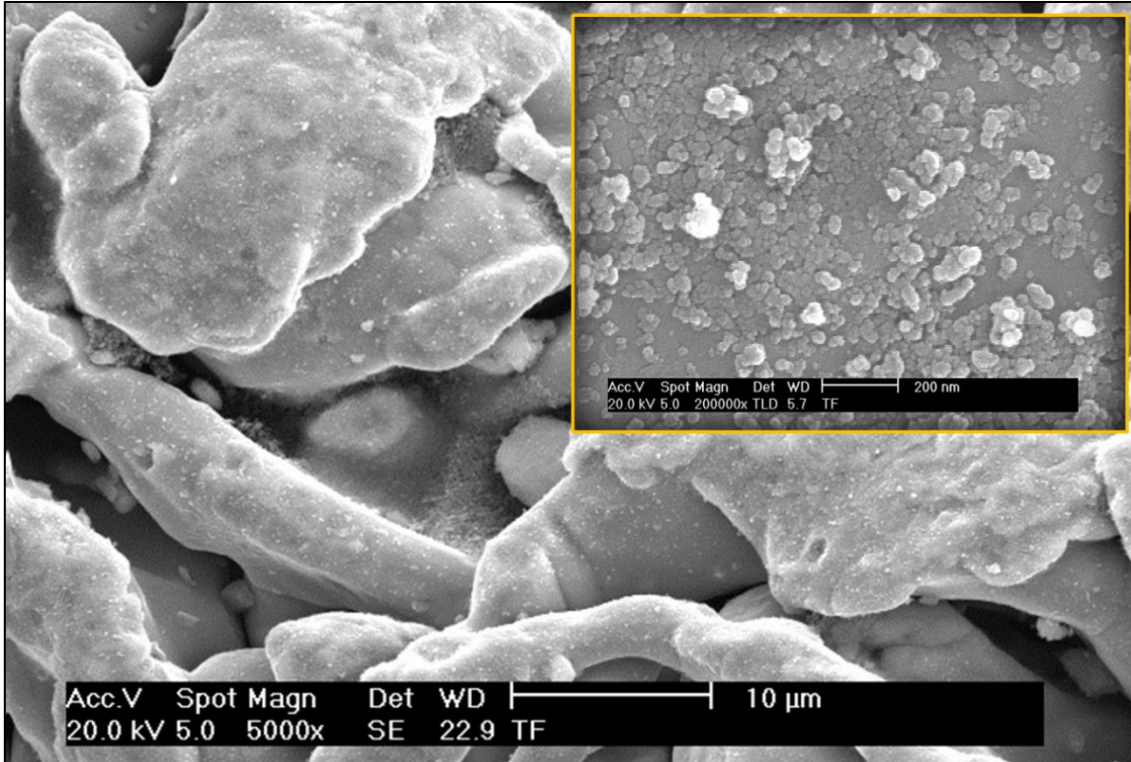
Bu çalışmada üretilen nanotozları, ticari olarak temin edilen nano tozları ve mikronize sünger demir tozunu birlikte harmanlamak için TURBULA tipi karıştırıcı kullanılmıştır, Şekil 3.

Her biri birer kilogram olmak üzere mikronize sünger demir tozu ve metal oksit nano tozlardan (ZrO_2 , TiO_2 , Al_2O_3) belirli miktarlarda (1, 2, 3 ve 4 gram) alınarak karışımlar hazırlanmıştır. İdeal devir aralığı tespit edilmeye çalışılmış ve aynı orana sahip tozların en ideal karıştığı devir 49 devir/dk ve 3 saat olarak tespit edilmiştir. Harmanlama sürecinde oluşan formlar Şekil 24'de verilmiştir.

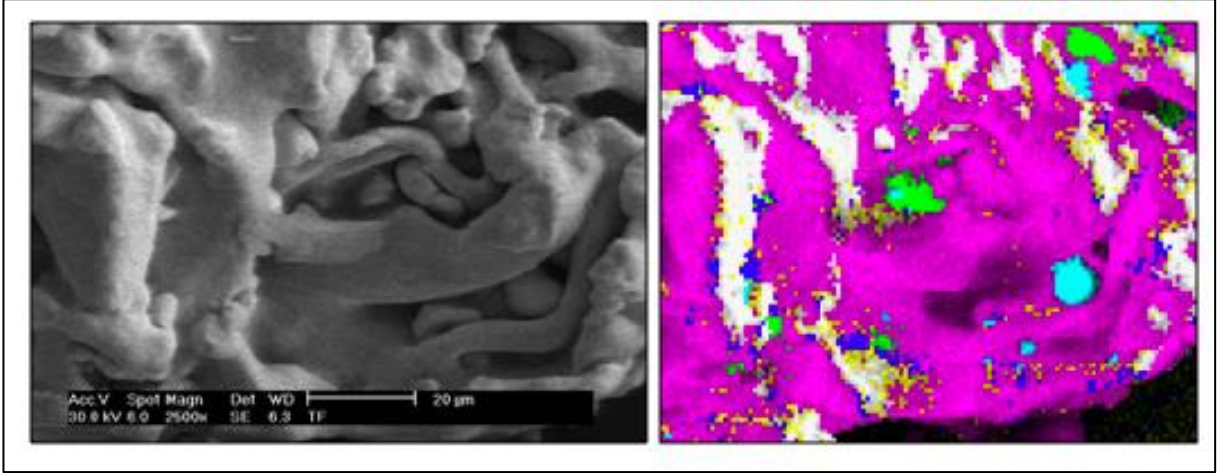


Şekil 24. a) Hazırlanan mikronize sünger demir ve nano tozların eklenmesi, b) nano tozların karışımda aglomere hale gelmesi ve c) karışımın son görüntüsü.

Harmanlama sonucunda elde edilen ürünün SEM ve EDS görüntüleri Şekil 25 ve Şekil 26'da verilmiştir. Şekillerden de görüleceği gibi amaçlanan harmanlama gerçekleşmiştir.



Şekil 25. Mikronize sünger demir ve nano tozların SEM görüntüsü.



Şekil 26. 23 devir/dk EDS-Mapping sonuçları (pembe: demir, lacivert: alüminyum, sarı: oksijen, yeşil: titanyum, mavi: zirkonyum).

Ticari üretim hattı için minimum 10 kg öz tozu hazırlamak gerekmektedir. Bu nedenle, hazırlanan 1 kg'lık karışım bilahare üretimde kullanılacak öz tozu karışımına eklenerek tekrar harmanlanmıştır. Öz tozu %0,3 - %1,2 oranları arasında nano toz ihtiva edecek şekilde hazırlanmıştır.

4.3. Özlü Tel Üretimi, Kaynak Uygulamaları, Testler Ve Analizler

Özlü tel üretimi için Gedik Kaynak A.Ş. tesislerinde bulunan üretim hattı kullanılmıştır. Gedik Kaynak A.Ş.'nin standart özlü kaynak teli ürünlerinden olan ELCOR R-71 üretiminde kullanılan öz tozu karışımına hazırlanan sünger mikronize demir tozu-nano toz karışımı harmanlanmış ve hattın toz silosuna yerleştirilmiştir. Bölüm 3.5.'de daha geniş olarak bahsedilen yöntemle hat çalıştırılarak üretim gerçekleştirilmiştir. Üretim sürecinde herhangi bir sorunla karşılaşılmamıştır.

Üretilmiş tellerle yapılan kaynak işleminin karakteristiklerini ve kaynak yapılan bölgenin mekanik özelliklerini belirlemek amacıyla kaynak uygulama çalışmaları yapılmıştır. PA (oluk kaynak pozisyonunda, Şekil 27 ve PF (dikey kaynak pozisyonunda), Şekil 28 pozisyonlarda kaynaklar yapılmıştır. İşlem esnasında her paso sonrası yüzey temizlenmiştir. Ayrıca, her sıra sonrası parça 180 derece çevrilmek suretiyle kaynak işlemlerine devam edilmiştir. Bu işlemler esnasında koruyucu gaz olarak CO₂ kullanılmıştır ve PF pozisyonunda kaynakta akma izlenmemiştir.



Şekil 27. PA pozisyonunda.



Şekil 28. PF pozisyonu.

Kaynak işlemlerinde uygulan pozisyonlar ve parametrelere tipik bir örnek Tablo 11'de verilmiştir.

Tablo 12 Kaynak uygulamasında kullanılan pozisyonlar ve parametrelere.

Kaynak Pozisyonu	Paso Türü	Kullanılan Akım (A)	Kullanılan Gerilim (V)	Koruyucu Gaz
PA	kök	200	27	CO ₂
	dolgu	240	33	CO ₂
PF	kök	190	26	CO ₂
	dolgu	240	33	CO ₂

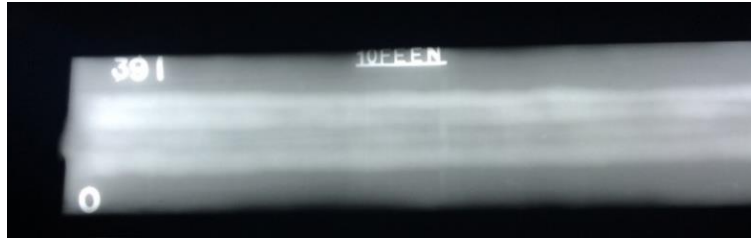
4.3.1. Radyografik muayene

Üretilen tellerden yapılan kaynaklar, ilk önce gözle muayene edilmiştir. Bunun ardından kaynak bölgesi içerisinde, gözenek, boşluk, kurtçuk vb. gibi safsızlığı ve mekanik özellikleri etkileyecek herhangi bir oluşumun tespit edilmesi amacıyla kullanılmıştır. Proje kapsamında yapılan kaynaklı malzemelerin radyografik filmleri çekilerek incelenmiştir. Alınan görüntülerden kaynaklı bölgelerde herhangi bir olumsuzluğa rastlanmamıştır. Tipik örnek olarak ve karşılaştırma amaçlı referans nano toz katkısız kaynak dolgu malzemesiyle yapılmış ve nano

toz katkılı dolgu malzemesiyle yapılmış kaynaklı bölgelerin radyografik görüntüleri sırasıyla Şekil 29 ve Şekil 30'da verilmiştir.



Şekil 29. PA pozisyonunda yapılan referans numunenin kaynağın röntgen görünümü.



Şekil 30. PA pozisyonunda 1.kompozisyon için yapılan kaynakların röntgen görünümü.

4.3.2. X-Işını Spektrometresi

Bu yöntem ile referans ve üretilen nano-kompozit katkılı kaynakların kimyasal bileşimini belirlemek için kullanılmıştır. Elde edilen veriler Tablo 12'de gösterilmiştir.

Tablo 13. XRF analizinde belirlenen kaynak metalindeki nano-toz oranları.

Numune	Al (% ağırlıkça)	Zr (% ağırlıkça)	Ti (% ağırlıkça)
ELCOR R-71	0,029	0,003	0,098
1. Kompozisyon	0,085	0,003	0,113
2. Kompozisyon	0,107	0,004	0,114

4.3.3. Mekanik testler

Bütün bu işlemler TS EN ISO 148 ve ASTM E23 uygun olarak yapılmıştır. Yapılan testlerin sonuçları Tablo 13'de verilmiştir. Sonuçlara bakıldığında özellikle -20 °C de yapılan çentik darbe testlerinde nanotoz katkısız özlü kaynak teline göre %30 civarında bir artış elde edilmiştir. Projenin amacı olan 100 J tokluk değerlerine çıkılabileceği gösterilmiştir. Bu artışın nedeni metalografik analizlerden de görüldüğü gibi nano tozların asiküler ferritin oluşması için çekirdekleşmeyi sağlaması ve ayrıca diğer ferritik ve beyntik mikro yapıları da oluşturması olarak değerlendirilebilir.

Tablo 14. ELCOR R-71 ve nanotoz katkılı (Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2) üretimlerin mekanik testleri.

ELCOR R-71 ve nanotoz katkılı (Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2) Üretimler	Çekme Testleri		Darbe Testleri	
	Kopma Yeri	Çekme Dayanımı (MPa)	Test Sıcaklığı (°C)	Darbe Dayanımı (J)
ELCOR R-71	Ana malzeme	706 ± 22	-20	77 ± 18
			-30	63 ± 16
ELCOR R-71 %0.5 nanotoz katkılı	Ana malzeme	655 ± 34	-20	105 ± 12
			-30	86 ± 10
ELCOR R-71 %0.7 nanotoz katkılı	Ana malzeme	703 ± 18	-20	102 ± 11
			-30	85 ± 14

Sertlik Ölçümleri: Kaynaklı numunelerin Vickers (HV) sertlik değerleri ölçülmüş ve sonuçlar aşağıda Tablo 14, Tablo 15 ve Tablo 16'da verilmiştir. Tablo 14'de verildiği gibi nano toz katkılı özlü tel ile kaynaklı bölgenin sertlik değerleri kaynak yapılan ana malzemeye göre yaklaşık olarak % 30 artmıştır. Nanotoz katkısız ELCOR R-71 ile yapılan kaynağa göre nano toz katkılı ELCOR R-71 ile yapılan kaynak % 15'e kadar iyileştirme sağlamıştır.

Tablo 15. ELCOR R-71 nanotoz katkısız için kaynak metali sertlik değerleri.

ELCOR R-71 nanotoz katkısız (Hv)				
Ana malzeme (Hv)	1.ITAB (Hv)	Kaynak (Hv)	2.ITAB (Hv)	Ana malzeme (Hv)
158,66	183,31	218,29	181,66	160,36
160,63	175,15	205,57	177,13	159,5
161,11	165,68	208,46	174,16	156,15
Ort: 160,1	Ort: 174,71	Ort: 210,77	Ort: 177,65	Ort: 158,67

Tablo 165. 1. Kompozisyon için kaynak metali sertlik değerleri.

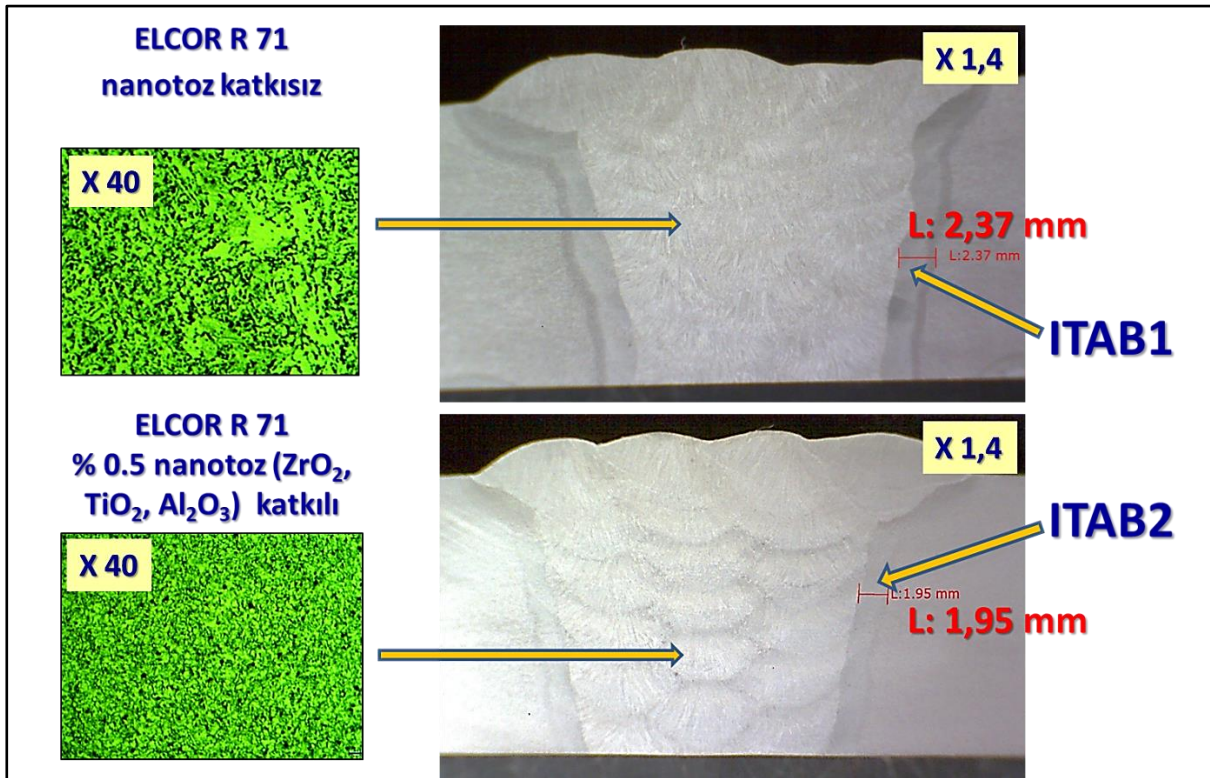
1. Kompozisyon (Hv)				
Ana malzeme (Hv)	1.ITAB (Hv)	Kaynak (Hv)	2.ITAB (Hv)	Ana malzeme (Hv)
157,86	200,25	236,98	197,31	158,86
161,23	197,63	233,45	200,75	157,73
159,16	198,73	230,86	195,41	160,39
Ort: 159,42	Ort: 198,87	Ort: 233,76	Ort: 197,8	Ort: 158,99

Tablo 176. 2. Kompozisyon için kaynak metali sertlik değerleri.

2. Kompozisyon(Hv)				
Ana malzeme (Hv)	1.ITAB (Hv)	Kaynak (Hv)	2.ITAB (Hv)	Ana malzeme (Hv)
155,46	202,96	243,63	194,01	157,42
158,32	200,23	246,92	202,88	156,98
160,61	196,39	243,63	197,25	159,73
Ort: 158,13	Ort: 199,86	Ort: 244,73	Ort: 198,04	Ort: 158,04

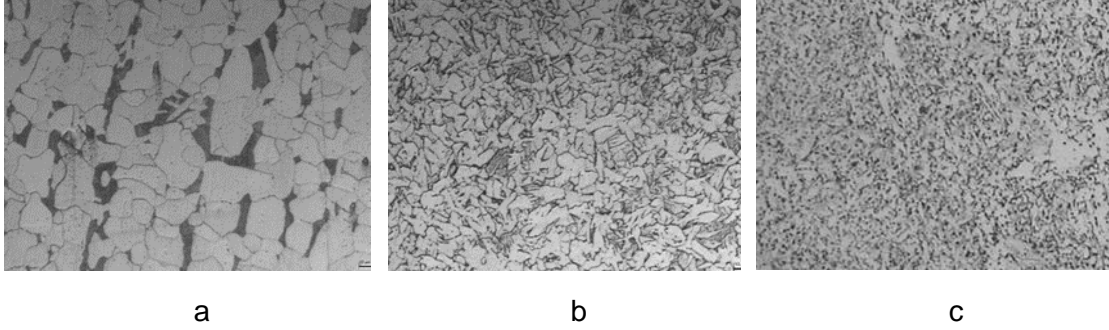
4.3.4. Metalografik Analizler

Kaynak dikişinin metalografik incelemeleri yapılmış ve elde edilen kaynak bölgelerinin görüntüleri Şekil 31’de verilmiştir. Katılan nano-tozlar ile mikroyapı incelemelerinde, referans numunesine kıyasla, kaynak bölgelerinde ITAB’ın daraldığı, daha sık ve daha küçük tanelerle karşılaşılmıştır. Tokluk değerlerindeki bu artışın, tanelerin küçülmesinden kaynaklı olduğu belirlenmiştir.

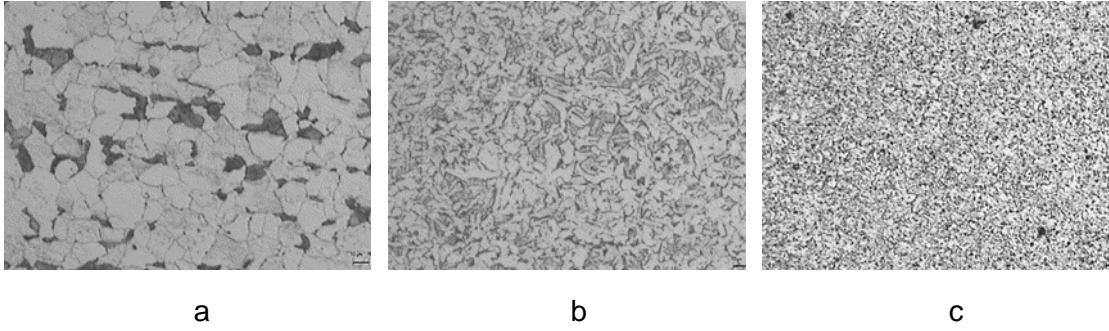


Şekil 31. Nano toz katkısız ve katkılı kaynak kesitleri: ITAB2’den de anlaşıldığı gibi nanotoz katkının ITAB’ı daralttığı görülmektedir.

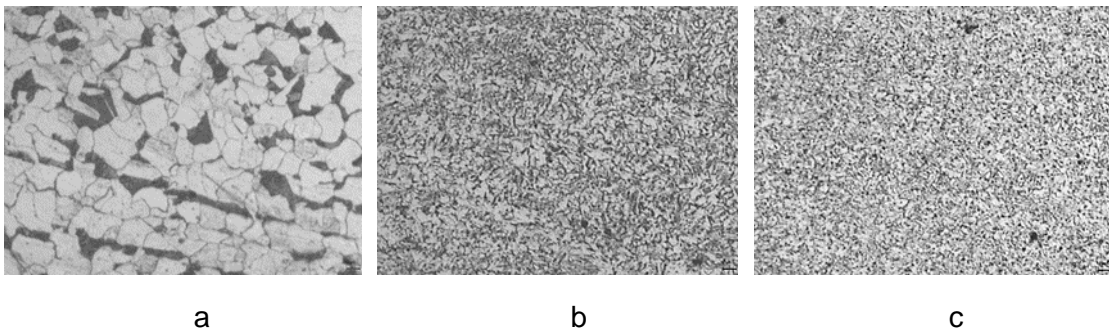
Nano toz katkısız ve katkılı ELCOR R 71 ürünü ile yapılan kaynaklardan alınan örneklerin ana metal, ITAB ve kaynak bölgelerinden alınan mikroyapı görüntüleri aşağıda Şekil 32, 33 ve 34'de verilmiştir.



Şekil 32. ELCO R 71 nano toz katkısız özlü kaynak teli ile PA pozisyonunda yapılan kaynak numunelerinin; a) ana malzeme, b) ITAB ve c) kaynak bölgesi mikroyapıları, X 200 büyütme.



Şekil 33. ELCO R 71 nano toz katkılı %0,5 nano toz katkılı özlü kaynak teli ile PA pozisyonunda yapılan kaynak numunelerinin; a) ana malzeme, b) ITAB ve c) kaynak bölgesi mikroyapıları, X 200 büyütme.



Şekil 34. ELCO R 71 nano toz katkılı %0,7 nano toz katkılı özlü kaynak teli ile PA pozisyonunda yapılan kaynak numunelerinin; a) ana malzeme, b) ITAB ve c) kaynak bölgesi mikroyapıları, X 200 büyütme.

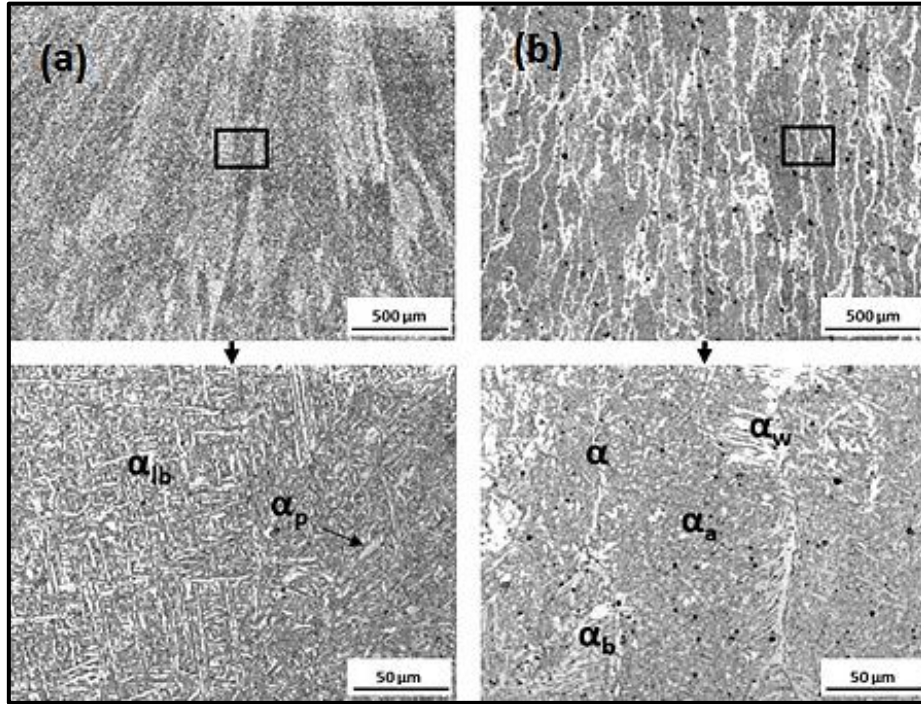
Metalografik araştırmalar ana referans özlü kaynak teli (ELCOR R-71) kullanılarak oluşturulan kapak kaynak bölgesinde ferritik-bainitik bir mikro yapı oluştuğunu göstermektedir. ZrO_2 ve

Al_2O_3 nano toz katkılı üretilmiş özlü kaynak teller ile yapılan kaynak bölgesinde ağırlıklı olarak iğnemi bir ferrit mikroyapısı gözlenmiş (Şekil 35) olmasına rağmen nano toz katkısız özlü kaynak teli ile yapılmış kaynaklı bölgede bu yapı görülmemiştir.

Literatür özetinde belirtildiği gibi; birçok araştırma çalışması [8-11], geleneksel kaplı elektrotların mekanik özelliklerinin ve mikroyapısının iyileştirilmesini amaçlanmış ve kaynak elektrodu kaplama malzemesine oksit nano partikülleri ekleyerek bu özelliklerin geliştirilebileceğini göstermişlerdir. ZrO_2 , TiO_2 ve Ti bazlı metalik olmayan nanoparçacıkların eklenmesi, kaynak bölgesinde asiküler ferritin çekirdekleşmeyi arttırdığı ve bu ince dağılmış nanopartiküllerin pinning etkisi nedeniyle tane incelmeye ve bunun sonucu yüksek mekanik özelliklere ve korozyon performansının artmasına neden olduğunu göstermişlerdir.

Bu çalışma sonucunda elde edilen kaynaklı bölgelerin mikroyapıları incelendiğinde benzer yapıların oluştuğu görülmüştür. Şekil 35.'den de görüleceği gibi, asiküler ferrit oluşumu, östenit tane boyutu, soğuma hızı ve metalik olmayan inklüzyonların varlığından ve dağılımından etkilendiği söylenebilir. Bununla mekanik özellikleri olumlu yöne etkilediği anlaşılmaktadır.

Zira proje kapsamında üretilen nano toz katkılı özlü kaynak teli ile elde edilen kaynaklı malzemenin mekanik özelliklerinin önemli ölçüde arttığı görülmüştür. Örneğin, metalik olmayan nano katkı özlü tel ile yapılan uygulamada tokluğun $-20^{\circ}C$ 'da yapılan testlerde yaklaşık %30 artığı gösterilmiştir.



Şekil 35. (a) referans özlü kaynak teli (ELCOR R-71) ve (b) ZrO_2 nano toz katkılı üretilmiş özlü kaynak teller ile yapılan kaynak kapak bölgelerinden mikroyapı görüntüleri. α - allotriomorfik ferrit; α_a - asiküler ferrit; α_b - üst bainit; α_{lb} - düşük bainit; α_p - poligonal ferrit; α_w - Widmanstätten ferriti.

5. SONUÇLAR

Bu çalışma, S355JR çeliğinin kaynağı sırasında farklı nanoparçacıkların kaynak metallerinin mikroyapı ve mekanik özellikleri üzerindeki pozitif etkileri doğrulamış ve aşağıda verilen sonuçlar elde edilmiştir:

- Bu çalışmada Al_2O_3 , ZrO_2 , TiO_2 ve demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozitler, diğer sentez yöntemlerine göre daha kolay ve uygulanabilir olan çözelti yakma yöntemiyle başarılı bir şekilde sentezlenmiştir.
- Literatür araştırmasına göre, demir bazlı manyetik alüminyum oksit nanokompozitlerin çözelti yakma yöntemiyle sentezi için yakıt olarak glisin kullanımı bu çalışmada ilk kez gerçekleştirilmiştir.
- SEM görüntülerine göre, glisin ile sentezlenen örneklerin, yaklaşık 60 nm parçacık boyut dağılımına sahip olduğu ve diğer sentezlenmiş numunelere kıyasla daha gözenekli bir yapıda olduğu gözlenmiştir.
- Mikronize sünger demir tozları ile nano Al_2O_3 , ve ZrO_2 , TiO_2 tozlarının homojen olarak harmanlanması başarıyla gerçekleştirilmiştir. Nano tozlar sünger demir tozlarının gözeneklerine girerek ve yüzeylerine yapışarak homojen bir karışım oluşturmuştur.
- Üretilen nano toz katkılı ve katkısız özlü teller ile yapılan standart kaynak uygulamaları sonucunda ITAB kalınlığının önemli ölçüde daraldığı tespit edilmiştir.
- MAG kaynağı sırasında, nano tozların asiküler ferritin oluşması için çekirdekleşmeyi sağlaması ve ayrıca diğer ferritik ve beyntik mikro yapıları da oluşturması mekanik özelliklerin artmasına neden olmuştur.
- ELCOR R72 kaynak teli bazında %0.5 oranında nano toz katkılarıyla üretilen özlü kaynak tellerinin kaynak tokluk değerleri katkı yapılmadan üretilen özlü kaynak tellerine göre $-20^{\circ}C$ 'de yaklaşık %30 kadar daha iyi olduğu görülmüştür.
- İleriye dönük olarak geliştirilen nano partikül takviyeli özlü kaynak telinin sanayi uygulamaları ve farklı özlü kaynak telleri için de geliştirilebilir olduğu sonucuna varılmıştır.

Proje Kapsamında Yapılan veya hazırlanan Yayınlar ve Toplantılarda Sunulan Bildiriler

- 1. Tez:** Merve Pehlivan, Yüksek Lisans, "Synthesis of Aluminium Oxide Nanoparticles and Iron Based Magnetic Aluminium Oxide Nanocomposites by Solution Combustion Method and Applications", Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü. Haziran 2018.
- 2. Tez:** Yağizer Yavuz, Yüksek Lisans, "Nano Partikül Katkılı Özlü Kaynak Tellerinden Yapılmış Kaynaklarda Nano Tozun Mekanik Özelliklere Etkisi", Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü. Haziran 2019.
- 3.** Sunullah Özbek, Davetli Konuşmacı, "Yüksek kaynak özelliklerine sahip nano partikül alaşımlı özlü kaynak tellerinin geliştirilmesi", 4. Uluslararası Mühendislik Mimarlık ve Tasarım Kongresi, Nisan 2019, İstanbul. Yayınlandı.
- 4.** Merve Pehlivan, Sinem Şimşek, Sunullah Özbek ve Belma Özbek, Makale, "Optimization of reactive blue 19 dye removal by iron based magnetic aluminium oxide nanocomposite as novel nanoadsorbent", Chemical Engineering Communications, Hakem değerlendirmesinde.
- 5.** Yağizer YAVUZ, Sunullah ÖZBEK, Serdar SALMAN. Sözlü Sunum, "Nano-kompozit malzeme üretimi için mikronize sünger demir tozları İle Nano-Metal oksit Tozların Homojen karışım parametrelerinin optimize edilmesi", Zeugma 2. Uluslararası Multidisipliner Çalışmalar Kongresi, Gaziantep. Ocak 2019. Yayınlandı.
- 6.** Merve Pehlivan, Sinem Şimşek, Sunullah Özbek ve Belma Özbek. Makale, "An extensive study on the synthesis of iron based magnetic aluminium oxide nanocomposites by solution combustion method", Journal of Materials Research and Technology, 2019;8(2):1746-1760. Yayınlandı.
- 7.** Merve Pehlivan, Sinem Şimşek, Sunullah Özbek ve Belma Özbek. Poster Sunum, "An optimization study on the adsorption of reactive blue dye onto iron based magnetic alumina from aqueous solutions", 23rd International Congress of Chemical and Process Engineering, CHISA, 2018, Prague. Yayınlandı.
- 8.** Merve Pehlivan, Sinem Şimşek, Sunullah Özbek ve Belma Özbek. Sözlü Sunum, "Synthesis and characterization of Fe-Al₂O₃ nanoparticles by solution combustion method", 23rd International Congress of Chemical and Process Engineering, CHISA, 2018, Prague. Yayınlandı.
- 9.** Merve Pehlivan, Sinem Simsek, Sunullah Ozbek ve Belma Ozbek. Sözlü Sunum, "Effects of synthesis method on Al₂O₃ nanoparticle generation", International Conference on Environment, Agriculture and Biotechnology (ICEABT). Şubat 2018. Yayınlandı.

10. Merve Pehlivan, Sinem Simsek, Sunullah Ozbek ve Belma Ozbek, Sözlü Sunum, “Characterization Study on Alumina Nanoparticles Synthesized by Solution Combustion Method”, International Conference on Environment, Agriculture and Biotechnology (ICEABT). Şubat 2018. Yayınlandı.

TEŞEKKÜR

Bu araştırma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK), Proje No: 315M495 tarafından desteklenmiştir.

Üretim ve kaynak uygulamaları Gedik Kaynak A.Ş. tesislerinde gerçekleştirilmiştir.

KAYNAKLAR

- [1] S. Babu, The mechanism of acicular ferrite in weld deposits, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 8 Iss. 3–4, (2004) 267-278.
- [2] J.-S. Byun, J.-H. Shim, J.-Y. Suh, Y.-J. Oh, Y.W. Cho, J.-D. Shim, D.N. Lee, Inoculated acicular ferrite microstructure and mechanical properties, *Materials Science and Engineering A* 319–321, (2001) 326-331.
- [3] C. Wang, M. Wang, J. Shi, W. Hui, H. Dong, Effect of microstructural refinement on the toughness of low carbon martensitic steel, *Scripta Materialia*, 58, Iss.6, Iss.6 (2008) 492-495.
- [4] F.R. Xiao, B. Liao, Y.Y. Shan, G.Y. Qiao, Y. Zhong, C. Zhang, K. Yang, Challenge of mechanical properties of an acicular ferrite pipeline steel, *Material Science and Engineering A*, 431, Iss. 1-2, (2006) 41-52.
- [5] H. K. D. H. Bhadeshia, *BAINITE IN STEELS. Transformations, Microstructure and Properties*. Second edition, IOM Communications Ltd, 2001.
- [6] F. Barbaro, P. Krauklis, K. E. Easterling, Formation of acicular ferrite at oxide particles in steels, *Materials Science and Technology*, 5(11), (1989) 1057-106.
- [7] J.-S. Byun, J.-H. Shim, Y.W. Cho, D.N. Lee, Non-metallic inclusion and intragranular nucleation of ferrite in Ti-killed C–Mn steel, *Acta Materialia*, 51, (2003) 1593–1606.
- [8] M. Fattahi, N. Nabhanian, M. Hosseini, N. Arabiyan, E. Rahimi, Effect of Ti-containing inclusions on the nucleation of acicular ferrite and mechanical properties of multipass weld metals, *Micron* 45, (2013) 107-114.

- [9] M. Fattahi, N. Nabhania, M.R. Vaezib, E. Rahimi, Improvement of impact toughness of AWS E6010 weld metal by adding TiO₂ nanoparticles to the electrode coating, *Materials Science and Engineering A* 528, (2011) 8031-803.
- [10] M. Fattahi, N. Nabhania, E. Rafiee, M. Nasibi et al., Effect of Ti-based inclusions and acicular ferrite on the corrosion performance of multipass weld metals, *Materials Chemistry and Physics*, 146, (2014) 105-112.
- [11] A.R.Dabiri, R.Yousefi Mojallal, E.Ahmadi, M.Fattahi, Effect of ZrO₂ nanoparticles on the impact properties of shielded metal arc welds, *Materials Letters*, 158, 2015, 325-328.
- [12] Kocak, M. Chen, L. Terlinde, G. Gnirss G., Schwalbe, K.-H.1990. "CTOD Testing of HAZ and Analysis of Pop-In Behavior", *J. Offshore Mech. Arct. Eng.* 112(3), 214-222, (9 pages) doi:10.1115/1.2919859History: Received June 21, 1989; Revised October 24, 1989.
- [13] Koçak, M. ; Ventzke, V., Watzlaw, M., Bohm, K-H., Merhof, P. 2003. "Parameter study into the friction welding of the intermetallic TiAl and the alloy Ti6Al4V", *Welding and Cutting* 2, [2] 90-96.
- [14] Bohm, K-H., Ventzke, V., Koçak, M., Merhof, P., Watzlaw, M. 2003. "Parameterstudie zum Reibschweißen der intermetallischen Legierungen TiAl und Ti6Al4V", *Schweißen und Schneiden* 55, [1] 20-27.
- [15] Fricke, W., Zacke, S., Koçak, M., Eren, S. E. 2010. "Festigkeit von mit großem Luftspalt verschweißten Stößen von Schiffssektionen", *Schweißen und Schneiden* 62, [12] 680-687.
- [16] Zacke, S., Fricke, W., Eren, S. E., Koçak, M. 2011. "Strength of block joints welded with large gaps", *Welding and Cutting* 10, [2] 111-117.
- [17] Choi, C.J., Tolochko, O., Kim, B.K. 2002. "Preparation of iron nanoparticles by chemical vapor condensation", *Materials Letters*, 56 (3), pp. 289-294.
- [18] Lee, D.W., Tolochko, O., Choi, C.J., Kim, B.K. 2002. "Aluminium oxide dispersion strengthened copper produced by thermochemical process", *Powder Metallurgy*, 45 (3), pp. 267-270.
- [19] Tolochko, O.V., Klimova, O.G., Ordanian, S.S., Cheong, D.-I., Kim, Y.M. 2009. "Effects of tungsten nanoparticles additions on the densification of micron size tungsten powder", *Reviews on Advanced Materials Science*, 21 (2), pp. 192-199.
- [20] Nasibulin, A.G., Koltsova, T., Nasibulina, L.I., Anoshkin, I.V., Semench, A., Tolochko, O.V., Kauppinen, E.I. 2013. "A novel approach to composite preparation by direct synthesis of carbon nanomaterial on matrix or filler particles", *Acta Materialia*, 61 (6), pp. 1862-1871.
- [21] Nasibulina, L.I., Koltsova, T.S., Joentakanen, T., Nasibulin, A.G., Tolochko, O.V., Malm, J.E.M., Karppinen, M.J., Kauppinen, E.I. 2010. "Direct synthesis of carbon nanofibers on the surface of copper powder", *Carbon*, 48 (15), pp. 4559-4562.
- [22] Werman K.-2003-Welding Process Handbook-Woodhead Publishing.
- [23] Oğuz B.-1989-Ark Kaynağı-Oerlikon Yayınları.

- [24] Ed.Werman K.,Linden G.-2006-MIG Welding Guide-Woodhead Publishing Limited
- [25] Gülsöz A.-2000-Özgül Kaynak Tellerinin Önemi ve Kaynak Özellikleri-Mühendis ve Makine
- [26] Mahmoud M., Majid G., Frostevarg, J., Kaplan, A. F.H. 2013. "An investigation on stability of laser hybrid arc welding", *Optics and Lasers in Engineering*, Volume 51, Issue 4, Pages 481–487.
- [27] Claus B., Flemming, O. O. 2005. "Review of laser hybrid welding", *J. Laser Appl.* 17, 2.
- [28] Piekarska, W., Kubiak, M. 2011. "Three-dimensional model for numerical analysis of thermal phenomena in laser–arc hybrid welding process", *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Volume 54, Issues 23–24, Pages 4966–4974.
- [29] Suder, W. S., Ganguly, S., Williams, S., Paradowska, A.M., Colegrove, P. 2011. "Comparison of joining efficiency and residual stresses in laser and laser hybrid welding", *Science and Technology of Welding and Joining*, Volume 16, Issue 3, pp. 244-248.
- [30] Banarjee, S., (2016). "Alumina nanoparticles and alumina-based adsorbents for wastewater treatment", *Nanomaterials for Wastewater Remediation*, 239-272.
- [31] Raab, C., Simkó, M., Fiedeler, U., Nentwich, M., Gázsó, A., (2011). "Production of nanoparticles and nanomaterials", *NanoTrust-Dossier*, 6:1-4.
- [32] Afre, R. A., Soga, T., Jimbo, T., Kumar, M., Ando, Y., Sharon, M., Somani, P. R., Umeno, M., (2006). "Carbon nanotubes by spray pyrolysis of turpentine oil at different temperatures and their studies", *Microporous and Mesoporous Materials*, 96:184–190.
- [33] Varma A., Mukasyan, A. S., Rogachev A. S., Manukyan, K. V., (2016). "Solution Combustion Synthesis of Nanoscale Materials", *Chemical reviews*, 116(23):14493–14586.
- [34] Sharma A., Modi O. P., ve Gupta G. K., 'Effect of fuel to oxidizer ratio on synthesis of Alumina powder using Solution Combustion Technique-Aluminium Nitrate & Glycine combination', *Advances in Applied Science Research*, 2012, 3 (4):2151-2158.
- [35] Saker S., Rasouli S., Ghasemi E., ve Tahmasebi K., 'Solution Combustion Synthesis of Nano Crystalline Alumina Powders', *Journal of Materials Science and Engineering*, 2010.
- [36] Freitas N. L., Fagury-Neto E., Lira H. L., Gama L., Kiminami R. H. G. A., ve Costa A. C. F. M., 'Combustion Synthesis of α -Al₂O₃ Powders', 1Federal University of Campina Grande, Department of Materials Engineering, 58109-970, Campina Grande PB, Brazil
- [37] Zhang, J., Guo, Q., Liu, Y., Cheng, Y., (2012). "Preparation and Characterization of Fe₂O₃/Al₂O₃ using the Solution Combustion Approach for Chemical Looping Combustion", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51:12773–12781.
- [38] Kakooei, S., Rouhi, J., Dehjangi, A., Mohammadpour, E., Alimanesh, M., "Synthesis and Characterization of Al₂O₃: Fe Nanoparticles Prepared via Aqueous Combustion", *Caspian Journal of Applied Sciences Research*, 1(12):1-7.

- [39] Wang, B., Yan, R., Lee, D. H., Zhenga, Y., Zhaoa, H., Zheng, C., (2011). "Characterization and evaluation of Fe₂O₃/Al₂O₃ oxygen carrier prepared by sol-gel combustion synthesis", Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 91:105-113.
- [40] Thomas, K., Michailov, V. G., u. Wohlfahrt, H. 2000. "Zähigkeitsuntersuchungen an schmalen Verfahreneinflusszonen pressstumpfgeschweißter Stähle", Zeitschrift , Schweißen und Schneiden, 52 H.12, 734-745.
- [41] Düding, M. Franik, D. Herrmann, J. Michailov, V. Rosert, R. 2012. "Legierungssysteme für Fülldrähte zum MSG-Schweißen von Aluminium-Knet- und Druckgusslegierungen", DVSBerichte Band 286, S. 256 – 262.
- [42] Dreibati, O., Ossenbrink, R., Doynov, N., Michailov, V. G. 2012. "Physical and numerical simulation of thermo-mechanical properties in the weld heat affected zone of an AlMgSi-alloy", Materials Science Forum Vols. 706-709, S. 1491 – 1496.
- [43] Lockan, T. Kloshek, A. Wache W., Michailov, V. 2012. "Verschleißschutzuntersuchungen von UP-Auftragschweißungen an Turassen von Tagebaugroßgeräten", DVSBerichte Band 286, S. 13 – 19.
- [44] Michailov, V., Dreibati, O., Ossenbrink, R., Schweizer, F.:2013. "Rechnergestützte Vorhersage der Kaltrissneigung laserstrahlgeschweißter Bauteile aus hochfesten Stählen – Teil 2: Simulation von Gefüge, Spannungen, Dehnungen und Wasserstoffverteilungen beim Schweißen", Schweißen und Schneiden 65, Heft 12, S. 832 – 836.

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Prof. Dr. SUNULLAH ÖZBEK
Proje No:	315M495
Proje Başlığı:	Yüksek Kaynak Özelliklerine Sahip Nano Partikül Alaşımılı Özlü Kaynak Tellerinin Geliştirilmesi
Proje Türü:	Uluslararası
Proje Süresi:	36
Araştırmacılar:	ALİ SELÇUK KESKİNKILIÇ, İLKNUR KOÇAŞ KOZBE, POLAT TOPUZ
Danışmanlar:	MUSTAFA KOÇAK
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	İSTANBUL GEDİK Ü. MÜHENDİSLİK F.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	15/03/2016 - 15/06/2019
Onaylanan Bütçe:	531063.0
Harcanan Bütçe:	451429.97
Öz:	<p>Boru hatları veya kıyıdan uzak rüzgar parkları gibi birçok yapı, yüksek mukavemet ve iyi işleme yeteneklerine sahip malzemelerden imal edilirler ve bu yapılarda yüksek tokluk büyük önem arz etmektedir. Adı geçen yapıları oluşturmak için, bu tür malzemelerin birleştirilmesi gerekmektedir. Bu tür yapıların kaynaklı birleşim bölgelerindeki düşük tokluk, stabiliteyi ve güvenilirliği etkileyen en önemli problemlerden biridir. Kaynak dikişinin ve ısıdan etkilenen bölgenin (Isının Tesiri Altındaki Bölge /ITAB) tokluğu, ana metalin tokluğu düzeyinde muhafaza edilmelidir. Bu tür yapılardan beklenen son derece yüksek seviyedeki özellikler, araştırmacıları yeni kaynak yöntemlerini ve kaynak malzemelerini geliştirmeye özendirmiştir. Örnek olarak, yeni ve henüz yeterince test edilmemiş lazer hibrit kaynak yöntemi söylenebilir. Bununla beraber, bilinen kaynak yöntemleri uygulamalarında, kaynak dikiş kalitesini artırmak için yeni nesil kaynak sarf malzemelerinin geliştirilmesine ihtiyaç duyulmuştur. Bu çalışmanın amacı da söz konusu ihtiyaca cevap verebilecek nano teknoloji ile üretilen Al₂O₃, TiO₂ ve ZrO₂ tozları veya Fe-Al₂O₃ gibi nano kompozit tozları içeren yeni tip özlü kaynak telleri (Flux Cored Wires /FCW) geliştirmektir. Bu oksitler, yüksek tokluk ile metalürjik olarak ince taneli mikroyapı üreterek kaynak metal dolgusu üzerinde olumlu bir etki sağlayacaktır. Yapılan nanotoz sentezleri ve bunların üretime uygulama çalışmaları sonucu elde edilen ürünler standart mekanik testlere tabi tutulmuştur. Sonuçlar, tokluğun standart özlü kaynak teli ile yapılan kaynaklara göre önemli ölçüde iyileştirdiğini, -20oC da yapılan testlerde yaklaşık %30 artış sağladığını göstermiştir.</p>
Anahtar Kelimeler:	Özlü kaynak teli, nano-kompozit tozlar, yüksek kaynak özellikleri, tokluk.
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır