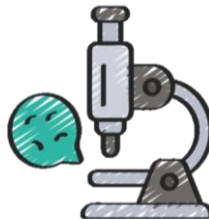




T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
KİMYA-METALÜRJİ FAKÜLTESİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

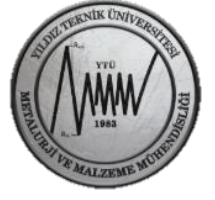
2021-2021 BAHAR
LABORATUVAR-II
DENEY FÖYÜ





İÇİNDEKİLER

LABORATUVAR GÜVENLİĞİ TALİMATI	3
1. CEVHER HAZIRLAMA	4
2. KUM KALIPLAMA, ERGİTME ve DÖKÜM DENEYİ	13
3. SERTLEŞEBİLİRLİK VE JOMİNY TESTİ	22
4. KİMYASAL KARAKTERİZASYON DENEYLERİ	28
5. METALOGRAFİ DENEYLERİ	35
6. MALZEMELERİN OPTİK ÖZELLİKLERİ	43
7. SERAMİK PROSESİ	47
8. SOL-JEL DENEYİ	50
9. BİYOSERAMİK DOKU İSKELESİ ÜRETİMİ	61



LABORATUVAR GÜVENLİĞİ TALİMATI

1. Çanta, palto, mont vb. malzemeler mümkün olduğunca laboratuvara getirilmemelidir. Bu grup malzemelerin laboratuvara getirilmesi halinde, malzemeler laboratuvar sorumluları tarafından belirlenen yerlerde muhafaza edilmelidir.
2. Çalışma esnasında saçlar uzun ise mutlaka toplanmalı, sallantılı küpe ve bilezik vb takılmamalıdır. Ellerde kesik, yara ve benzeri durumlar varsa bunların üzeri ancak su geçirmez bir bantla kapatıldıktan sonra laboratuvarında çalışılmalı, Laboratuvarında giyilecek ayakkabıların burnu açık olmamalıdır.
3. Laboratuvarında çalışıldığı sürece gözü ve cildi korumak amacıyla kişisel koruyucu ekipmanlar (eldivenler, maskeler, göz/yüz koruyucular, işitme koruyucu, çalışma giysisi) kullanılmalıdır.
4. Laboratuvarında herhangi bir şey yenilip içilmemeli, çalışırken eller yüze sürülmemelidir.
5. Eczadolabında neler bulunduğu, yangın söndürme cihazının nasıl çalıştığı bilinmelidir. Bu konuda görevliden bilgi edinilmelidir.
6. Laboratuvarında, başkalarının dikkatini dağıtıcı hareketler yapılmamalıdır. Laboratuvarında oyun oynanmamalı ve asla şaka yapılmamalıdır.
7. Laboratuvarında çalışmalar için laboratuvar defteri tutulmalıdır. Yapılan çalışma ve gözlemler mutlaka bu deftere kaydedilmelidir.
8. Çeşmeler, gaz muslukları ve elektrik düğmeleri, çalışmadığı zamanlarda kapalı tutulmalıdırlar.
9. Paslanmalar için metalik yapılı laboratuvar araçları nemli bırakılmamalıdır.
10. Atılacak katı maddeler laboratuvar içerisinde belirlenen çöp kutularına atılmalıdırlar.
11. Laboratuvarında meydana gelen her türlü olayı, laboratuvarı yönetenlere anında haber verilmelidir.
12. Laboratuvarı yönetenlerin izni olmadan hiçbir madde ve malzeme laboratuvardan dışarı çıkarılmamalıdır.
13. Kullanıldıktan sonra her bir eşya, alet veya cihaz yöntemine uygun biçimde temizlenmelidir. Laboratuvardan çıkınca eller mutlaka yıkanmalıdır.
14. Mikroskop kullanımdan önce objektif ve oküler kısmı her kullanımdan önce ve sonra bir bez yardımıyla dikkatlice merceğe zarar vermeden temizlenmelidir.
15. Tüm asitler ve alkaliler sulandırılırken daima suyun üzerine ve yavaş yavaş dökülmeli, asla tersi yapılmamalıdır.
16. Asit, baz gibi aşındırıcı - yakıcı maddeler deriye damladığı veya sıçradığı hallerde derhal bol miktarda su ile yıkanmalıdır. Olaydan mutlaka laboratuvar sorumlusu bilgilendirilmelidir.
17. Elektrikle uğraşırken eller ve elektrik düğme ve prizleri kuru olmalıdır. Elektrik fişlerikordondan çekilerek çıkarılmamalıdır.



1. CEVHER HAZIRLAMA

DENEYİN AMACI

Bu deneyde, cevher hazırlamada kırma, öğütme ve boyuta göre ayırma kademelerinin incelenmesi, proses parametrelerinin saptanması ile ayrıca cevher zenginleştirme işlemlerinden biri olan flotasyon işleminin incelenmesi amaçlanmaktadır.

TEORİK BİLGİLER

CEVHER HAZIRLAMADA GENEL TERİMLER

Cevher: Doğrudan doğruya veya bazı işlemler sonucu zenginleştirilerek endüstride tüketim yeri bulunabilen ve ekonomik değeri olan bir veya birkaç mineralden oluşmuş kayadır. Cevher, metal üretiminin hammaddesini teşkil eder. Değerli mineraller metalik elementleri içermiyorsa cevher tabiri yerine endüstriyel hammadde deyimi kullanılır.

Mineral: Mineral doğal şekilde oluşan homojen, belirli kimyasal bileşime sahip ve belirli bir kristal öz yapıları olan inorganik kristalleşmiş katı bir cisimdir.

Konsantre: Cevher hazırlama veya zenginleştirme işlemleri sonucunda oluşan ve ham cevherden ayrıştırılması hedeflenen minerallerin zenginleştirilmesi yöntemiyle elde edilen ürüne denir.

Tenör: Bir cevher içerisindeki metal yüzdesidir.

CEVHER HAZIRLAMA VE ZENGİNLEŞTİRME

Tabiatta bulunan düşük tenörlü cevherin içerisindeki ana metal mineralinin yüzdesinin yükseltilmesi işlemidir.

Ana metal minerali ile gang minerallerinin farklı özelliklerinden yararlanılarak mineraller birbirinden kısmen ayrılarak cevher hazırlama veya zenginleştirme işlemi ile gerçekleştirilir.

Cevher hazırlama ekonomik ve teknolojik sebeplerden dolayı uygulanır.

Cevher Hazırlamayı Gerektiren Teknolojik Nedenler

Bazı cevherlerin, teknolojik olarak üretilebilmesi için belli koşulları (tane boyutu, tenör ve element içeriği) sağlaması gerekmektedir. Bu koşullara örnekler aşağıda verilmiştir.

Örnek 1. Cam yapımında kuvars kumu için; $0,1 \text{ mm} < \text{Tane Boyutu} < 0,5 \text{ mm}$ ve $\% \text{Fe}_2\text{O}_3 < \%0,05$ olmalıdır.

Örnek 2. Pik demir üretiminde kullanılan demir cevheri için; $10 \text{ mm} < \text{Tane Boyutu} < 100 \text{ mm}$ olmalıdır. Bunun için kırma, öğütme ve sinterleme-peletleme uygulanmaktadır. Ayrıca $\% \text{P}$ ve $\% \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} < \%0,1$ olmalıdır.



Örnek 3. Manyezit cevherinden yüksek kalitede kalsine manyezit veya sinter manyezit üretebilmek için: %SiO₂<%0,5 ve 2 mm< Tane Boyutu<30 mm olmalıdır.

Cevher Hazırlamayı Gerektiren Ekonomik Nedenler

Temel olarak iki neden vardır:

- Ocaklardan üretildiği şekilde ekonomik olmayan bir cevherin ekonomik duruma getirmek, (Örneğin, %5 Pb içeren bir cevherden doğrudan kurşun metal üretmek hiçbir zaman ekonomik değildir. Cevher hazırlama işlemleri ile kurşun tenörü %60'a çıkarılarak ekonomiklik sağlanır.
- Ocaklardan üretildiği şekilde ekonomik olan bir cevherin ekonomikliğini daha da arttırmak.

Örneğin, %50 Fe içeren bir cevherden doğrudan pik demir üretmek ekonomik olmaktadır fakat demir tenörünün %50'nin üstüne çıkarılması ekonomikliği daha da artırır.

CEVHER HAZIRLAMA İŞLEMLERİ

KIRMA: Kırıcılar yardımı ile yapılan kaba boyut küçültmedir. Kaba Kırma (ortalama 100 mm tane boyutu) ve ince Kırma(1-10 mm tane boyutu) olmak üzere iki aşamada uygulanır.

ÖĞÜTME: Öğütücüler yardımı ile yapılan ince boyut küçültmedir (0,1 mm tane boyutu altı).

ELEME: Elekler yardımı ile yapılan boyut tasnifidir.

BOYUTA GÖRE AYIRMA: Minerallerin yoğunluk, manyetik, elektriksel ve yüzey özelliklerinden yararlanılarak kısmen birbirinden ayrılmasıdır.

KIRMA

Kırma, boyut küçültme işleminin ilk aşamasıdır. Cevherin içerdiği farklı minerallerin birini diğerinden serbest hale getirmek, prosese uygun boyut ya da yüzey alanı veya kullanım amacına uygun boyut sağlamak amacı ile yapılmaktadır.

Kırmada uygulanan kuvvetler; darbe, sıkıştırma veya ezme, kesme ve sürtünme kuvvetleridir. Kırma işlemi için kullanılan cihazlar kırıcı olarak adlandırılır. Tanelere baskı, darbe ve kesme kuvveti uygulayarak onları daha küçük tane boyutlarına indiren mekanik araçlardır.

Kırma makinaları özellikle ürün özellikleri, makina maliyetleri ve enerji kullanımı gibi dizayn özellikleri açısından bir gelişim içindedir. Bu nedenle çok çeşitli şekil, yapı ve boyutlarda makinalar cevher hazırlama işlemlerinde kullanılmaktadır.

Kırma 200-0.5 cm arasındaki tane boyutlarına uygulanmaktadır. 200-10 cm arasında yapılan kırmaya iri kırma; 10-0.5 cm arasında yapılan kırmaya ise ince kırma adı verilmektedir.



Çeneli, konili ve çekiçli kırıcılar cevher hazırlama tesislerinde en yaygın olarak kullanılan kırıcı tipleridir.

İstenilen boyuta kırılmış malzemenin kırma devrelerinden alınması ya da malzemenin boyuta göre sınıflandırılmasında; uygulanan prosese, cevherin yapısına, boyutuna, fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre değişik elekler kullanılır. Bunlar; elek yüzeyinin yapısına göre saç, tel örgülü ve paralel çubuklu elekler; çalışma şekline göre hareketsiz (sabit ızgara ve sabit kavisli elek) ve hareketli (hareketli ızgara, döner elekler, sallantılı elekler ve titreşimli elekler) olarak sınıflandırılmaktadır.

ÖĞÜTME

Öğütme, kırma sonrası boyut küçültme işleminin son aşamasıdır. Cevherin içerdiği farklı minerallerin birini diğerinden serbest hale getirmek, prosese uygun boyut ya da yüzey alanı veya kullanım amacına uygun boyut sağlamak amacı ile yapılmaktadır. Öğütmede uygulanan kuvvetler; **darbe, sıkıştırma veya ezme, kesme ve sürtünme kuvvetleridir.**

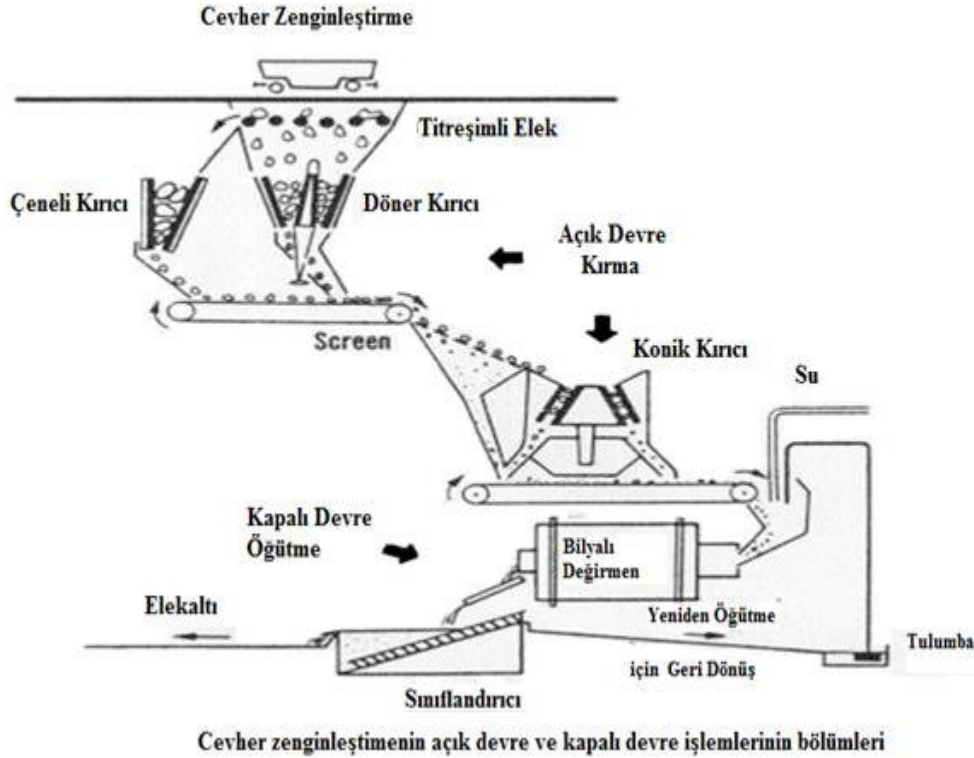
Öğütme işlemi için kullanılan cihazlar **değirmen** olarak adlandırılır. Değirmenler, öğütme devrelerinde, öğütülecek cevhere ve öğütme sonrası istenilen ürünün boyutuna göre seçilir. **Bilyalı ve çubuklu değirmenler** cevher hazırlama tesislerinde en yaygın olarak kullanılanlarıdır. Öğütme, prosesin akışına ve cevherin durumuna göre **yaş** ya da **kuru** olarak yapılır. Öğütme şekline göre, sistemdeki sınıflandırıcı ve diğer proses makinaları seçilir. Kuru öğütme, yaş öğütme ile karşılaştırıldığında yaklaşık 1.3 kat daha fazla güç gerektirir. İstenilen boyuta öğütülmüş malzemenin öğütme devrelerinden alınması ya da malzemenin boyutuna göre sınıflandırılmasında; uygulanan prosese, cevherin yapısına, boyutuna, fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre değişik sınıflandırıcılar kullanılır. Bunlar; **hidrosiklonlar, mekanik sınıflandırıcılar (spiral sınıflandırıcılar, taraklı sınıflandırıcılar, katı merkezkaç sınıflandırıcılar), havalı sınıflandırıcılar** olarak bilinmektedirler.

ELEME

Eleme katı bir malzeme karışımını elekler kullanarak farklı boyutlardaki bileşenlerine ayırma işlemidir. Eleme işleminde kullanılan elekler büyüklüklerine göre sınıflandırılırken "mesh numarası" kavramı kullanılır. Mesh numarası bir elekte birim alan (in^2 veya mm^2) başına düşen delik sayısını göstermektedir.

Eleme ile elek altı ve elek üstü olmak üzere iki ürün elde edilir. Endüstriyel elekler eleminin yapıldığı yüzeyin sabit veya hareketli olmasına göre "sabit elekler" ve "hareketli elekler" olmak üzere iki ana bölüme ayrılır. Sabit eleklerin en basit şekli ızgaralardır. ızgaralar büyük boyutlu malzemelere en uygun olan tiptir. Genellikle eğik olarak yapılırlar ve üzerlerindeki malzemenin aşağı doğru inerken ızgara aralıklarından düşen parçaların ızgara üstünde kalandan ayrılmasını sağlarlar. Hareketli eleklerde tıkanmayı azaltmak amacıyla ızgaralara

çeşitli hareketler verilmektedir. Bu hareketler ile malzeme hem bir yöne doğru itilir hem de eleme kolaylaştırılmış olur.

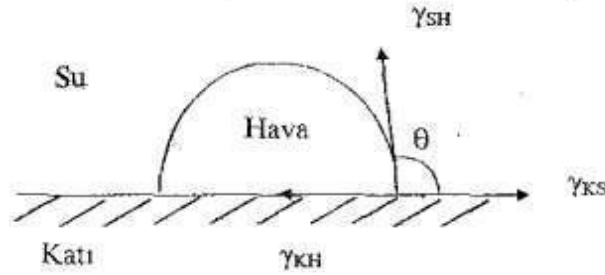


FLOTASYON

Flotasyonun kelime anlamı yüzdürmektir. Cevher hazırlamada ise flotasyon, bir cevherin içindeki çeşitli minerallerden bazılarını su yüzüne çıkararak suyun dibinde kalan diğer minerallerden ayırma yöntemidir. Bu işlemde minerallerin yüzey özelliklerindeki farklılıklardan yararlanılarak ayırma yapılır.

Partiküllerin ıslanabilmesi, flotasyon, aglomerasyon, katı-sıvı ayırımı ve tozun bastırılması gibi pek çok teknolojik prosesi etkileyen önemli parametrelerden biri olduğu bilinmektedir. Katı, sıvı ve gaz fazlarından oluşan flotasyon sisteminde katı faz, sıvıya göre gaz fazını tercih ediyorsa, katıya sıvıyı sevmeyen (hidrofob), gaza göre sıvı fazı tercih ediyorsa, sıvıyı seven (hidrofilik) denir. Hidrofob mineraller düşük yüzey enerjili minerallerdir (kömür, grafit, kükürt, talk...). Katıların ıslanabilirliği/hidrofobluğu ve yüzebilirliği katı-su ve katı-su buharı ara yüzeyleri, kimyasal bağlar, bulk özellikleri, katıların kristal yapısı ve katının su ile reaksiyona girebilmesi gibi özellikler açısından incelenmiştir.

Katı, sıvı ve hava üçlü sisteminde yüksek temas açısı (θ) katının sıvı tarafından ıslatılmasının minimum olduğu anlamına gelir. Katı, sıvı, hava üçlü sistemindeki kuvvetler Şekil 1'de görüldüğü gibidir. Üçlü fazın dengede olduğu durum Young Eşitliği ile ifade edilmektedir.



$$\text{Young Eşitliği: } \gamma_{KS} = \gamma_{KH} + \gamma_{SH} \cos \theta$$

$$\cos \theta = (\gamma_{KS} - \gamma_{KH}) / \gamma_{SH}$$

Şekil 2. Katı, sıvı, hava üçlü sistemindeki kuvvetler ve Young Eşitliği

Minerallerin veya katıların ıslanma ve yüzebilme karakterlerini deneysel ve ampirik olmak üzere pek çok yöntemle tayin etmek mümkündür. Bu tekniklerden elde edilen sayısal değere sahip parametre "kritik ıslanma yüzey gerilimi, γ_c 'dir. Bu γ_c değerinden düşük sıvı yüzey gerilimlerinde mineral bu çözelti tarafından tamamıyla ıslanmak suretiyle hidrofobluk veya yüzebilirlik özelliğini kaybeder. İyi bir temas açısının (katı-sıvı-hava ara yüzeyleri arasında), yani $\theta > 0$ olması için kullanılan sıvının yüzey geriliminin (γ_{SH}) mineralin γ_c değerinden büyük olması gerekmektedir. Bu da flotasyonun başarılı olmasını gerektiren koşullardan birincisidir. Düşük yüzey enerjili mineraller ($\gamma_c < 72$ din/cm), Kritik ıslanma Yüzey Enerjilerinden (γ_c) daha düşük yüzey enerjili sıvılar tarafından ıslatılırlar. Flotasyon sisteminde iki katının selektif olarak ayrılması katılardan birinin flotasyon çözeltisi tarafından kısmen ıslatılırken veya hiç ıslanmazken diğer katının çözelti tarafından tamamen ıslatılmasına dayanır ($\theta = 0$ hali). Kısmen ıslanan katı, hava kabarcığına tutunarak yüzer.

Minerallerin veya katıların hidrofobluğunu, dolayısı ile ıslanmadığını ve iyi flotasyonu tayin eden γ_c değerinin eldesi için kullanılan birçok teknikten en çok kullanılan iki tanesi "temas açısı ölçümü yöntemi" ve "flotasyon yöntemidir".

Flotasyonun cevher hazırlamada uygulama alanları şunlardır;

Metalik cevherlerin flotasyonu

Metalik olmayan cevherlerin

flotasyonu Katı yakıtların temizlenmesi

Flotasyonun avantajları şunlardır;

Çok ince taneli cevherlerin zenginleştirilebilmesi

Kompleks cevherlerin zenginleştirilmesi



Sonuç ürün tenorunun istenildiği gibi kontrol edilmesi

Flotasyon ile zenginleştirmede minerallerin yoğunluk farkının önemli olmaması.

Flotasyonun dezavantajları şunlardır;

Gravite ve manyetik ayırma yöntemlerine göre pahalı olması

Bazen cevheri aşırı öğütmek gerektiği için şlamda metal kaybının fazla olması ve öğütme giderlerinin artması

Çevre kirliliğine neden olması

Flotasyonda Kullanılan Reaktifler

Flotasyonda istenilen minerali veya minerallerin yüzdürülmesi veya bastırılması amacıyla flotasyon ortamına çeşitli reaktifler eklenir. Bu reaktifleri aşağıdaki gibi sıralamak mümkündür.

Kollektörler (Toplayıcılar): Yüzdürülmesi istenen mineral veya minerallerin yüzeylerine adsorplanmak suretiyle yüzey özelliklerini değiştirerek onlara hidrofob (suyu sevmeyen) özellik kazandıran kimyasal maddelerdir.

Köpürtücüler: Flotasyon devrelerinde özel olarak köpük meydana getiren kimyasal maddelerdir. Köpükleştiricilerin temel hedefi yeterli hacim ve dayanıklılıkta bir köpük oluşturabilmektir. Flotasyon hücrelerinden çıktıktan sonra ise kolayca patlayabilmelidir.

Kontrol Reaktifleri: Flotasyon şartlarını ayarlamakta kullanılan reaktiflerdir.

i) Bastırıcı Reaktifler: Flotasyonda yüzmesi istenmeyen mineral veya minerallerin bastırılması amacıyla kullanılan reaktiflerdir. Bu reaktifler mineral yüzeyine kollektör adsorpsiyonunu azaltırlar.

ii) Aktifleştirici (Canlandırıcı) Reaktifler: Mineral veya minerallerin yüzeylerine kollektör adsorpsiyonunu arttıran reaktiflerdir.

iii) Diğer Kontrol Reaktifleri: Bu gruptaki reaktifler; suyun sertliğini gideren, flotasyona zararlı iyonları bağlayan, pülp içinde bazı minerallerin flokülasyonunu ve bazı minerallerin de dispersiyonunu sağlayan reaktiflerdir.

Flotasyon Makineleri

Flotasyon makinaları genellikle seri halinde birbirini takip eden hücrelerden (selül) oluşmuştur. Her hücre bir evvelki hücrenin artığını alarak flotasyon işlemine tabi tutar. Her hücre arasında artığın geçebilmesi için bir bağlantı veya ara yerlerinde de artık akış plakası bulunur. Hücre içindeki pülp hava girişi ve pülpün karıştırılması için üç şekilde gerçekleşir;

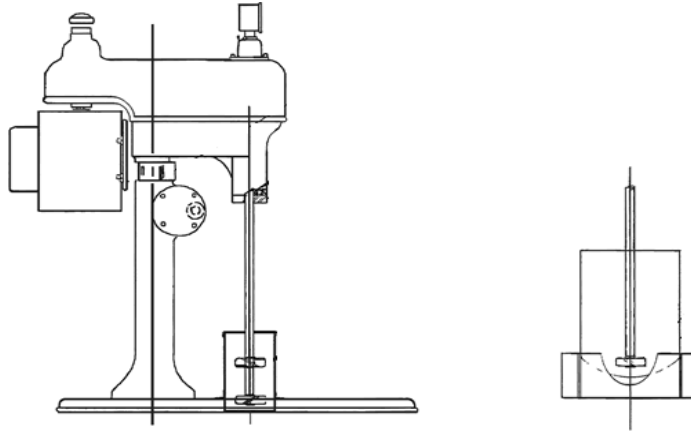
Kendi kendine havalandırılmalı mekanik hücre (Ajitasyon)

Hava üfleli mekanik karıştırılmalı hücre (Sub-aerasyon)

Hava üfleli, hava ile karıştırılmalı hücre (Pnömatik)

Bu özellikler, değişik tipteki hücrelerin yapımında esas alınmaktadır.

Halen endüstride en çok kullanılan hücre tipleri Denver, Fagergren, Humbold, Massco gibi firmaların imal ettiği kendi kendine havalandırılmalı mekanik hücre tipleridir.



Şekil 3. Denver flotasyon makinesi

DENEYDE KULLANILAN MALZEME VE CİHAZLAR

- Çeşitli Kırıcı ve Öğütücüler
- Elekler ve Eleme Cihazı
- Denver Flotasyon Makinesi
- Pipet, Piset, Emaye Kaplar
- Hassas Terazî
- Reaktifler (Toplayıcı, Köpürtücü)
- Deney Numunesi (İnce Galen Cevheri)

DENEYİN YAPILIŞI

Cevher Hazırlama Deneyi

- ✓ Parçacık boyut dağılımı incelenecek karışımı tartılır ve ağırlığını kaydedilir. Tartılan karışım kırıcıya beslenir ve kırıcı çalıştırılarak kırma işlemini gerçekleştirilir. Kırılan parçacıklar kırıcıdan çıkarıldıktan sonra tekrar tartılır ve ağırlıkları kaydedilir.



- ✓ Elekler, mesh numaralarına göre büyükten küçüğe doğru üst üste sıralanır ve eleme cihazına yerleştirilir. Ardından Elek setinin en üstündeki eleğe kırılmış olan cevher beslenir.
- ✓ Elek setinin vidalarını sıkıştırılır ve cihaz on dakika süreyle çalıştırarak, eleme işlemi gerçekleştirilir.
- ✓ Elek setini makinadan alınarak, her elekte kalan malzeme miktarı Çizelge 1.1'e kaydedilir ve toplam elenmiş madde miktarı Çizelge 1.1'e kaydedilir.
- ✓ Elekleri ve deney düzeneğini temizlenir.

Flotasyon Deneyi

- ✓ -200 μm tane boyutundaki 200 g galen cevheri tartılıp, flotasyon selülünün hacmine bağlı olarak %20 katı oranı olacak şekilde ayarlanır. Selül, flotasyon makinesine yerleştirilerek makine çalıştırılır ve pülpe karıştırılır. Pülpe 5 dakika boyunca karıştırma işlemi yapılarak kondisyon verilir.
- ✓ Galen cevheri için kullanılan uygun kollektör, pülpe 1-2 damla katılarak karıştırma işlemine 5 dakika daha devam edilir.
- ✓ Yüzeyleri hidrofob hale gelmiş minerallerin yüzdürülmesi için ortama köpük oluşumunu sağlayan köpük yapıcı, 1 damla eklenir. Köpük yapıcı eklendikten sonra 1-2 dakika daha kondisyon verilir.
- ✓ Son kondisyon süresi sona erdikten sonra flotasyon cihazının hava giriş musluğu açılarak pülpe hava verilir. Yüzeyi hidrofob hale gelmiş olan mineral veya mineraller hava kabarcığına yapışarak köpük halinde yüzeyde toplanırlar. Köpükler yüzeyden sıyrılarak ayrı bir kapta konsantre olarak toplanır ve yüzdürülecek mineralin yeteri kadarı yüzdürüldükten sonra işlem sonlandırılır.

İSTENENLER VE ÖDEVLER

1. Deneyin amacı ve yapılışını yazınız.
2. Her bir elek analizinin sonuçları Çizelge 1.1'de verilen çizelgeye kaydedilecektir.

Çizelge 1.1 Elek analizi verileri ve hesaplamaları

Elek Çapı (mm)	Ağırlık		Kümülatif Eleküstü %	Kümülatif Elekalıtı %
	g	%		
Toplam				



3. Deneyler sonucunda yapılan elek analizlerinden faydalanarak giriş ve çıkış ürünlerinin elek analizi çizelgeleri oluşturulacak ve toplam elek altı ile toplam eleküstü eğrileri çizilecektir.
4. Çizilen iki doğruların kesişim noktasından ortalama tane boyutunu tespit ediniz.
5. Teorik ortalama tane boyutunu aşağıdaki formül ile bulup, doğruların kesişim noktasından bulunan ve teorik olarak hesaplanan ortalama tane boyutlarını kıyaslayınız.

$$\text{Teorik Ortalama Tane Boyutu} = \frac{\sum(X.M)}{100}$$

X=Elek açıklığı veya çapı (tane boyutu ile aynıdır), M=% tane sınıf ağırlığı

6. Flotasyon öncesi öğütülmüş cevher ile flotasyon sonrası konsantre ve artık ağırlıkları belirlenerek Zenginleştirme oranı bulunacaktır (Z=Beslenen Cevher/Konsantre) .

KAYNAKLAR

- [1] Yiğit E., Cevher Hazırlama I, II ders notları, ZKÜ Yayını
- [2] KAYTAZ Y., "Cevher Hazırlama", İTÜ Maden Fakültesi, 1990
- [3] ERGUNALP F. "Cevher hazırlama prensipleri" , İTÜ Yayınları, 1959
- [4] Zeki ÇİZMECİOĞLU, Üretim Metalürjisi Prensip Ders Notları, YTÜ, 2008.

2. KUM KALIPLAMA, ERGİTME ve DÖKÜM DENEYİ

AMAÇ

Kum kalıba döküm ile parça üretimi ve sıvı metal işlemlerinin incelenmesi.

TEORİK BİLGİ

Giriş

Metal esaslı parçaların imalatında beş temel imalat yöntemi kullanılmaktadır; bunlar döküm, plastik şekillendirme, talaşlı işlem, kaynak ve toz metalürjisi. Parça üretiminde bazen bunlardan biri ve çoğunlukla birden fazlası ardışık olarak kullanılmaktadır.

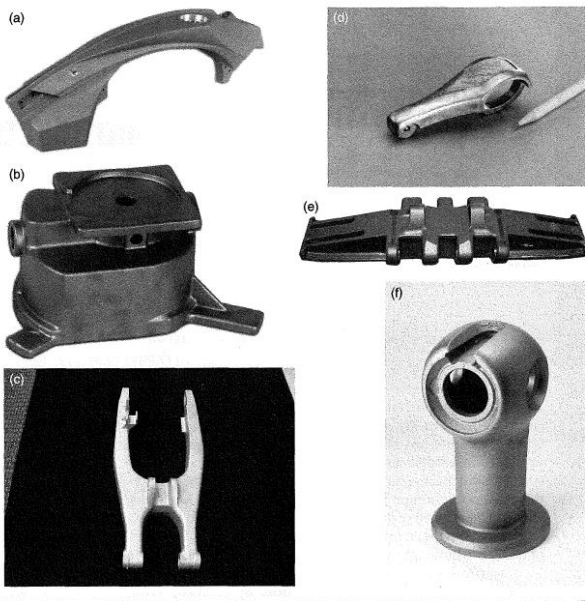


Figure 1 Typical castings in major alloys, **(a)** This motorcycle frame component was produced via the nobake sand casting process in 356 aluminum with T6 treatment temper, **(b)** The bronze alloy used for this dental suction pump was selected for its high strength, mechanical properties, and wear resistance, **(c)** Produced for a racing motorcycle, this one-piece magnesium casting replaced a three-piece aluminum part. The component is 33% lighter than the original, which impacts the overall performance of the bike, **(d)** This miniature zinc casket arm weighs less than 6 oz. **(e)** This NASA component for the space shuttle crawler transporter, produced with modified 4320 steel alloy via V-process casting, met reduced surface hardness requirements while maintaining high material strength, **(f)** This ductile iron green sand casting is the main structural element of the Spartan hydrant, enclosing and protecting its working parts.

Döküm yolu ile biçimlendirmede sıvı metal ve alaşımların akışkanlığından ve bir boşluğu doldurarak şekil alabilme kabiliyetinden faydalanılır. Metal ve alaşımlar ergitilir, bazen bileşim ayarlaması yapılır ve takiben daha önceden hazırlanmış bir kalıba veya boşluğa dökülür ve katılaştır. Yapımı düşünülen parçanın döküm



yoluyla imali için parçanın iç ve dış şeklini verecek bir kalıbın hazırlanması, malzemenin ergitilmesi ve hazırlanan kalıba dökülerek şekillendirilmesi gerekir.

Döküm yöntemleri iki ana gruba ayrılmaktadır;

A- harcanan kalıp kullanan yöntemler

B-kalıcı kalıp kullanan yöntemler

Harcanan kalıp kullanan yöntemlerin başlıcaları: kum kalıba döküm, kabuk kalıba döküm, seramik kalıba döküm, alçı kalıba döküm ve hassas dökümdür.

Kalıcı kalıp kullanan döküm yöntemlerinden başlıcaları; metal kalıba döküm, basınçlı döküm, merkezkaç döküm ve sürekli dökümdür.

Harcanan kalıp kullanan döküm yöntemleri ile parça üretimi ardışık olarak gerçekleştirilen beş temel adımdan oluşmaktadır. Bunlar i) model tasarımı ve imali, ii) kalıp ve maça hazırlama, iii) ergitme ve sıvı metal işlemleri, iv) kalıp doldurma, v) kalıp bozumu ve temizleme işlemleridir.

Model Tasarımı ve İmalatı

Model dökülecek parçanın bir kopyası olup boyutları dökümü yapılacak parçanın boyutlarına, büzülme ve işleme payları ilave edilerek belirlenmektedir. Modeller ahşap, metal, mum / plastik ve alçıdan yapılmaktadır. Modeller a) Tek veya serbest modeller, b) Yolluklu serbest modeller, c) levhaya bağlı modeller (plak model) ve özel modeller olarak dörde ayrılmaktadır. İlk aşamada parçanın göreceği fonksiyon / işlev ve dökümde dizayn kriterleri dikkate alınarak parça şekli tasarlanır. Daha sonra yolluk ve besleyici tasarımı yapılır. Kalıp dolum ve katılma simülasyonları ile model tasarımı olabildiğince mükemmelleştirildikten sonra model imalatı gerçekleştirilir.

Yukarıda anlatıldığı üzere kalıbın hazırlanması için gerekli olan, parçanın şeklini gösteren benzer parçaya "model" denir. Bu model parçalarının birleştiği yerlere "bölme yüzeyi" adı verilir. Karışık şekilli parçalarda modelin kolay işlenmesi, dökülecek parça sayısının fazla olduğu durumlarda modelin dayanıklı olması istenir ve bu doğrultuda model malzemesi seçimi yapılır. Yaygın olarak kullanılan model malzemesi ahşaptır, bunun yanında metal ve plastik modellerde kullanılmaktadır.

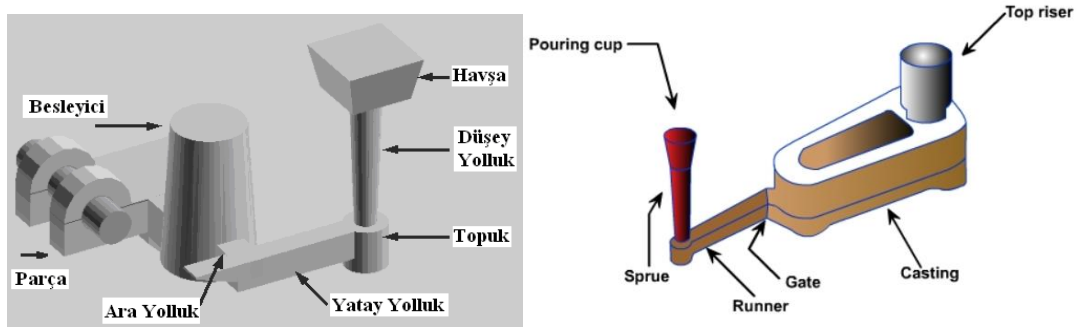
Modellerin yapımında aşağıdaki noktalar dikkate alınır:

a) Boyut Durumu: Katılaşmada metalin kendini çekmesi dikkate alınarak modellerin boyutları belirlenir. Bunun dışında dökme parçanın dökümden sonra işleme durumları imalat resminde gösterilen şartlara uygun paylar verilmek suretiyle büyütülür. Kalıptan kolay sıyrılabilme için modellere belli bir sıyırma açısı verilir.

b) Bölme Yüzeyi: Modellerin kalıplama işleminden sonra kolayca çıkarılması ve bu suretle sıvı metalin katılaşacağı boşluğun oluşturulması için parçaların bölünmesi gerekir. Bu bölümleri oluşturan düzlemler bölme yüzeyi (ayırma yüzeyi) olarak adlandırılır.

c) Maça Başları: Maçanın kalıp içine yerleştirilmesi için fazladan oturma başlıkları yapılır. Modeldeki bu başlıklar kalıpta maçanın yerleşeceği boşlukları oluşturur. Bu boşluklara oturtulan maça kalıp içerisinde sabitlenmiş olur.

d) Yolluk Sistemi: Ergimiş malzemeyi kalıp boşluğuna gönderen özel kanala yolluk denir. Sıvı malzemenin akma süresinde katılaşmaması, akış esnasında kalıbın bozulmaması için yolluğun en uygun yere, dolayısıyla kalıp boşluğunun en alt noktasına yerleştirilmesi gerekir. Kalıp içindeki havanın ve gazların dışarı atılmasına yarayan ve kalıbın dolduğunu gösteren özel kanala “çıkıcı” denir. Bunlar yolluğun tersine parçanın en yüksek bölgelerine yerleştirilir. Parça yüzeylerinde kendini çekme hasarının oluşumunu önlemek için parça üzerine ilave edilen hazneye “besleyici denir”. Döküm öncesinde yolluk ağzı genişletilerek bir döküm havuzu oluşturulur, bu havuz besleyici görevi görür ve havşa olarak adlandırılır. Sıvı metal düşey yolluktan önce topuğa ulaşır. Topuk yatay yolluk ve gidicilerin seviyesinden daha aşağıdadır, sıvı metalin saçılarak ilerlemesini ve turbulans oluşumunu engeller. Yolluklama sisteminin temel elemanları aşağıdaki şekil 1’de görülmektedir.



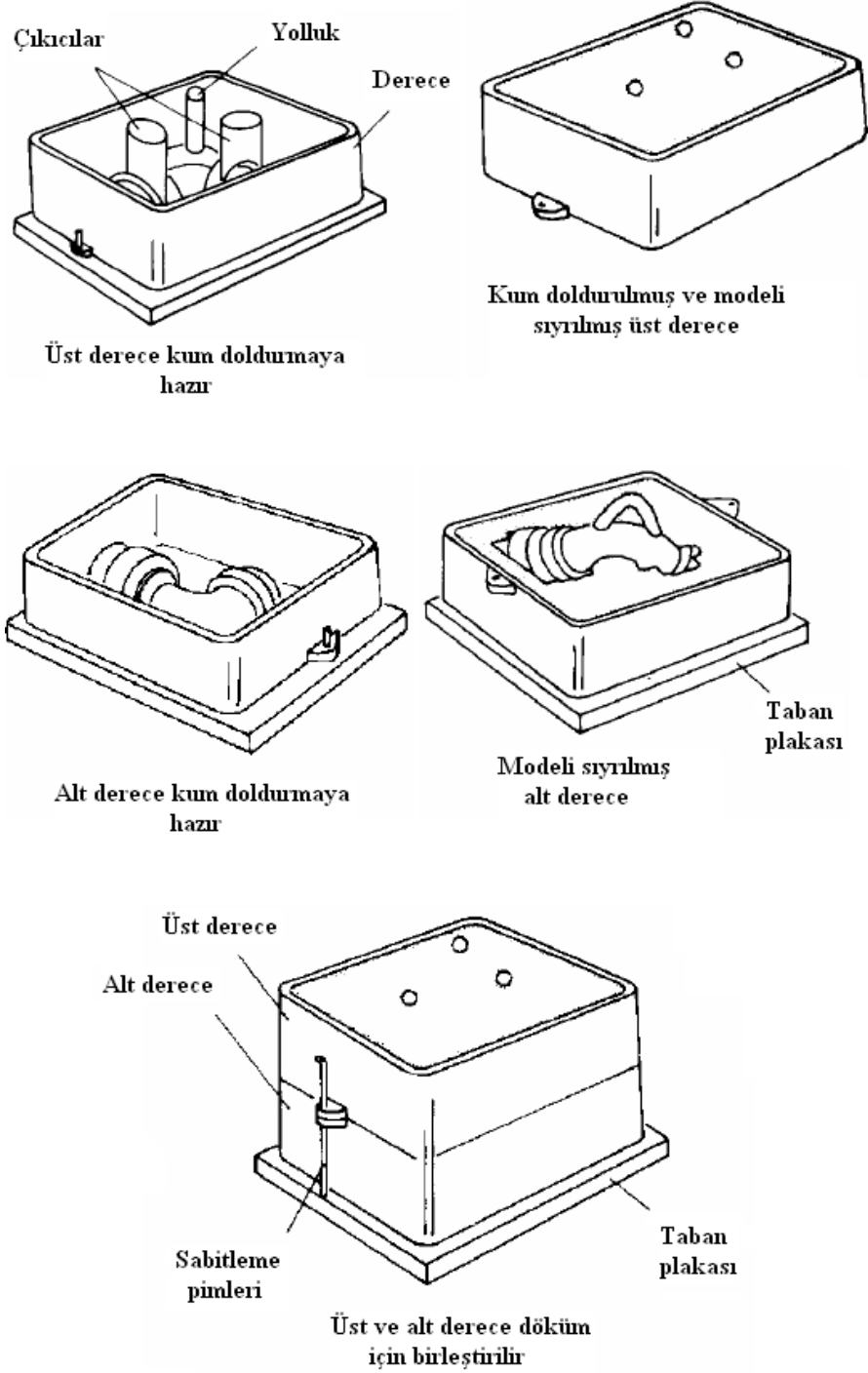
Şekil 1. Yolluklama sisteminin temel elemanları

Kalıp ve Maça Hazırlama (Kalıplama)

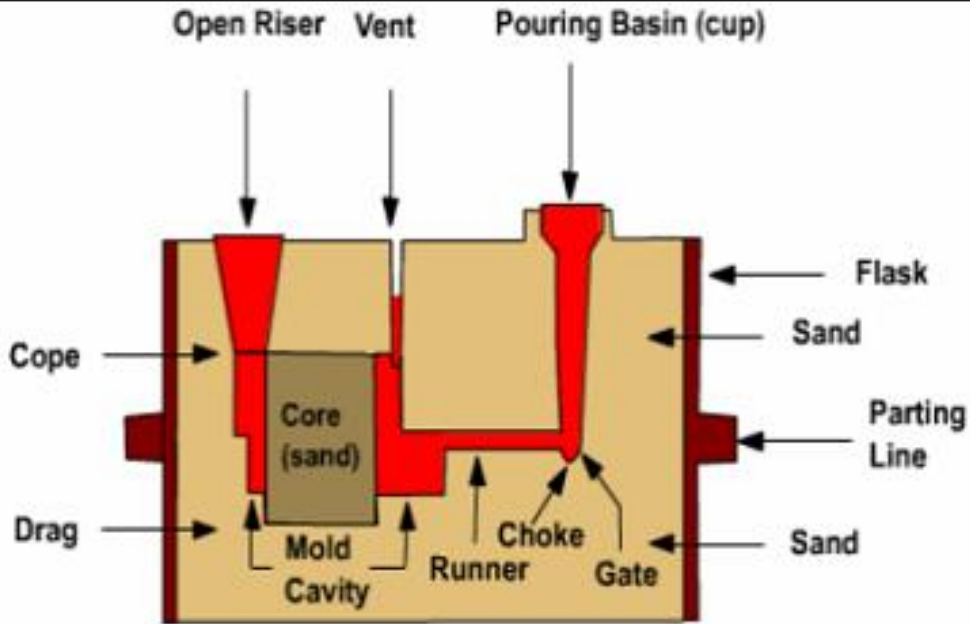
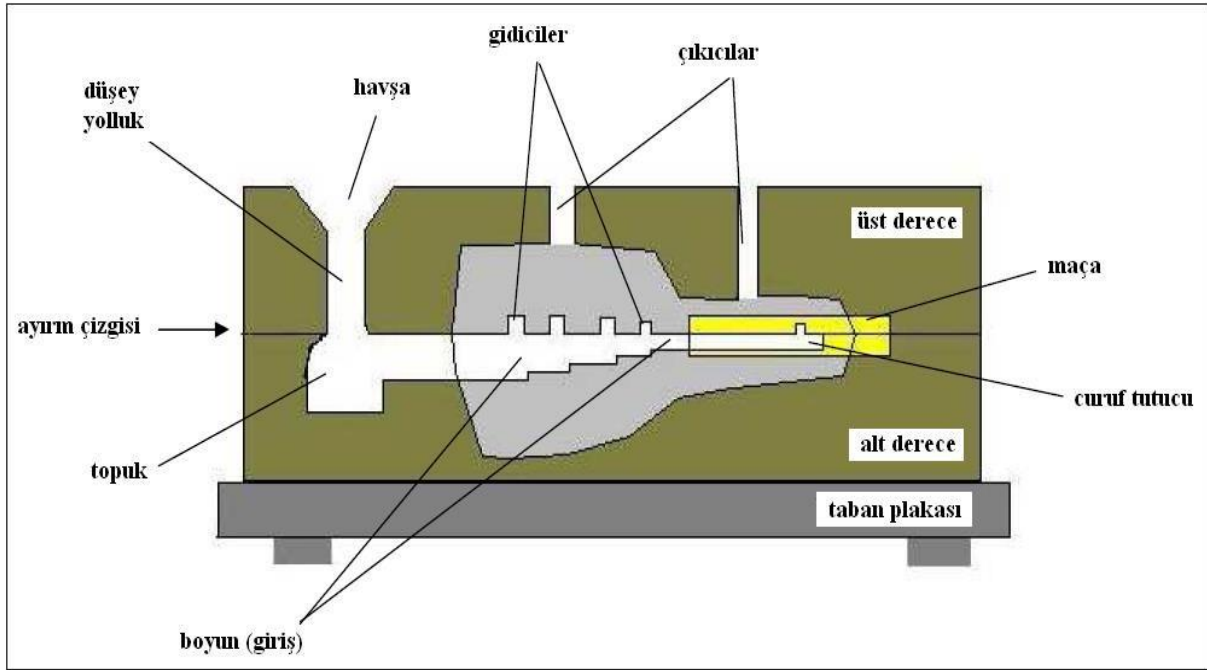
Döküm tekniğinde parçanın biçimini veren ve sıvı malzemenin içinde katılaştığı kaba “kalıp” adı verilir. Kalıbın hazırlanması dökülecek parçanın şekline ve döküm tekniğinin gerekli şartlarına bağlıdır. Parçaların şekillendirilmesi dış görüş yanında iç görüşte dikkate alınarak yapılmalıdır. Parçanın dış biçimini veren kaba “kalıp” parça içindeki boşlukların sağlanmasına yarayan dolgu parçasına “maça” adı verilir.

El ile kalıplama işlemi model ile derecede veya yerde model plakası yardımı ile derece içerisinde yapılabilir. Kalıplama kolaylığı sağladığı için plaka modeller yaygın olarak tercih edilir. Kalıpların sıkıştırma basıncından, çevrilmesinde ve taşınmasında dağılmaması için derece adı verilen çerçeveler kullanılır. Dereceler ahşaptan veya metalden yapılmaktadır. Kum kalıplama şematik olarak şekil 2’ de kalıbın yandan görünüşü de şekil

3'de görülmektedir.



Şekil 2. Kum kalıp yapım şeması



Şekil 3. Bir kum kalıbın kesit resmi

Maça, kalıp boşluğuna yerleştirilen ve kapladıkları kısımların döküm yapıldıktan sonra boş olarak çıkmasını sağlayan iç kalıplardır. Maçalar çoğunlukla kumdan yapılır. Kalıcı kalıp kullanan döküm yöntemlerinde metal maçalarda kullanılabilir. Kum maçalar maça kutusu veya maça sandığı adı verilen tahta veya metal kutularda hazırlanır. Maça hazırlamada çoğunlukla organik bağlayıcı ve kendi kendine sertleşen özel maça kumu karışımları kullanılır.



Kalıp Malzemeleri

Kalıp ve maça yapımında yaygın olarak silika kumu kullanılır. Silika kumu kolay elde edilen ucuz bir kalıp malzemesidir. Diğer tip kumlar yüksek refrakterlik, yüksek ısı iletkenlik ve düşük ısı genleşme gerektiren özel uygulamalarda kullanılır. Silika kumları minimum %95-96 oranında SiO₂ içermelidir. Kumun SiO₂ içeriği düştükçe refrakterlik özelliği azalır.

Kumun tane boyutu dağılımı döküm parçaların kalitesini etkilemektedir. İri boyutlu kumlar yüksek geçirgenlik sağlayarak gaz çıkışını kolaylaştırırken parçaların yüzey kalitesini düşürmektedir. İnce taneli kum kullanımı ise yüzey kalitesini artırırken geçirgenliği düşürür. Ayrıca ince taneli kumlar daha fazla bağlayıcıya gereksinim duymaktadır.

Kumun tane boyut dağılımı kadar tane şeklide çok önemlidir. Köşeli, kum tanelerinin paketlenme yoğunluğu düşük, kalıplanabilirliği zayıf ve bağlayıcı gereksinimi yüksektir. Bu nedenle kalıp yapımında yuvarlak şekilli kumlar tercih edilmektedir.

Günümüzde dökümcülükte doğal kumlar nadiren kullanılmaktadır. Tane şekli ve dağılımı belirlenmiş, yıkanarak içerisindeki artıklar giderilmiş, sentetik kum karışımları tercih edilmektedir.

Kum tanelerini birbirine bağlamada en ilk metot kil ve su kullanımı olmuştur. Kil su ile birleşerek şişer ve kum tanelerini bir arada tutar. Yaş kum kalıplama olarak da adlandırılan bu metot günümüzde yerini giderek kimyasal bağlayıcı metotlara bırakılmaktadır.

Kil bağlı kalıp kumları kaybolan suyun ve eksilen kilin yeniden katılmasıyla tekrar tekrar kullanılabilir. Dökümdeki yüksek sıcaklık nedeniyle kilin bir kısmı değişime uğrayarak bağlayıcılık özelliğini yitirir.

En iyi bağlayıcı killer bentonitlerdir. Sodyum ve kalsiyum esaslılar olmak üzere iki çeşit bentonit kullanılmaktadır.

Özellikle demir esaslı alaşımların dökümünde kullanılan bir diğer kalıp ilavesi pulvarize kömür tozudur. Yüzey düzgünlüğünü arttıran ve sıyrılmayı kolaylaştıran etkisi vardır.

Kalıp ve maça yapımı için çok çeşitli kimyasal bağlayıcılar mevcuttur. Bunların çoğunluğu organik reçine veya sodyum silikat esaslıdır, ayrıca kimyasal bağlayıcıların ilk uygulamalarında çimento gibi inorganik bağlayıcılarla da kullanılmıştır.

Kimyasal bağlayıcılar iki şekilde kullanılır:

Kendiliğinden sertleşen karışımlarda (soğuk sertleşen olarak da bilinir) kum, bağlayıcı ve sertleştirici kimyasal birlikte karıştırılır. Sertleşme hemen başlar ancak kumun kalıp veya maça olarak şekillendirilmesine izin verecek kadar yavaştır, şekillendirmenin ardından sertleşme devam eder, kalıp veya maça döküme hazır hale gelir. Bu yöntem çoğunlukla büyük kalıpların yapımında kullanılır ve seri üretime uygun bir yöntemdir.

İşlemlerle sertleştirmede ise kum ve bağlayıcı karıştırılır ve şekillendirilir, bu esnada herhangi bir sertleşme



reaksiyonu meydana gelmez, sertleşme ısı veya katalizör gaz uygulamasıyla kısa sürede gerçekleşir. Bu yöntem genellikle maça yapımında veya küçük parçaların kalıplanmasında kullanılır.

Kendiliğinden sertleşen reçinelerden yaygın olarak kullanılanı furan tipi reçinelerdir. Sertleştirici olarak asit katalizör kullanılır. Furan reçineleri üre formaldehit, fenol formaldehit veya her ikisini karışımına furfural alkol katılmasıyla elde edilir. Sertleşme hızı asit katalizörün miktarı ve etkinliğine göre ayarlanabilir.

Diğer bazı kendiliğinden sertleşen reçineler fenolik izosiyanatlar (fenolik üretanlar) ve alkalin fenolik reçinelerdir.

Sodyum silikat, cam suyu olarak da bilinir ve su çözündürebilir camdır, silika (SiO_2) ve soda (Na_2O) içeriğine göre çok çeşitli türleri vardır. Sodyum silikat çok çeşitli yöntemlerle sertleştirilebilir, CO_2 gazı veya sıvı ester ilavesi yaygın olarak kullanılan yöntemlerdir. Silikat tipi bağlayıcılar kokusuzdur ve sağlığa pek zararlı değildir, bunun yanında oluşturduğu bağ reçine bağlayıcılar kadar kuvvetli değildir. Ayrıca inorganik bir bağlayıcı olduğu için ısıdan etkilenmez ve dökümden sonra bozulma problemlerine neden olabilir. Bu nedenle çeşitli organik ilaveler doğrudan sıvı silikata veya kum karıştırma esnasında yapılabilir.

Kum Kalıba Döküm Yönteminin Avantajları

- 1) Demir esaslı ve demir dışı metal alaşımlarının dökümüne elverişlidir.
- 2) Kum kalıp hem küçük, hem çok büyük parçalar için uygun bir yöntemdir.
- 3) Kalıp malzemesi ucuz ve bol miktarda bulunur.
- 4) Az sayıdaki parça dökümüne uygundur.
- 5) Kalıp maliyeti en düşük olan döküm yöntemidir.

Kum Kalıba Döküm Yönteminin Dezavantajları

- 1) Seri üretime uygun değildir.
- 2) Yüzey ve boyut hassasiyeti iyi değildir.
- 3) Çok ince detayların elde edilmesi zordur.
- 4) Dökümden elde edilen parçalar mutlaka başka işlemlere tabi tutulur.
- 5) Kalıplama büyük zaman kaybına neden olur.
- 6) Malzeme sarfiyatı fazladır.

Ergitme, Sıvı Metal İşlemleri Kalıp Dolumu, Kalıp Bozma ve Temizleme

Parçanın dökümünde kullanılacak olan külçe, hurda ve ar ara iş formundaki metal veya alaşım uygun bir ergitme fırınında şarj edilerek ergitme işlemi gerçekleştirilir. Ergitme işleminden sonra metal veya alaşımın cinsine göre flakslama, gaz giderme, modifikasyon, tane küçültme, aşılama işlemleri yapılır. Alaşımın kimyasal bileşimi kontrol edilir ve ayarlanır. Sıvı metal işlemlerini takiben sıcaklık istenilen değerlere getirildikten sonra sıvı metal kalıp boşluğuna uygun bir şekilde doldurulur. Katılma sona erdikten ve parça bir süre soğuduktan sonra kalıp bozulur, parça çıkartılır, temizlenir yolluk ve besleyici kırılarak bitirme işlemlerine hazır hale getirilir.



Deneyin Yapılışı

Bu deneyde yaş kum kalıp hazırlanacak, hazırlanan kalıba elektrik dirençli fırında ergitilmiş alüminyum dökülecektir.

Kalıp Yapımı:

- Belirlenmiş miktarda kum, bentonit ve su büyük kum karıştırıcıya yüklenir.
- Kalıplamaya uygun hale gelene kadar karıştırılır.
- Alt ve üst derece kalıplama plakasının üstüne yerleştirilir.
- Plaka model iki derece arasına yerleştirilir.
- Alt derece üste gelecek şekilde çevrilir.
- Model üzerine grafit serpilir.
- Dereceye kum doldurulur.
- Kademeli olarak el aletleri ve havalı tokmak ile kum sıkıştırılır.
- Fazla kum sıyırma cetveli ile derece üzerinden sıyılır.
- Kalıp ters çevrilerek aynı işlem üst derece için tekrar edilir.
- Yolluğun ağzı genişletilerek havşa açılır.
- 30-40 mm aralıklarla şiş çekilir.
- Dereceler birbirinden ayrılarak model çıkartılır.
- Gerekliyse kalıp içinde tamirat yapılır.
- Dereceler tekrar birleştirilerek kalıp döküme hazır hale getirilir.

Ergitme ve Döküm:

- Hazırlanan kalıp ergitme yapılan fırının önüne getirilir.
- Kalıbın etrafına kum dökülür ve üzerine ağırlıklar yerleştirilir.
- Pota fırından çıkartılır, curuf alınır.
- Sıvı metal kalıba doldurulur.
- Artan kısım hazır bulundurulan kokile dökülür.
- Katılaşma ve kalıbın soğuması beklenir.
- Kalıp bozularak döküm parçası çıkartılır.

RAPORDA BULUNMASI GEREKLİ BİLGİLER

- a) Kalıp - maça kumları ve özellikleri
- b) Kum kalıba dökümlerle üretilen parçalara örnekler
- c) Kum kalıp kaynaklı döküm hataları
- d) Kalıp kumu ve karışımında kontrol edilen özellikler nelerdir.
- e) Maça hazırlama yöntemleri nelerdir.
- f) Alüminyum alaşımlarında kullanılan tane küçültücüleri açıklayınız ve hangi oranlarda kullanıldığını belirtiniz.
- g) Alüminyum alaşımlarında kullanılan modifikasyon ajanları hakkında bilgi veriniz.



h) Dökme demir dökümünde kullanılan aşılama ve küreselleştiriciler hakkında kısa bilgi veriniz.

KAYNAKLAR

1. Ergin Çavuşoğlu, "Döküm Teknolojisi", İTÜ Yayınları 1981.
2. Mustafa Çiğdem, "İmal Usulleri", Çağlayan Kitabevi 1996.



3. SERTLEŞEBİLİRLİK VE JOMİNY TESTİ

DENEYİN AMACI:

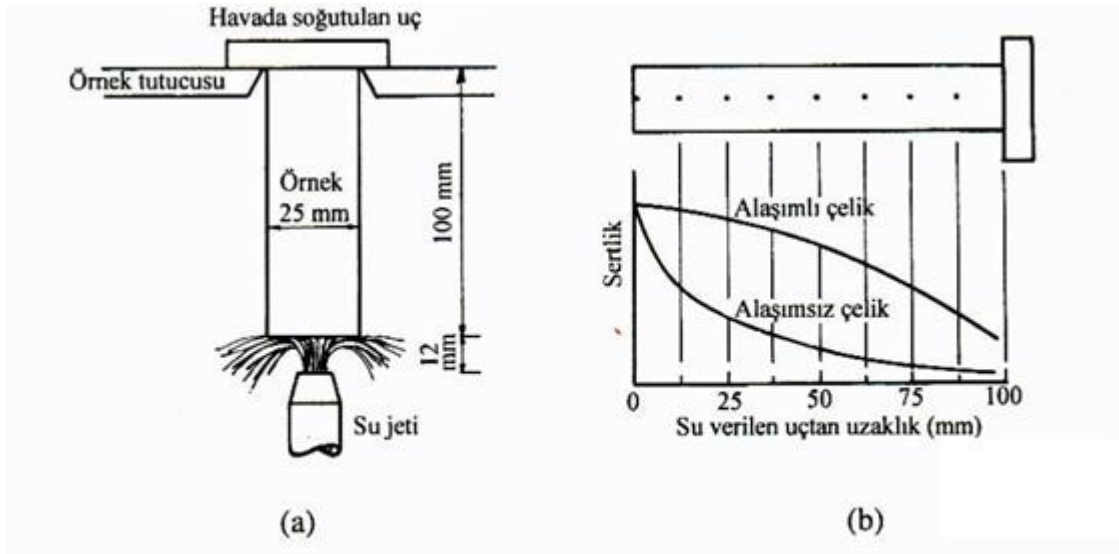
Jominy deneyi vasıtasıyla, incelenen çelik alaşımının su verme davranışı belirlenmektedir. Bunlardan ilki, su verme sonrası elde edilebilecek maksimum sertlik değeri olup, ikincisi ise, sertleşme derinliğidir (sertleşme kabiliyeti).

TEORİK BİLGİLER:

Sertleşebilirlik:

Çelik seçiminde, genel olarak kimyasal bileşim esas alınır. Ancak, bu yöntem çeliğin karbon ve alaşım elementi oranlarının önemli ölçüde değişimine izin verir. Örneğin AISI 4340 (34CrNiMo6) çeliğinin bileşiminde %(0,38-0,43) C, % (0,60-0,80) Mn, %(0,20-0,35) Si, %(1,50-2,00) Ni, %(0,70-1,10) Cr ve %(0,20-0,30) Mo bulunur. Kimyasal bileşimdeki bu değişim, aynı standarda sahip olan çeliklerin bile kritik soğuma hızlarının farklı olmasına ve dolayısıyla bu çeliklerin ısıtma işlem özelliklerinin değişmesine neden olur. Malzeme seçiminde en önemli özellik mekanik dayanım olduğundan, malzemelerin sertleşme kabiliyetlerine göre sınıflandırılması daha yararlı ve ekonomik olur. Bu nedenle, çeliklerin sertleşme kabiliyetini, standart bir deney yöntemi ile belirlemek gerekir. Malzemelerin sertleşme kabiliyetini belirlemek için en yaygın olarak uygulanan yöntem Jominy deneyidir. Bu deneye uçtan su verme yöntemi de denir. Çeliklerin yüzeyden derinlere kadar martenzite dönüştürülebilme yeteneği, malzemenin sertleşebilirliği olarak adlandırılır. Malzemedeki derinlerde martenzit elde edilebildikçe, o malzemenin sertleşebilirliğinin yüksek olduğundan söz edilebilir.

ASTM, SAE ve AISI tarafından standartlaştırılmış olan bu deney için çapı 25 mm ve uzunluğu 100 mm olan silindirik çubuk biçimindeki bir numune, östenitleştirme sıcaklığına ısıtılarak tavlama yapılır. Fırından alınan numuneye, bir ucundan, özel bir su püskürtme aletiyle su verilir. Su vermek için kullanılan alet de standartlaştırılmıştır. Su verme işleminden 15 dakika sonra numune alınıp, taşlanarak birbirine paralel yüzeyler elde edilir. Bundan sonra, numunenin sertliği, su verilen uçtan başlanarak belirli aralıklarla ölçülür. Bulunan sonuçlardan yararlanılarak, numune sertliğinin su verilen uçtan mesafeye bağlı olarak değişimini gösteren eğri çizilir. Deneyin yapılışını gösteren şematik resim ile alaşımlı ve alaşımsız çeliklerden ölçülen sertliklerin su verilen uçtan uzaklığa göre değişimlerini gösteren eğriler Şekil 1'de verilmiştir.

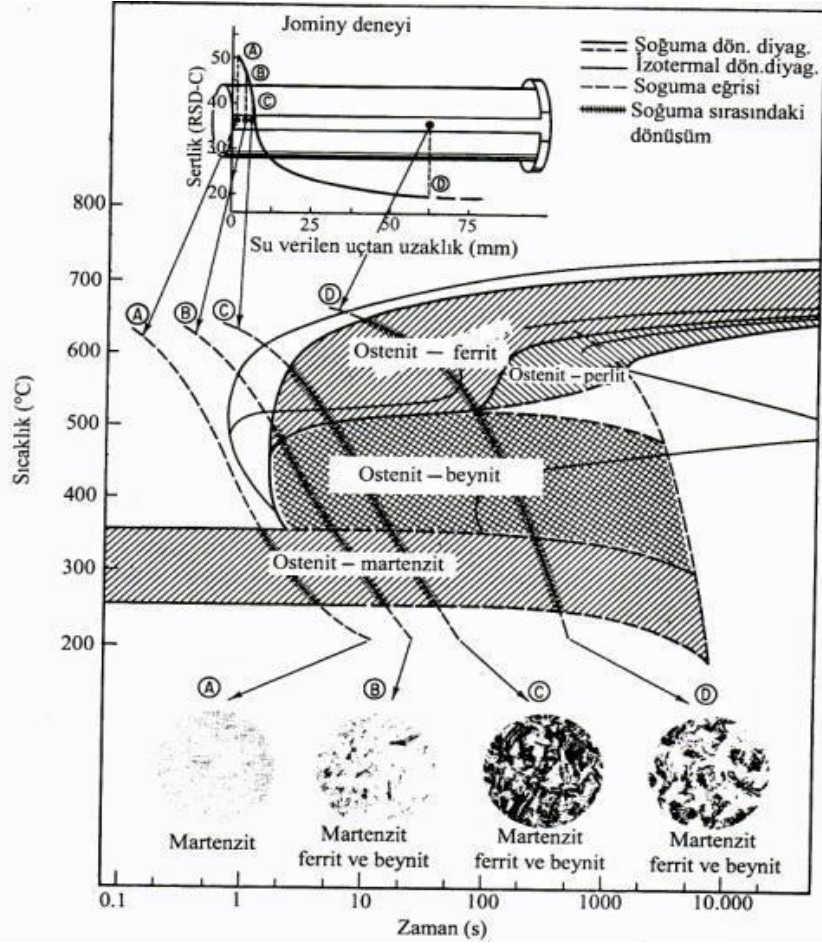


Şekil 1. Jominy deneyi: (a) Deneyin yapılışı, (b) alaşımlı ve alaşımsız çeliklerin sertliklerinin su verilen uçtan mesafeye bağlı olarak değişimini gösteren eğriler

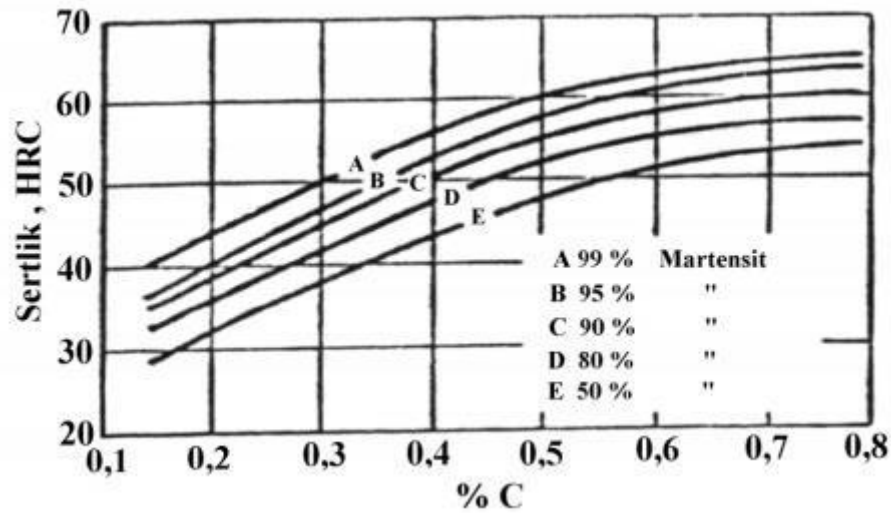
Jominy numunesi üzerindeki her bir nokta, farklı soğuma hızına sahiptir. Bütün çeliklerin ısı iletkenlikleri aynı kabul edilirse, bu soğuma hızı her çeşit çelik için aynı olur. Sertleşme yeteneği her ne kadar sertlik değişimi ile ifade edilirse de, aslında sertlik, malzemenin iç yapısına bağlıdır. Genel olarak, alaşım elementleri, perlit ve beynit bölgelerindeki dönüşüm süresini uzattıkları ve daha düşük soğuma hızlarında martenzit oluşumunu kolaylaştırdıkları için sertleşme kabiliyetini artırır.

AISI 8630 çeliğinin Jominy örneği üzerinde yer alan değişik noktaların soğuma eğrilerinin, bu çeliğe ait sürekli soğuma dönüşüm diyagramı (CCT; continuous cooling transformation) üzerindeki gösterimi Şekil 2'de verilmiştir. Bu diyagram, uçtan su verme deneyinden elde edilen verilerle söz konusu çeliğin dönüşüm davranışı arasındaki ilişkileri sergilemektedir. Jominy numunesinin ucunda yer alan A noktasına ait soğuma hızı, çeliğin kritik soğuma hızından daha yüksek olduğundan, dönüşüm sonucunda tamamen martenzitik bir yapı elde edilir. Kritik soğuma hızı, TTT diyagramlarında burun noktasını kesmeden sağlanan en düşük soğuma hızıdır. Su verme işleminde uygulanan soğuma hızı, kritik soğuma hızından daha yüksek ise, perlit ve beynit dönüşümü tamamen engellenerek martenzit yapısı oluşur. Eğer soğuma hızı kritik soğuma hızından daha düşük ise en son yapıdaki martenzitin miktarı ve buna bağlı olarak sertlik azalır. Bu yolla sağlanan sertlik değeri çeliğin karbon miktarına bağlıdır. Östenitleştirme işleminden sonra karbür olarak kalan karbon, martenzit reaksiyonunda yer almadığı için sertliğe etki etmez. Şekil 3, martenzit miktarı, sertlik ve karbon miktarı arasındaki

ilişkiyi göstermektedir.



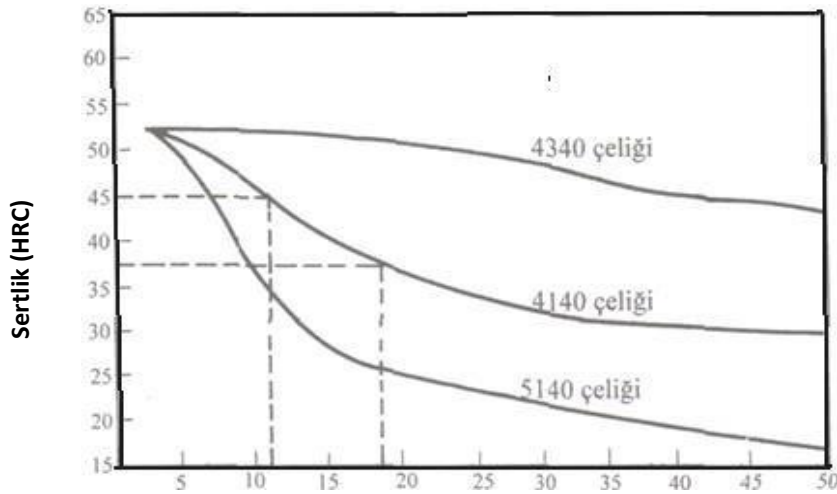
Şekil 2. AISI 8630 çeliği için Jominy deneyinden elde edilen verilerle CCT ve TTT (zaman-sıcaklık- dönüşüm) arasındaki ilişkilerin gösterimi



Şekil 3. Martenzit miktarı, sertlik ve karbon miktarı arasındaki ilişki

Şekil 2’de, numune üzerindeki B, C ve D noktalarının soğuma hızları, kritik soğuma hızından daha düşük olduğundan, su verme işlemi sırasındaki dönüşüm sonucunda, ferrit, beynit ve martenzit fazlarından oluşan yapılar elde edilir. Soğuma hızı azaldıkça bu yapılardaki martenzit oranı azalır. Diğer taraftan, sözü edilen çelikte perlitik bir yapı elde etmek için soğuma hızının çok düşük olması gerekir. Sertleşme kabiliyetini gösteren sertlik değişimi, söz konusu çelikte meydana gelen yapısal değişimden kaynaklanmaktadır. Alaşım elementleri kritik soğuma hızını azaltıp, martenzit oluşumunu kolaylaştırarak, çeliğin sertleşme kabiliyetini artırır.

Ortalama % 0,4 oranında karbon içeren ve sertleşme kabiliyetleri farklı olan üç değişik çeliğin Jominy eğrileri Şekil 4’te görülmektedir. Bu çeliklerin hepsinin, su verilen uçlarındaki sertliği 52,5 HRC değerindedir. Çünkü su verme ile elde edilen en yüksek sertlik, karbon oranına bağlıdır. Sertleşme kabiliyeti yüksek olan AISI 4340 çeliğinde bu sertlik 16 mm'lik uzaklığa kadar korunurken, sertleşme kabiliyetleri yetersiz olan AISI 4140 ve AISI 5140 çeliklerinin sertlikleri, artan mesafe ile birlikte, aniden azalmaktadır.



Şekil 4. AISI 4340, 4140 ve 5140 çeliklerinin sertleşme kabiliyetlerini gösteren Jominy eğrileri

Çeliklerin sertleşme yeteneği ya istenilen mesafedeki maksimum ve minimum sertlik değerlerine ya da istenilen sertliğe karşı gelen maksimum ve minimum mesafeye göre belirlenir. Bu derinlik, martenzit miktarının yüzeyden itibaren yarıya indiği ya da % 50 martenzit ve beynitin var olduğu mesafe olarak ifade edilmektedir. Yüksek sertleşebilirliğe sahip bir çeliğin karakteristik özelliği, yüksek sertleşme derinliği göstermesi veya büyük parçalar halindeyken bile tam olarak sertleşebilmesidir. Sertleşebilirlik ile sertlik farklı kavramlardır. Maksimum sertlik, çeliğin karbon miktarına bağlıdır. Sertleşebilirlik ise çeliğin



kimyasal bileşimine (karbon ve alaşım elementleri) ve su verme sırasında östenit tane boyutuna bağlıdır. Çelik parçanın boyutları arttığı zaman soğuma hızı düşer ve çekirdek sertliği, ferrit ve perlit gibi fazların oluşumuna bağlı olarak azalır. Soğuma eğrisi, kritik soğuma hızının sağına kaydığında ise yüzey sertliğinde de azalma olur. Temel sertleşebilirlik verileri çelik tüketicileri ve ısıl işlemciler için önemlidir. Bu nedenle sertleşebilirliğin saptanabileceği çok sayıda basit yöntem geliştirilmiştir. Bunlardan biri Grossman sertleşebilirlik deneyi diğeri ise Jominy uçtan su verme deneyidir. Çeliklerin sertleşebilirliklerinin ölçülmesinde Jominy uçtan su verme deneyi Grossman deneyine göre daha pratik ve daha az maliyetlidir.

Sertleşebilirliğe Etki Eden Faktörler:

Alaşım elementlerinden sertleşebilirliği en fazla C, B, Cr, Mn, Mo, Si ve Ni etkiler. Karbon, martenzitin sertliğini kontrol eder. Çelikte % 0,6'ya kadar C içeriği arttığında çeliğin sertliği artar. Daha yüksek seviyelerdeki karbon içeriği olduğu durumda, östenitten martenzite dönüşüm tamamlanamaz. Bu da yapıda kalıntı östenit bulunmasına sebep olur. Bu durumda yapıda martenzitin yanında östenit bulunacağından sertlik daha düşük seviyelerde kalır. Karbon miktarının yüksek olması malzemenin daha gevrek bir davranış göstermesine neden olur ve daha sonra yapılacak olan işlemlerde sorunlar yaratabilir. Bu yüzden % 0,4 C'a kadar olan çeliklerde sertleşebilirlik kontrolü daha kolaydır. Bor, % 0,002 - 0,003 oranında çeliğe ilave edildiğinde % 0,5 Mo ilavesindeki etkiyi gösterir. Bor düşük karbonlu çeliklere ilave edildiğinde sertleşebilirlikte en büyük etkiyi gösterir. Cr, Mo, Mn, Si, Ni ilaveleri çelikte östenitten ferrit ve perlite dönüşümü geciktirir. Bu elementler ara yüzeyde tane büyümesini engelleyerek sertleşebilirliği arttırırlar. Östenit tane boyutunun artması ile sertleşebilirlik artar. Ferrit ve perlitin çekirdeklenmesi, östenit tane sınırında heterojen çekirdeklenme ile gerçekleşir. Östenit tane boyutunun artması çekirdeklenme için gereken bölgenin daha az olmasını sağlar ve faz dönüşümü gecikir. Bu yüzden östenitleme sıcaklığı yüksek seçilerek tane boyutunun büyük olması sağlanabilir. Bu durumda mikro yapı bir miktar kabalaşır, tokluk düşer.

Jominy Eğrilerinin Pratik Uygulamaları:

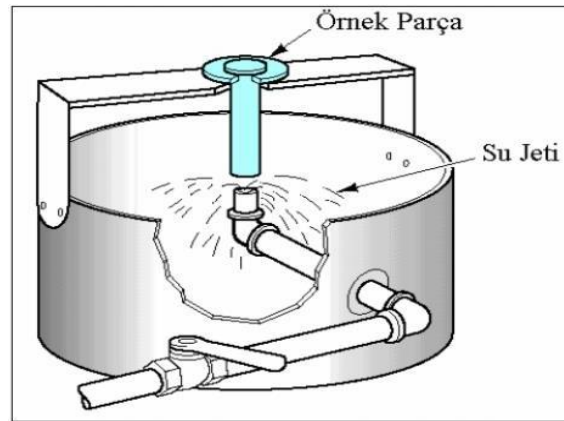
Jominy eğrileri, kalite kontrolde farklı sınıf çeliklerin sertleşebilme derinliklerini (yüzeyin altında istenen sertlik değerinin elde edilebileceği mesafe) kıyaslamak için kullanılır. Örneğin, bir tasarımda yüzeyin altından 2 mm mesafede sertlik değerinin 40 HRC olduğu bir çelik kullanılmak istendiğinde, farklı çeliklerin Jominy eğrileri çıkarılarak istenen mesafe-sertlik değerini veren çelik seçilebilir.

Sertleşebilirlik, soğutma ortamına olduğu kadar malzemenin çapına ya da kesit kalınlığına da bağlıdır. Dolayısıyla, aynı sınıf çeliğe ait farklı çaplarda hazırlanmış deney numuneleri kullanarak, numune çapı-Jominy mesafesi-sertlik arasındaki ilişkinin belirlenmesi de mümkündür. Örneğin, 39 mm çapındaki bir numunenin merkezindeki sertliğin, 50 mm çaplı numunede yüzeyden sadece 10 mm derinlikteki sertliğe ve son olarak 75 mm çaplı numunede

yüzeyden 2 mm derinlikteki sertlikle aynı olması için Jominy eşdeğer soğuma (soğuma hızını) mesafelerinin (merkezde, 10 mm ve 2 mm derinlikteki) aynı olması gereklidir. Böyle bir durumun geçerli olabilmesi için, doğal olarak tüm numunelerin aynı ortamda sertleştirilmiş olması zorunludur. Jominy deneyi ile bir çelik için elde edilebilecek maksimum sertlik değeri ve sertleşme kabiliyeti (derinliği) sayısal olarak belirlenebilir. Çapa bağlı olarak su verme ortamındaki soğuma hızlarının bilinmesi durumunda, malzemeye ait Jominy eğrileri kullanılarak parçanın farklı derinliklerde alacağı sertlik değerleri de saptanabilir.

DENEYİN YAPILIŞI:

Çapı 25 mm (1 inç) ve uzunluğu 100 mm (4 inç) olan silindirik çubuk biçimindeki numune, östenitleştirme sıcaklığına ısıtılır ve bu sıcaklıkta yeterli süre boyunca bekletilir. Fırından alınan numune, Şekil 5'teki Jominy deney düzeneğine yerleştirilerek alttan su verilir. Soğuma tamamlandıktan sonra Rockwell C yöntemiyle sertlik ölçümleri yapılır.



Şekil 5. Jominy deney düzeneği

DENEY RAPORUNDA İSTENİLENLER:

- 1040, 1060, 4140 ve 4340 çeliklerinin su verilmiş uçtan mesafeye bağlı olarak değişen sertliklerini çizin ve değişimleri açıklayın.
- Grossman sertleşebilirlik deneyinin nasıl gerçekleştirildiğini ve Jominy deneyine göre üstünlükleri ve zayıflıklarını açıklayın.
- Çelik içerisindeki Al ve Co miktarlarındaki artış, çeliğin sertleşebilirliğini hangi mekanizmalar nedeniyle düşürmektedir? Açıklayın.
- Al ve Co haricindeki diğer alaşım elementleri, çeliğin sertleşebilirliğini hangi mekanizmalar nedeniyle artırmaktadır? Açıklayın.
- Yüksek alaşımli çeliklere Jominy deneyi neden uygulanmamaktadır? Açıklayın.

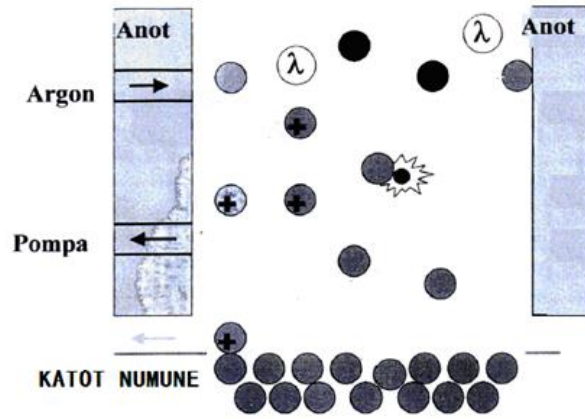
4. KİMYASAL KARAKTERİZASYON DENEYLERİ

OPTİK EMİSYON SPEKTROMETRESİ

DENEYİN AMACI

Metalik numunelerin optik emisyon spektrometre cihazı kullanılarak kimyasal içeriklerinin nicel olarak belirlenmesi.

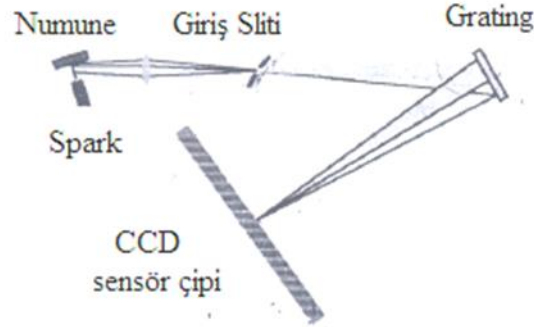
TEORİK BİLGİ



Şekil 1. Numune-gaz etkileşimi

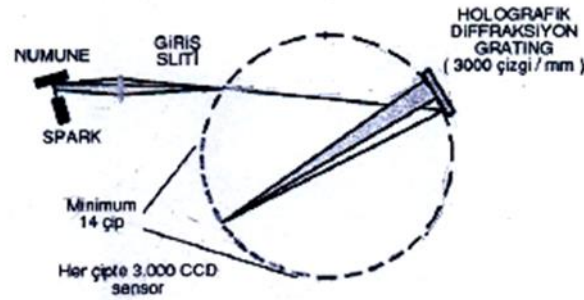
Şekil 1'de görüldüğü gibi katot boşluğundaki gazlar tahliye edilir ve bu boşluğa argon gazı 1-10 Torr basınç ile gönderilir. 600-1500 Voltluk yüksek potansiyel uygulanır. Böylelikle Argon iyonları numuneye doğru ivmelendirilirler. Numunenin uyarılmasıyla oluşan yüksek sıcaklıkta numunenin en dış yörüngesindeki elektronlar bir yüksek seviyeye çıkarlar ve geri dönerken, aradaki enerji farkından dolayı bir ışınım meydana gelir, buna spektrum denir. Her elementin kendine has spektrum çizgileri vardır. Meydana gelen ışınım spektrometrede değerlendirilir.

Optik sensörler olarak foto tüplerin kullanıldığı (foto tüp optik sensörlü) spektrometrelerde, her element için ayrı bir ölçme devresi ve elemanlara ihtiyaç olup, analiz istenen her element için cihaza bir foto tüp yerleştirilmesi gerekmektedir. Bu ise hem cihazın boyutlarını önemli oranda artırmakta, hem de analiz edilecek elementlerin sayısını sınırlamaktadır. Bir başka zorluk ise spektrometre için vakum sistemine ve klima ile donatılmış bir yerleşim yerine ihtiyaç duyulmasıdır.



Şekil 2. Tek CCD sistemli OES

CCD optik sensörlü spektrometre teknolojisinde ise seçilen aralıkta tüm element spektrumunu ölçen bir detektör kullanılarak bütün bu problemler aşılmıştır (Şekil 2). Optik odasına argon gazı verilmek suretiyle inert ortam oluşturulup, düşük dalga boyulu elementlerin izlenmesi sağlanabilmektedir. Bu sistemde multi bazlı analizler vakum, klima gibi özel donanım ve herhangi ilave parça gerektirmeksizin, doğal ortamda, kolay ve hızlı bir şekilde yapılabilmektedir. Ayrı bir sistemde de, Rowland dairesi üzerine CCD çipleri yerleştirilip, dedektör sayısı artırılarak tüm spektrum kayıpsız olarak izlenebilmektedir (Şekil 3).



Şekil 3. Çok CCD sistemli OES

Atomik absorpsiyon spektrometresinin bileşenleri;

- ✓ Analiz edilecek elementin absorplayacağı ışığı yayan ışık kaynağı
- ✓ Örnek çözeltisinin atomik buhar haline getirildiği atomlaştırıcı
- ✓ Çalışılan dalga boyunu diğer dalga boylarından ayrıştırılmasına yarayan monokromatör
- ✓ Işık şiddetinin ölçüldüğü dedektördür.



Foto tüplü sistemlerin çalışma prensipleri:

Numune iki farklı elektrot arasında elektrik akımı yardımıyla ısıtılırsa atomlar kendilerine özgü dalga boylarında ışıklar yayarlar. Bu ışık dar bir alandan spektrograf içine gelir. Buradaki prizma ve mercekler yardımıyla ışık, farklı dalga boylarına ayrılarak fotoğraf filmi üzerine düşer ve fotoğraf filmi üzerindeki çizgiler belirli elementler tarafından yayılan ışıklara aittir.

Dedektörlü sistemlerin çalışma prensibi:

Ateşleme bölgesinde tungsten elektrot ile numunenin alt yüzeyi arasında bir kıvılcım boşalması meydana gelir ve bu sayede spektrum elde edilir. Elde edilen bu spektrum giriş aralığından aynaya odaklanır ve ışık (spektrum) burada spektral saçılmaya uğrayarak dalga boylarına ayırır. Sürekli argon gazı atmosferinde tutulan odadaki dedektör sayesinde belirli dalga boyu aralıklarına karşılık gelen elementlerin miktarı belirlenir.

KULLANILAN CİHAZLAR VE MATERYALLER

- ✓ Zımparalama cihazı
- ✓ Optik emisyon spektrometresi
- ✓ İncelenecek numune
- ✓ Referans numune
- ✓ Zımparalama kâğıtları

DENEYİN YAPILIŞI

Numunenin Hazırlanması: İncelenecek numunenin yüzeyinin düzgün olması gerekir. 60'lık zımpara ile yüzey zımparalanır. Referans numunesinin de yüzeyi zımparalanır.

Analiz: Hangi tür numune incelenecekse o türün referansı alınır. Referans numune yakma haznesine yerleştirilir. Yakmanın iyi olduğunu anlamak için birkaç kere yakma yapılır. Yakmanın görüntüsü iyi ise cihaz kalibre edilir. Kalibrasyon işlemi bitince referans numunenin analizi yapılır. Analiz sonuçları referans numunesinin standart değerlerine uyuyorsa, numunenin analizine geçilir. Numune yakma haznesinden küçük ise etrafı macun ile kapatılır. Tel şeklinde bir adaptör yerleştirilerek yakma işlemi gerçekleştirilir. Numunenin türüne göre referans adı girilir. Numuneye üç kere yakma işlemi uygulanır. Üç değer ortalama alınır.



SONUÇLARIN ALINMASI

Referans numunesinin analiz sonucu standartla karşılaştırılır. İncelenecek numunenin analizinin ortalama değerleri standartlarla karşılaştırılır. Standartlardaki değerlere en yakın değer alınır. Böylece malzemenin nicel analizi belirlenir.

2. ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRESİ

DENEYİN AMACI

Atomik Absorpsiyon Spektrometresi (AAS) cihazı kullanılarak, farklı türdeki alaşımlara ait metallerin elemental düzeyde bileşimlerinin belirlenmesi.

TEORİK BİLGİ

Her elementin, buhar fazındaki bir örneği uyarıldığında kendine özgü bir çizgi tayfı verir. Bundan dolayı spektroskopi (tayf ölçme), bilinmeyen bir maddenin bileşimini analiz etmek (tayin etmek) için oldukça işlevsel bir yöntemdir.

Alev spektroskopisi, serbest atomlar üzerine kurulmuş olan bir spektroskopi dalıdır. Serbest atomlar elde etmek için madde alevde ısıtılır. Bunun için çözelti haline getirilmiş olan inorganik madde özel bir düzenekte çok küçük kürecikler haline getirilerek alev içine püskürtülür. İnorganik madde bu sıcaklıkta atomlarına ayrışır.

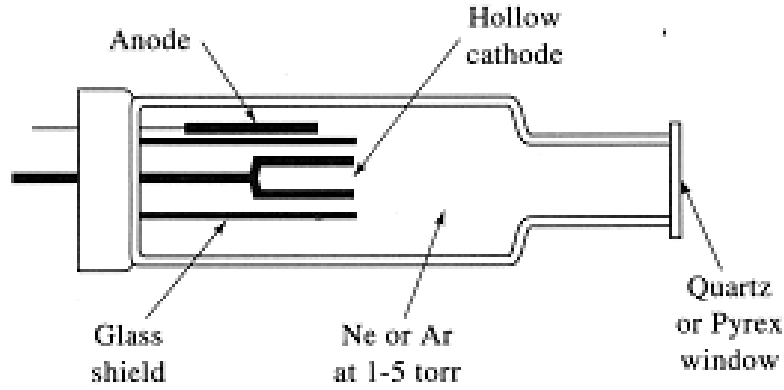
Alev içinde bulunan bir atom türünün başka kaynaktan alev içerisine gönderilen kendine has dalga boyundaki ışın demetini kısmen absorblaması ve geride kalan karakteristik ışın demetinin azalma derecesini ölçme üzerine kurulmuş olan spektroskopi dalına da atomik absorpsiyon spektroskopisi ve bu ölçümün yapıldığı cihaza da ALEVLİ ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRESİ denir.

Atomik absorpsiyon spektrometresinde kullanılan ışın kaynakları şunlardır:

- 1) Oyuk katot lambaları (HCL)
- 2) Çok elementli lambalar
- 3) Elektrotsuz boşalım lambaları (EDL)
- 4) Yüksek ışımalı lambalar

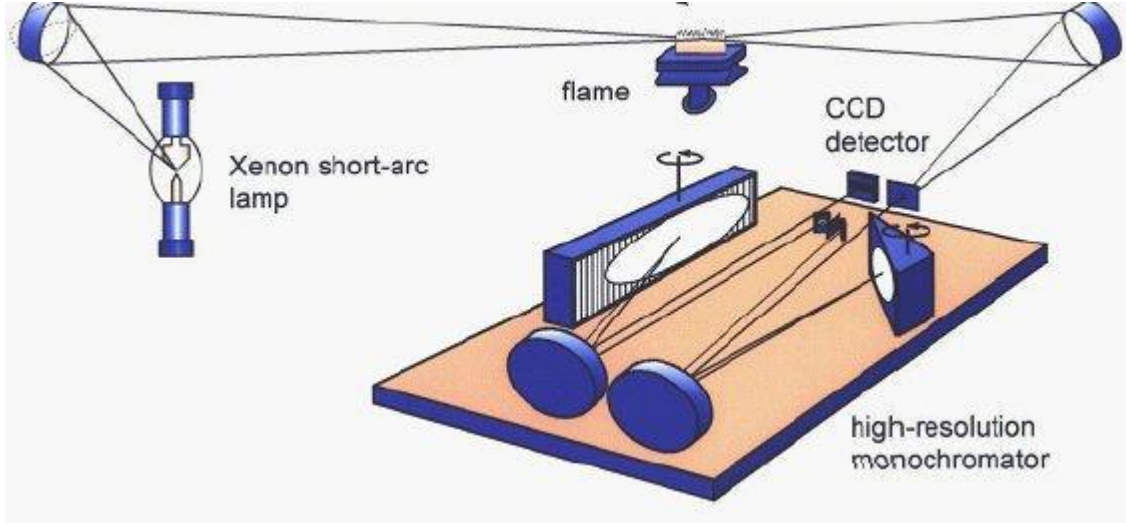
OYUK KATOT LAMBALARI

Atomik absorpsiyon spektroskopisinde en yaygın kullanılan ışık kaynağıdır. 1-5 basınçta Ar ya da Ne doldurulmuş, bir katot ve anot içeren silindirik bir cam lambadan oluşur. Katot incelenen elementin çok saf metalinden veya o elementi içeren bir alaşımdan yapılmıştır. Anot ise genellikle tungsten ya da nikel bir teldir. Oyuk katot lambalarında her bir element için ayrı lamba kullanılması gerekmektedir. Elektrotlar arasına yeterli gerilim uygulanarak 1-50 mA'lık bir akım oluşturulur. Bu gerilimle inert gaz, anotta iyonlaşarak yüksek bir hızla katoda doğru çekilir ve katoda çarparak bir metal atom bulutu oluşturur. Daha sonra serbest atomlarla olan çarpışmalarla uyarılmış metal atomları elde edilir. Bunlar temel hale geçerken katot elementinin karakteristik spektrumunu yayarlar.



Şekil 4. Atomik Absorpsiyon Spektrometresi cihazında kullanılan oyuk katot lambasının şematik gösterimi

Alevli atomik absorpsiyon spektrofotometresi, elementel analizlerde kullanılan önemli bir araçtır. Örnekteki aranan elementler, o elemente has dalga boyundaki ışığı soğurması yardımıyla bulunmaktadır. Katot lambada, aranan elementin dalga boyu genelde elementin kendisinin uyarılması ile elde edildiği için, örnekteki miktarlar için oldukça hassas sonuçlar verebilmektedir. Genellikle metaller için kullanılır.



Şekil 5. Atomik Absorpsiyon Spektrometresinin şematik gösterimi

Atomik absorpsiyon spektrometresi düzeneğinde ışık kaynağından çıkan ışın, absorblamanın gerçekleştiği alevli bölümden geçer. Absorblanan ışın monokromatör denilen kısımda değerlendirilerek (absorbans ölçülerek), gerekli veriler elektronik sisteme ya da kollu göstergeye veri olarak aktarılır. Sistem, görüldüğü gibi basit bir düzeneden oluşmaktadır.

- 1-) Analizi yapılacak çözelti sisteme ince hortum vasıtası ile verilir.
- 2-) Örnek çözelti motor vasıtası ile çekilerek sis halinde alevli bölüme püskürtülür.
- 3-) Bu kısım örneğin atomlaşarak, ışının örnek atomları tarafından soğurulmaya uğradığı kısımdır. Alevi oluşturacak gaz, örneğin atomlaşabilmesi için gerekli ısıya göre seçilir.

ALEVLİ BÖLÜM

Atomik absorpsiyon spektrometresinde kullanacağımız yakıtı, atomlaştıracığımız elemente göre seçmeliyiz. Başlıca kullanılan yakıtlar **Asetilen, Hidrojen, Propan, Bütan ve doğal gazlardır.**

Atomik absorpsiyon spektrometresinde yakıcı gaz olarak oksijen, diazotmonoksit, hava, hava+oksijen kullanılır. Asetilenle diazotmonoksit karışımı çok yüksek sıcaklıkta alev verirler. Alkali metaller dayanıklı oksitler verdiklerinden tayinleri asetilen-hava karışımında yapılır. Ancak asetilen-hava karışımında bir miktar iyonlarına ayrışırlar. Buna karşılık kurşun, bakır, çinko gibi elementlerin oksitleri dayanıklı olmadıklarından, tayinleri için doğalgaz-hava karışımı bile yeterli olabilir.

Alev Sıcaklığında Meydana Gelen Olaylar:



Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II

Deney Föyü



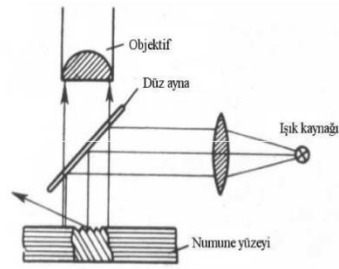
- ✓ Yüksek sıcaklıkta numune kurur.
- ✓ Kurumuş numune içindeki tuzlar gaz molekülleri haline dönüşürler.
- ✓ Gaz halindeki tuz molekülleri ayrılarak serbest element atomları verirler.
- ✓ Alev içindeki serbest element atomlarından bir kısmı uyarılma sıcaklığına kadar ısınır.

5. METALOGRAFİ DENEYLERİ

IŞIK MİKROSKOBU

1. Giriş

Işık Metal Mikroskobu biyolojik mikroskobun tersine, yansımış ışık kullanılır. Numune yüzeyinin çeşitli ayrıntılarının konumuna göre, değişik açılarda yansıtılan gelen ışık, yansıma açısına bağlı olarak mikroskobun merceklerinden geçerek görüntüyü göze iletir.



Şekil 1. Metal Işık Mikroskobu

Görme Gücü

Bir cisme baktığımız zaman cismin kuvvetli ışık yayan kısmı parlak, zayıf ışık yayan kısmı karanlık görünür. Bu aydınlık farkına kontrast denir. Eğer ışık bir cismi aydınlatıyorsa, cismin yüzeyinin geometrik yapısına veya doğal yapısına bağlı olarak farklı derecelerde absorblanabilir veya yansiyabilir. Sonuç olarak cismin farklı kısımları farklı parlaklıkta olur. Bundan faydalanılarak cismin mikroyapısını görebiliriz. Optik mikroskopta kontrast, esas olarak ışığın farklı absorblanmasından ve yansıtma sayılarının katsayılarının farklı oluşundan dolayı meydana gelir.

Ayırma Gücü

Ayırma gücü en yakın iki noktanın birbirinden net olarak ayırt edilebilmesini belirler.

$$\rho = \frac{0.61\lambda}{A} = \frac{0.61\lambda}{n\sin\alpha}$$

ρ =ayırma gücü

n =kırılma indisi (numune ile objektif arasındaki ortamın kırılma indisi)

λ = kullanılan ışığın dalga boyu

$N.A = \text{Nümerik açıklık} = n \cdot \sin \alpha$

En ideal şartlarda ışık metal mikroskobunun ayırma gücü 1000 A°

($1 \text{ A}^\circ = 10^{-7} \text{ mm}$) ve faydalı büyütmesi $2000 \times$ dir.

Alan Derinliği (Netlik Derinliği)



Odaklanma yitirilmeden, numunenin yüzeyi üzerindeki değişik yükseklikteki normların birlikte net görülebilme özelliğidir. Alan derinliği en yüksek ve en alçak noktalar arasındaki dikey uzaklıktır.

Işık Kaynakları

Işık metal mikroskopları yansıtıcı tür mikroskoplar olduğundan ışığın önemli bir bölümünü yitirirler. Bu nedenle ışık kaynağının şiddetinin yüksek olması tercih edilir.

Wolfram Tel Lambalar

Modern mikroskopların hepsinin ışık kaynağı wolfram teldir. Kesiksiz tayf (beyaz ışık) özelliğinde olduklarından eş dağılımlı bir ışık verirler.

Xenon Lambaları

Zr-arkı lambaları civa buharı ve mor ötesi lambalar vardır. Özellikle sonuncular, Cd kıvılcımı kullandıklarından dalga boyları 0,2148 mikrondur. Bu nedenle ayırma gücü beyaz ışığa göre beyaz ışığa göre 2,5 kat artar.

Optik Kısımlar

Objektifler

Objektifin temel görevi, numune yüzeyinin gerçek büyütülmüş görüntüsüne oküler görüntü düzlemi üzerinde oluşturmaktır. Gözlenen cisme yakın olan mercek sistemidir.

Objektiflerin büyütmesi üzerlerinde yazar. Gözle görülebilen büyük bir görüntü eldesi objektifle birlikte bir oküler kullanılması ile mümkündür. Objektifle okülerden oluşan sistemin toplam büyütmesi, bunların ayrı ayrı büyütmelerinden başka aralarındaki uzaklığa da bağlıdır.

Objektifler çoğunlukla belli bir tüp uzunluğuna (objektif, oküler uzaklığı) göre düzenlenmişlerdir. Kataloglarda verilen büyütme gözden 250 mm uzakta oluşmuş bir görüntü içindir. Buna uygun olan tüp boyu 160 mm dir.

Objektif ve okülerin büyütme biliniyorsa uygun tüp boyu için toplam büyütme, büyütme çarpımıdır.

Fotomikrografide görüntü bir ekranda incelenir. Dolayısıyla büyütme ekranın uzaklığına da bağlıdır. Görüntü izdüşürüldüğünde büyütme:

$$M = \frac{D \cdot M_1}{250}$$

M = Toplam büyütme

M1 = Objektif ve oküler sisteminin hesaplanmış büyütmesi (250 mm uzaklık için)

D= izdüşüm uzaklığı

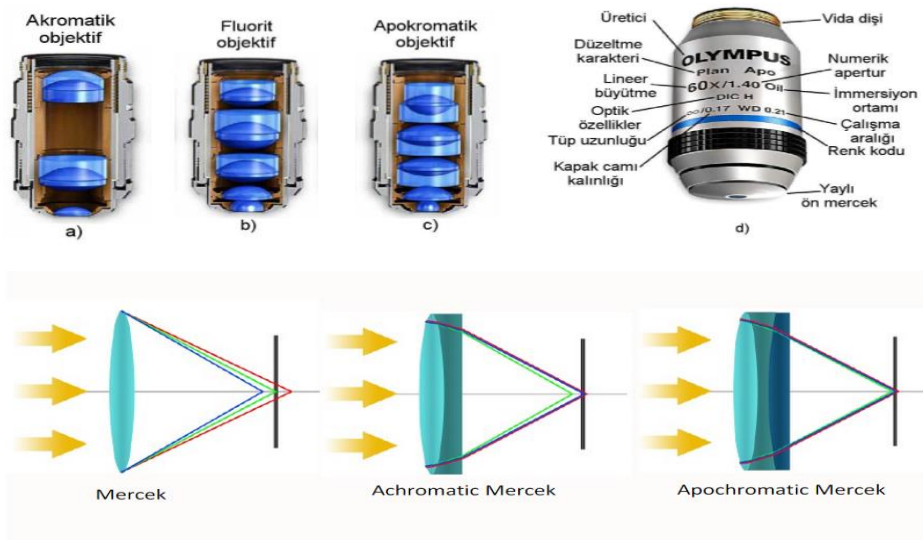
Objektiflerin büyütmesi, oluşturduğu ara görüntünün, görüntüsü oluşan cismin büyüklüğüne oranı olarak verilir. Buda objektifin üzerinde (. . . x) simgesi ile işlenir.

Objektifler üç gruba ayrılır:

Akromatik Objektifler: Bunlarda düzeltme ancak spektrumun yeşil-sarı bölgesi için yapılmıştır. Mavi veya kırmızı filtrelerle kullanılmamaları gereklidir.

Apokromatik Objektifler: Bunlar kromatik aberasyon için tamamen ve küresel aberasyon için mor ve yeşil bölgesinde düzeltilmişlerdir. Fotomikrografi için en uygun objektiflerdir. Mavi ve kırmızı ışıkla elde edilen görüntülerin büyüklüğü farklı olur. Bunun telafisi için uygun okülerler kullanılır.

Semipakromatik Objektifler: Bunlar fluorit (kırılma indisi küçük bir saydam mineral) den yapılan mercek içerirler. Optik bakımdan akromatik objektiflerden üstün fakat apokromatik objektifler kadar iyi değildir.

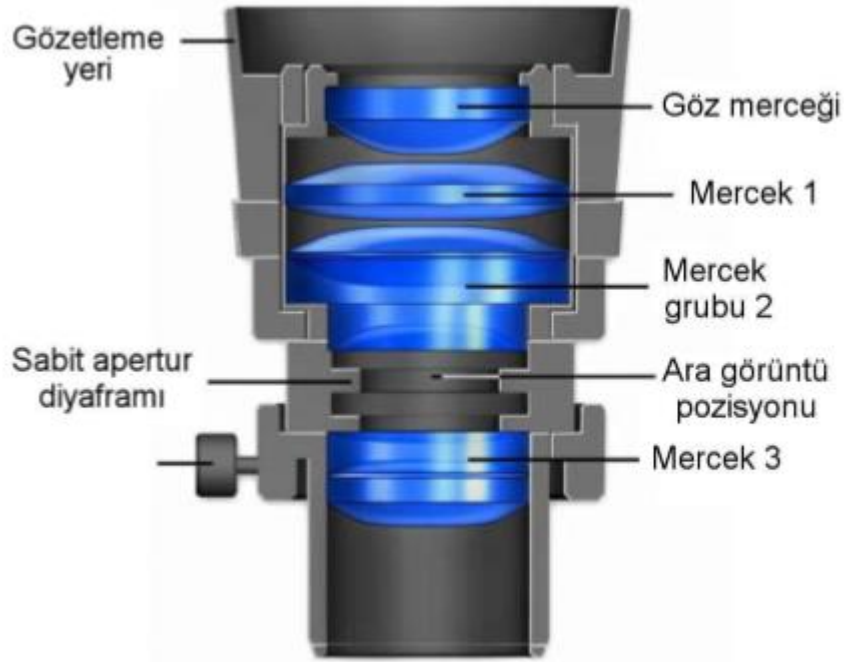


Şekil 2. Objektif çeşitleri.

Okülerler

Negatif Okülerler: Mikroskoplarda en çok bunlardan kullanılır. Huygens tipi negatif okülerler en basit olanlardır. İki düzlem konveks, akromatik olmayan mercekten oluşmuştur. Konveks tarafları objektife bakar. Diyafram 2 mercek arasına yerleşmiştir. Görüntü iki mercek arasına olduğundan negatif oküler denmiştir. Bunlar yalnız düşük veya orta aperçurlarla akromatik objektiflerde kullanılır.

Fotografik Oküler: Fotoğraf çekmede veya kısa mesafe projeksiyonlarında esas olarak kullanılır. Bir seri mercekten oluşmuştur. Ekran üzerinde gerçek görüntüyü oluşturmak için yalnız kullanılır. Kromatik olarak iyidir. Apokromatik semi apokromatik objektiflerle kullanılır.



Şekil 3. Oküler

METALOGRAFİK NUMUNE HAZIRLAMA

Malzemelerin iç yapısının mikroskopta incelenebilmesi için öncelikle numune hazırlama aşamasının gerçekleştirilmesi gerekir. Malzemelerin iç yapısal incelenmesi öncesinde takip edilmesi gereken basamaklar şunlardır: Monteleme, Zımparalama, Parlatma ve Dağlama

MONTE

1. Giriş

- Metalografi incelemeleri sırasında elle tutulamayan numunelerin daha kolay tutulmasına sağlamak için
- Numune kenarlarına bakmak için
- Numunenin daha çabuk metalografik etüde hazırlanması amacıyla
- Numuneleri korunabilecek ve saklanabilecek bir düzgünlük içine sokmak amacıyla uygulanır.

2. Deneyin Yapılışı

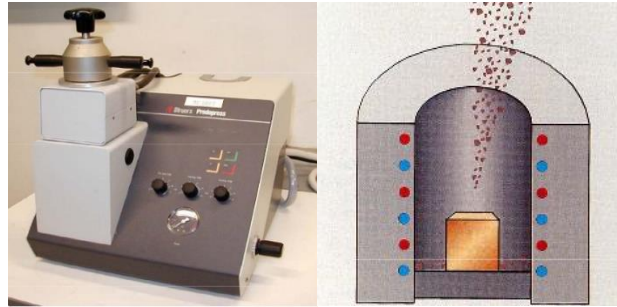
Plastik Monte

a. Sıcak Monte

Isı ve basınç uygulaması gerektiren monte işlemidir. Sıcak montede, ısıtma işlemi sırasında numune, 140-160°C arasına ısındığından bu sıcaklıktan etkilenecek malzemelere kesinlikle soğuk monte işlemi uygulanmalıdır. Bu işlemde, plastik ısı ve basınç altında numunenin çavresinde katılaştırılır. Kullanılan plastik malzeme toz ya da

granül biçimindedir. Basınç ile çalışan gömme reçinelerde iki ayrı plastik türü kullanılır: Termoplastik reçineler, ısıtıldıklarında ergirler ve soğutma sonucu sertleşirler; sıcaklık 70-80 °C'ye düşmeden termopresden çıkarılmamalıdır.

Termosettin reçineler ise yüksek basınç altında belirli bir süre tutulurlarsa katı bir kütleye dönüşürler. Bu tür plastikler için soğutma şart değildir. Sürtünme ısı ile yumuşamaları söz konusu değildir; hem daha ucuz hem de daha kullanışlıdır.



Şekil 1. Sıcak Monte cihazı.

b. Soğuk Monte

Oda koşullarında uygulanan bir monte yöntemidir. Monte malzemesi olan sıvı haldeki plastiğe bir miktar katılaştırıcı ve reaksiyonu hızlandırıcı (katalizör) iki kimyasal madde ilave edilerek, numunenin bulunduğu kalıp içine dökülür. Plastik katılaştıktan sonra kalıp içinden çıkarılır.



Şekil 2. Soğuk Monte

Monte Yapımında Dikkat Edilecek Noktalar

- Numune temiz olmalıdır ve en az monte edilecek kapdan 10-15 mm daha küçük olmalıdır. Keskin kenarlardan kaçınılmalıdır.
- Birçok malzeme aynı anda monte edilecekse bu numuneler birbirleriyle temas etmemelidir ve basınç uygulaması sırasında tahribat olabilir.
- Plastiğe uygulanan basınç 1-1,5 tondan daha küçük olmamalıdır. Ancak bu büyüklük kriter değildir.
- Tüm monte malzemeleri için sıcaklık yaklaşık 150 °C'dir.

ZIMPARALAMA-PARLATMA-DAĞLAMA

1. Giriş

Zımparalama ve takiben yapılan parlatma işlemlerinin amacı yüzey pürüzlülüğünü azaltmak suretiyle, ışığı iyi yansıtan bir yüzey elde etmek yanısıra deforme olmuş tabakayı ortadan kaldırmak ve orijinal içyapıyı ortaya çıkarmaktır.

2. Deneyin Yapılışı

Zımparalama

Monte işlemi uygulanmış ya da doğrudan alınan numunenin yüzey pürüzlülüğünün alınması, düz homojen bir yüzeye sahip bir parça haline getirilmesi için numuneler SiC aşındırıcı tozların kullanıldığı zımpara kağıtları ile zımparalanırlar.

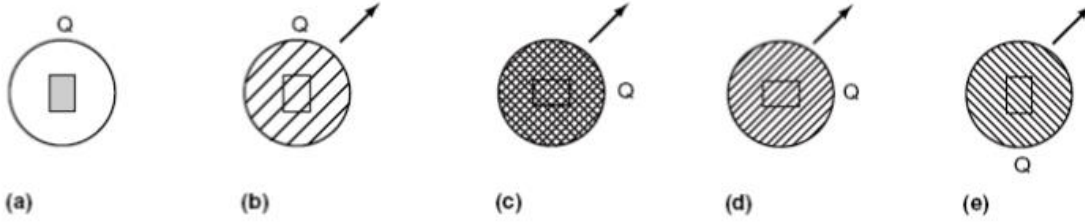
Zımparalar zımpara tozunun 1 inç² (2,54 cm²) deki tanecik sayısına göre sınıflandırılır. İnç² başına düşen tanecik sayısı arttıkça zımpara numarası büyür.

Numune kabadan inceye doğru sırasıyla 180-320, 400, 600 no'lu zımparalarla zımparalanır. Zımparalama işlemi bir aşındırma işlemidir. Her aşındırma (düzleme) işlemi bir bozucunun katmanını gidermek amacıyla yapıldığından her aşamada bozunum katmanını giderecek bir aşındırıcı büyüklüğü seçilmelidir. Böylece yüzey pürüzlülüğü giderek azaltılır. Yaş zımparalama uygulanarak numune yüzeyinden aşınıp kopan parçacıklar ortamdaki uzaklaştırılır. Bu yapılmadığı takdirde aşınıp kopan parçacıklar düzlenen yüzeye gömülüp kalabilir ve yanlış yorumlamalara yol açabilir.



Şekil 1. Yaş zımparalama için zımparalama seti.

Zımparalama sırasında her aşamada bir deformasyon olur. Zımparalamanın her aşaması bir önceki aşamada oluşan bozulmuş metal katmanını aşındırma ile tümünden giderir. Elle yapılan zımparalamada her zımpara değiştiğinde numune 90° döndürülmelidir.



Şekil 2. Elle zımparalama

Döner disk sisteminin kullanıldığı zımparalama elle yapılan zımparalamadan daha üstündür. Böyle bir zımparalamanın avantajları:

1. Zımparalama boyunca hemen hemen değişmeyen kusursuz bir zımparalamanın olması,
2. Çok az miktarda çapak ve toz meydana getirilmesi,
3. Numunenin çabuk hazırlanması,
4. Eğik yüzeylerin olmamasıdır.

Zımparalama işleminin sonunda numune bol akar su ile yıkanır ve sıcak hava ile kurutulur.

Parlatma

Parlatma, düzgün ve çiziksiz bir yüzey elde etmede en son aşamadır. 600 grit ya da daha ince zımparalamadan sonra, ayna parlaklığında çizik içermeyen düz bir yüzey elde etmek için parlatma işlemi yapılır.

Parlatma işlemi genellikle dönme hareketi yapan diskler üzerinde yapılır. Parlatma işleminde pasta adı verilen ve sert parçacıkların süspansiyonundan oluşan solüsyonlar (slurry) kullanılır. Kullanılan sert tanecikler elmas, alüminyum oksit veya metal oksit esaslı olabilir. Genellikle malzemenin sertliğine göre aşındırıcı tozlar kullanılır. Farklı incelikteki aşındırıcı tozların kullanıldığı bir diskten diğerine geçerken yabancı maddeleri taşımamak için numune ve eller yıkanmalıdır. Parlatma sonucu 100x büyütmede numunede hiçbir çizik görülmemelidir.



Şekil 3. Otomatik parlatma makinesi.

Dağlama

Metalografik gözlemin amacı metallerin yapısal karakteristiklerini ortaya koymak olduğundan metalin mikroyapısı görünür hale getirilmelidir. Dağlamada kullanılan dağlayıcılarla metal anodik olarak çözünür. Amaç ya fazların kendi aralarında ya da değişik fazlar arasında değişik çözünme hızlarından faydalanarak ışık metal mikroskobu için gerekli optik kontrastı yaratmaktır.



Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II

Deney Föyü



Dağlayıcılar alkol, saf su gliserin gibi sıvılarda veya bunların karışımında eritilmiş organik veya inorganik asitler, alkaliler veya bunların karışık bileşikleridir.

Her metal yapısına veya bileşimine göre uygun bir dağlayıcı ile dağlanır. Örneğin çelik için Nital 2 (2 ml Nitrik asit + 98 ml alkol karışımı) iyi sonuç verir.

Dağlama işlemini elle yapmak oldukça basittir. Numune dağlayıcı içine batırılır ve kimyasal reaksiyon bitene kadar hareket ettirilir. (veya dağlayıcı bir pamukla numune üzerine sürülür.)

Dağlama bitince numune derhal ılık akar suda yıkanır, alkolde çalkalanır ve hava akımında kurutulur.

6. MALZEMELERİN OPTİK ÖZELLİKLERİ

DENEYİN AMACI

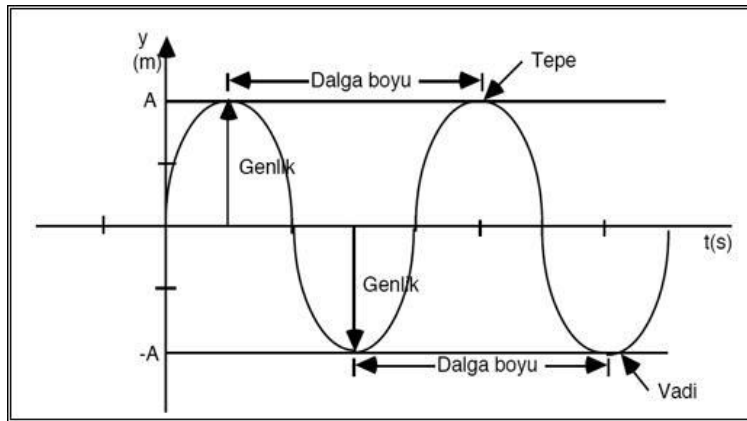
Bu deneyin amacı;

- Standart bir optik malzemenin ultraviyole ve görünür radyasyon geçirgenliğini ölçmek,
- Bu veriden faydalanarak bloke edilen radyasyon miktarını bulmak.

TEORİK BİLGİLER

Işık elektromanyetik ışınım enerjisidir. Işık aynı anda hem dalga hem de parçacık özellikleri gösterir. Dalga teorisine göre elektromanyetik ışınım elektriksel ve manyetik alanların birbirlerine dik düzlemlerde bir arada salınmasından oluşur. Elektromanyetik enerji ile maddenin etkileşimi, moleküler yapı ve özellikler hakkında önemli bilgiler vermektedir. Işığın elektrik alanının maddenin elektronlarıyla etkileşimi sonucu bir malzemenin optik özellikleri ortaya çıkar. Spektroskopi, bu etkileşim sonucu objelerin tayf üzerinde yaydığı ya da yansıttığı renklere göre incelenmesidir.

Tüm dalgaların iki temel özelliği bulunur; dalga boyu ve frekans. Dalga boyu (λ , lamda) bir dalganın en tepe noktası ile bir sonraki dalganın en tepe noktası arasındaki mesafedir (Şekil 1.1). Frekans (ν , nu) ise birim zamanda bir noktadan geçen dalga sayısıdır. Frekans ve dalga boyu birbirleriyle ters orantılıdır, dalga boyu düştükçe birim zamanda bir noktadan geçen dalga sayısı artar.



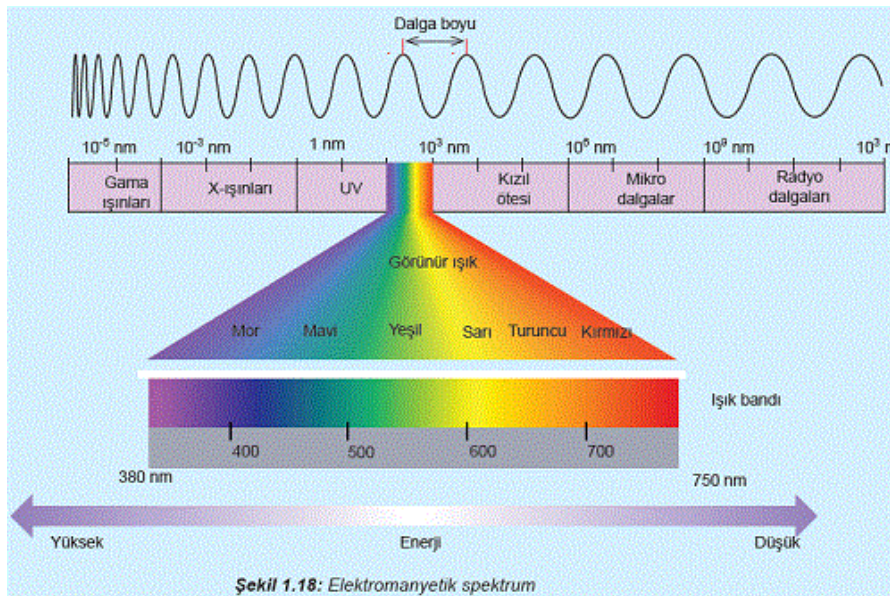
Şekil 1.1: Dalga boyunun gösterimi.

Ayrıca dalga boyu ve frekans, ışık hızı ($c = 2,998 \times 10^{10}$ cm/s) ile ilintilidir;

$$c = \lambda \cdot \nu$$

Işınımın enerjisi arttıkça dalga boyu düşer ve frekansı artar, enerji düştükçe dalga boyu büyür ve frekans azalır.

Güneşten gelen ışık farklı enerjilere ve dolayısıyla dalga boyu ve frekanslara sahip ancak bir araya geldiklerinde süreklilik gösteren dalgalardan oluşur. Bu ardışık dalgalar bütününe tayf adı verilir. Şekil 1.2 bant denen bölgelere ayrılmış elektromanyetik tayfı göstermektedir. Işık nesnelerin üstüne düştüğünde farklı davranışlar gösterir; dağılır, yansır, soğurulur veya nesnenin içinden geçer, ya da bunların birleşimi olan şekillerde davranabilir. Bunun sonucu olarak gözlerimiz, tenimiz ya da ışığı gözlemlemek üzere tasarlanmış cihazlar ışığı ısı, ışınım, fosforesans, renk gibi farklı şekillerde algılar. Elektromanyetik radyasyon tayfının büyük kısmı insanlar tarafından görülemez. Tayfin görebildiğimiz ve farklı renkler şeklinde algıladığımız kısmına görünür ışık denir. Bu bandın dalga boyu, şekilde de görüldüğü gibi 400-700 nm arasındadır. Görünür ışık dışındaki bölgeleri de farklı şekillerde algılarız. Örneğin ultraviyole (UV) bandı güneşin tenimiz için zararlı ışınlarını oluşturan bölgedir. Düşük enerjili kızılötesi bölgeyi ise ısı olarak algılarız. Bir cisimle etkileşen ışığın görünür bölgedeki tüm dalga boyları cisim tarafından soğurulursa bu cisim gözümüze siyah olarak görünür. Bunun tam tersi olarak görünür bölgedeki tüm dalga boylarını yansıtırsa cisim beyaz olarak görünecektir. Görünür ışığın tamamı geçirmesi durumunda ise cisim şeffaf görünür.

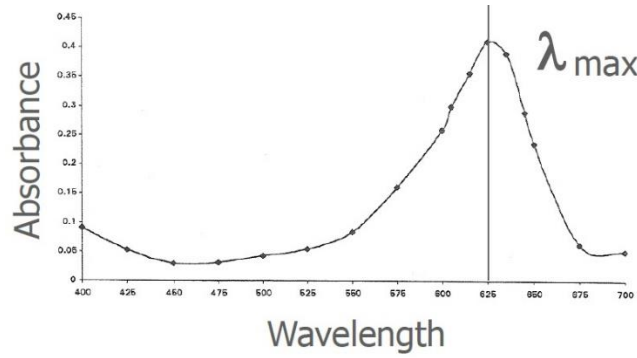


Şekil 1.2: Elektromanyetik tayf ve görünür ışık bandı.

Bir cisim görünür bölgedeki bazı dalgaları soğuruluyorsa bu cismi yansıttığı ya da geçirdiği dalgaların birleşiminden oluşan renkte görürüz. Örneğin kot pantolonların boyandığı indigo rengi 500-650 nm arasındaki kırmızı-yeşil bölgeyi soğurur ve 400-500 nm arasındaki mavi-mor renkte görünür.



Spektroskopi ışığın madde ile etkileşimini inceleyen bir analiz tekniğidir. Spektrometre ise elektromanyetik radyasyonu dalga boylarına göre ayırarak bu dalga boylarını bir numuneden geçiren ve numuneden geçen ışıklarının şiddetini ölçen cihazlardır. Yeni bir numune incelenirken önce bu numunenin soğurma (absorbance) tayfına bakılır. Soğurma tayfı soğurulan ışığın dalga boyuna göre değişimini gösteren soğurma-dalga boyu eğrisidir (Şekil 1.3). Bu eğride en belirgin özellik maksimum soğurmanın gerçekleştiği dalga boyudur.



Şekil 1.3: Bir soğurma tayfı örneği.

Beer-Lambert Kanunu:

Beer-Lambert Kanunu ışığın soğurulması ile malzemenin özellikleri arasındaki bağlantıyı gösteren matematiksel eşitliklerdir. Bu eşitlikler geçirgenlik (T), yüzde geçirgenlik (%T) ve soğurma (A) olmak üzere iki temel değişkeni hesaplamaya yararlar.

$$T = I / I_0$$

$$\%T = I / I_0 \cdot 100$$

$$A = -\log T = -\log_{10} (I / I_0)$$

Bu eşitliklere bakarak bir maddenin geçirgenlik ile soğurma özellikleri arasında logaritmik bir bağıntı olduğu anlaşılır.

DENEYDE KULLANILAN MALZEME VE CİHAZLAR

UV-Vis spektrometresi, standart optik malzeme, alkol, deiyonize su, kurulama kağıdı.

DENEYİN YAPILIŞI

%Geçirgenlik (%Transmittance) Ölçümü

1. Güç düğmesine basarak spektrometreyi çalıştırınız. Cihazın tam olarak çalışabilir hale gelmesi 10 ila 15 dakika alacaktır.
2. "UVWin Software" uygulamasını çalıştırıp "OK" butonuna basınız.



3. Soldaki listeden "Spectrum"u seçiniz.
4. Değişkenleri belirlemek için menüden "Measure/Parameters Settings"i seçiniz.
5. "Measure" sekmesinden Absorbance (%abs) veya Transmittance (%T) modunu seçip, "Scan Parameters" sekmesinden başlangıç ve bitiş dalga boylarını belirleyiniz.
6. "Instrument" sekmesinden kullanılacak lambaları seçiniz. UV bölgesi taranmayacaksa D2 lambasını kapatınız.
7. Ölçüm seçeneklerini kaydetmek için "OK" butonuna basınız.
8. Arkaplan düzeltmesi gerekmeden ölçüm yapabilmek için "Baseline" seçiniz. Düzeltme tamamlandığında ekranda %100 T veya %0 A görünecektir.
9. Standart cam numuneyi numune tutucuya yerleştiriniz.
10. Siyah kapağı ve cihazın kapağını kapatarak "Start"a basınız.
11. Tarama tamamlandığında sonuçları kaydetmek için "Yes"e basınız.

İSTENİLENLER VE ÖDEVLER

- 1.5.1. Hangi ultraviyole radyasyon türü en yüksek enerjiye sahiptir? Bu radyasyon hangi dalga boyu aralıklarındadır?
- 1.5.2. Hangi ultraviyole radyasyon türü gözlerimize en çok zararı verir?
- 1.5.3. Güneş gözlükleri hangi radyasyon türlerini engellemelidir?
- 1.5.4. Soğurma ve geçirme arasındaki farkları açıklayın.
- 1.5.5. Bir soğurma tayfı 540 nm'de maksimum noktasına ulaşmaktadır. Bu ne anlama gelir?
- 1.5.6. Bir geçirgenlik tayfı 480-524 nm arasında %80 şiddetinde bir tepe oluşturmaktadır. Bu ne anlama gelir?

KAYNAKLAR

1. Williams, John E.; Trinklein, Frederick E.; Metcalfe, Clark H. (1984). Modern Physics (p. 287-288). New York: Holt, Rinehart, and Winston.
2. Pelczar, Michael J.; Chan, E. C. S.; Kreig, Noel R. (1986). Microbiology (p. 480). New York: McGraw-Hill Book Company.
3. Selinger, Ben. (1989). Chemistry in the Marketplace (p. 121). Sydney: Harcourt Brace Jovanovich.
4. Questions and Answers About UV Coatings. (1992). Lenscrafters® Pamphlet.
5. Pasachoff, Jay A. and Kutner, Marc L. (1978). University Astronomy (p. 630-631). Philadelphia: W.B. Saunders Company.
6. 1982-83 CRC Handbook of Chemistry and Physics (p. E-201). Cleveland: CRC Press.



7. SERAMİK PROSESİ

DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı seramik üretiminin temellerini ve bir seramik çamurunun hazırlanmasını incelemektir. Hammade hazırlanması, öğütme kinetikleri ve seramik çamurunun reolojik davranışı ayrıntılı olarak incelenecektir.

TEORİK KISIM

Seramik Çamurunun Hazırlanması ve Reolojisi

Bir seramik çamuru seramik hammaddeleri, su ve bağlayıcılar, deflokülant vb gibi yardımcı maddeler içerir. Optimum bir kompozisyon hazırlamak için Seger Tabloları veya Seger Oranları olarak adlandırılan özel tablolar kullanılır. Bu Seger tabloları, seramik hammaddelerinde bulunan oksitler arasındaki oranları göstermektedir. Yeni bileşimler geliştirirken oranları sabit tutmak gereklidir, çünkü her oksidin reoloji üzerinde farklı bir etkisi vardır. Seger tabloları nihai ürün ve nihai üründen istenen özelliklere göre değişir.

Reoloji akışkanlık bilimidir. Akışkanlık, viskozite ve tiksotropi olmak üzere iki ana değerle açıklanabilir. Viskozite, bir malzemenin akışkanlığının değeridir. Akışkanlık ve viskozite aralarında ters orana sahiptir. Tiksotropi, zamana bağlı olarak viskozitedeki değişim değeridir.

Newton ve Newton olmayan akışkanlar olmak üzere iki ana akışkan grubu vardır. Newton akışkanları su gibidir, viskoziteleri zamanla değişmez. Ancak Newton olmayan akışkanlar için viskozite zamanla değişir. Newton olmayan akışkanların viskozitesi sayım süresi ile azalır.

Seramik çamuru, Newton olmayan bir akışkandır ve tiksotropik özellik gösterir. Seramik bir çamurun reolojik çalışması için flokülasyon, deflokülasyon ve deflokülant gibi terimler açıklanmalıdır.

Seramikler için viskozite çok düşükse, ürünlerin yüzey kalitesi düşük olacaktır ve yüzeyde çatlaklar olabilir. Viskozite çok yüksekse, bu iğne deliği kusurlarına ve çamurun taşınması (mobilité) için zorluklara neden olacaktır.

Tiksotropi, viskozite kadar önemlidir. Tiksotropi çok yüksekse, ürünün kuruma süresi uzar. Tiksotropi çok düşükse, ürünün kırılma olmasına neden olur.

Flokülasyon, Deflokülasyon, Deflokülant

Suda süspansiyon edilen killi bir malzemenin partikülleri, birbirinden tamamen farklı iki mekanizma halinde davranış gösterir. Bu duruma partiküllerin yüzeyinde bulunan hem çekmeye hem de itmeye neden olan elektrostatik yükler sebebiyet vermektedir. Düzenli olarak, bir asit ortamında, partiküller birbirlerini çekerler ve bu duruma "flokülasyon" denir. Alkil (temel) bir ortamda, parçacıklar birbirini iter ve bu duruma "deflokülasyon" denir.



Deflokülasyon durumunda, partiküllerin yüzey yükleri nötralize edilmiştir, bu partiküllerin süspansiyon halinde tekli ayrı birimler olarak kalmasına yol açar. Yükler olmadan ve çekim olmadan, parçacıkları bir arada tutan kuvvet yoktur. Bu yüzden, deflokülasyon durumunda viskozitede bir azalmaya olur. Flokülasyon durumundaysa, partiküllerin aralarındaki elektrostatik çekimin neden olduğu üç boyutlu yapılar oluşmaktadır. Bundan dolayı viskozitede bir artışa yol açar.

Deflokülantlar

Deflokülant terim olarak ilave edildiğinde viskozitede bir azalmaya neden olan bir katkı maddesi anlamına gelir. Deflokülantlar, partiküller arasındaki zeta potansiyelini artmasına bir diğer deyişle partiküller arasındaki itici kuvvetlerin artmasına yol açarak flokülasyonu engeller.

Deflokülantların süspansiyon halinde hareket etmesi için çeşitli mekanizmalar vardır. Bunlar;

- Bazik ilavesi veya hidroliz ile pH'ın temel değerlere yükseltilmesi.
- Çift kat killerde alkalin katyonları ile birlikte bulunan flokülant katyonların yer değiştirmesi.
- Partiküller üzerinde negatif yük elde etmek için anyonların elektrik alanı altında adsorpsiyonu.
- Koruyucu bir koloidin eklenmesi.
- Süspansiyonda bulunabilen topaklaştırıcı iyonların çökelme veya koordinasyon komplekslerinin oluşumu ile ortadan elimine edilmesi.

Normalde, deflokülantların etkileri yukarıda bahsedilen mekanizmalarla oluşmaktadır. Mekanizmalar, organik veya inorganik olabilen deflokülantın doğasına bağlı değildir.

DENEYSEL BÖLÜM

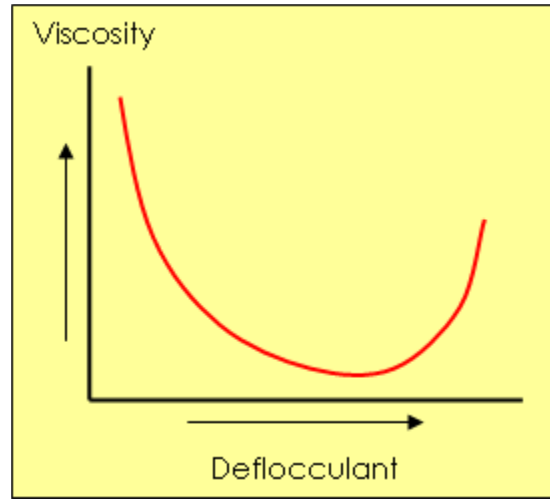
Gerekli Aletler

Değirmen, Viskozimetre, Karıştırıcı, Piknometre, Elek (90 µm), Kurutma Fırını, Tartı Aleti.

Deneyin Uygulanması

Öncelikle, hammaddeler kompozisyona göre tartılır ve karıştırılır. Daha sonra karışıma, gerekli miktarda su ve deflokülant eklenir. Hazırlanan çamur, bilyalı değirmenlerde öğütülür. Öğütme işleminden sonra çamurun yoğunluğu bir piknometre kullanılarak bulunur. Çamurun yoğunluk değerine ilişkin olarak, çamurdan yoğunluğa karşılık gelen ağırlık alınarak ölçüm yapılmaktadır. Daha sonra hazırlanan çamur, 700 rpm hıza sahip bir karıştırıcı ile karıştırılır ve 20 rpm dönüş hızına sahip bir analog viskozimetre kullanılarak viskozite değeri belirlenir. 4-6 Poise (yer karoları için gerekli değer) arasındaki viskozitenin olması gerekmektedir. Eğer bu değer yakalanmamışsa, viskozite değerini sabitlemek için çamura deflokülant ilavesi yapılır. Eklenen deflokülant miktarı, başparmak kuralı ile belirlenir. Her ilave işleminden sonra, çamur 3 dk. karıştırılır ve 20 rpm dönüş hızına sahip bir analog viskozimetre kullanılarak viskozite değeri belirlenir. Çamurun viskozite değeri, katı

konsantrasyonu stabilize etmek için fazladan su ilave edilmeden 4-6 Poise arasında optimize edilir. Tiksotropiyi belirlemek için, her viskozite ölçümünden sonra çamur 5 dk. dinlendirilir. Daha sonra viskozite tekrar ölçülür, bu iki viskozite değeri arasındaki fark tiksotropiyi verir. Viskozitenin stabilizasyonu 4-6 Poise arasında stabil hale geldikten, deflokülantın eklenmesi durdurulur. Çamur nihai viskozitesine ulaştığı zaman, eklenen deflokülant, çamura daha fazla miktarda deflokülant ilave edilene kadar viskoziteyi etkilemez. Bu yüksek miktarda eklenen deflokülant, beklendiği gibi davranmaz ve çamurun viskozitesini artırır. Dolayısıyla, viskozitenin ulaşılan değerinin kanıtı stabilite ve takibinde eklenen deflokülant ile birlikte viskozitedeki artırmasıdır.



Şekil 1. Viskozite-İlave edilen deflokülant diyagramı

SONUÇLAR

Sonuç olarak bu deneyde, hammadde hazırlama, öğütme kinetiği ve bir seramik çamurunun reolojik davranışı açıklanmış ve deneysel olarak gösterilmiştir.

KAYNAKLAR

- (1) RAHAMAN M. N., Ceramic Processing, 2006
- (2) BARNES H. A., Handbook of Elementary Rheology, 2000
- (3) WORRAL W. E., Ceramic Raw Materials, 1982
- (4) CICEK B., Ceramic Processing Methods Lecture Notes, 2015

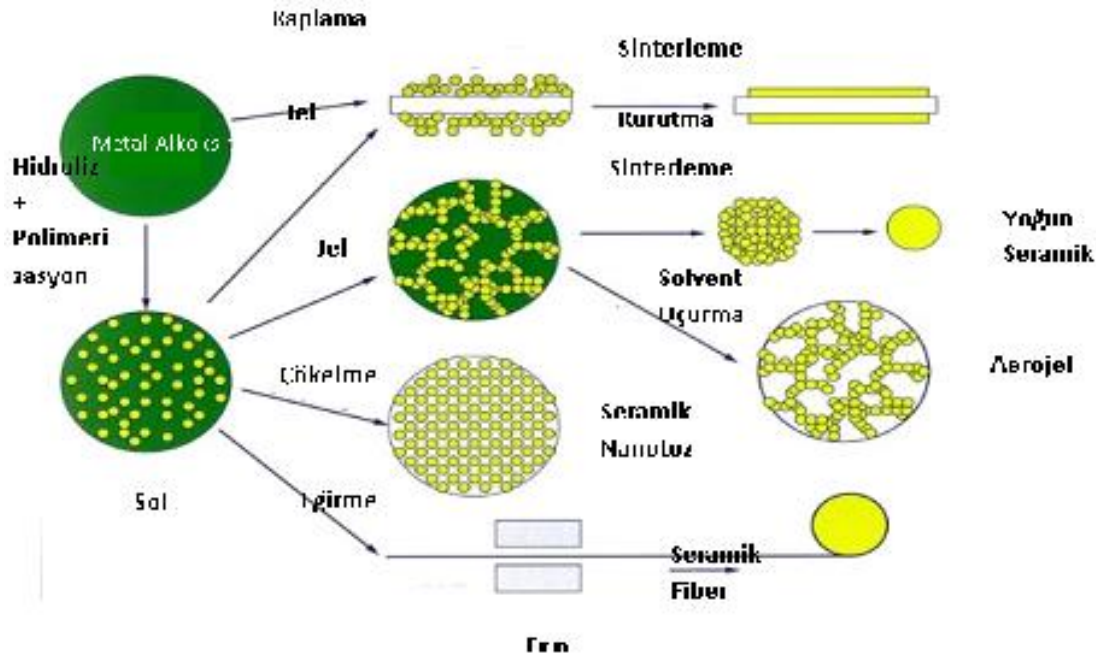
8. SOL-JEL DENEYİ

- **AMAÇ**

Bu deneyin amacı; sol jel tekniği kullanılarak nano boyutlarda seramik esaslı toz ve altlıklar üzerinde ince film kaplamalar üretmektir.

- **TEORİK BİLGİ**

Sol jel yöntemi seramik üretiminde kullanılan kimyasal bir prodestir. İlk olarak 1800'lerde Ebelmanve Graham'ın çalışması ile keşfedilmiştir. 1930'lardan itibaren sol jel yaygın olarak çalışılmaya başlanmış ve 1938'de Almanya'da sol jel prosesi ile ilgili ilk patent alınmıştır. 1943'de Jenaer GlasWerk sol jel yöntemiyle oksit kaplamalar yapmıştır. 1970'lerde oda sıcaklığında cam oluşumu başarılı olduğunda yeniden ilgi çekmiştir. Sol jel yöntemi bir süspansiyonun jelleşebildiği tüm sistemleri içermektedir. Sol jel yönteminde ileri teknoloji seramik üretiminde kullanılan malzemelerin mikron altı boyutta, saf reaktif ve düşük sıcaklıklarda sinterlenebilir olması istenmektedir. Sol jel yöntemi ile nano boyutlu seramik tozu sentezi, ince film seramik kaplamalar, seramik esaslı malzemeler ve fiberler üretilebilir [1-3].



Şekil 1. Sol Jel teknolojisi ve ürünleri [2].



Sol Jel Nedir?

Sol jel terimi sıvı içerisinde dağılmış nanoboyutlu katı partiküllerin (sol) aglomerasyonu sonrasında sıvı içerisinde üç boyutlu ve sürekli bir ağ yapısı oluşturması (jel) prosesini tanımlar [1- 3].

Kolloid Nedir?

Kolloid en az iki farklı fazın (katı, sıvı veya gaz) nano boyutlarda karıştırılmış halidir. Kolloid sürekli bir fazdan ve bu sürekli fazın içerisinde dağılmış olan dispersiyon fazlarından oluşur. Kolloidi oluşturabilecek sürekli ve disperse olmuş faz kombinasyonları aşağıda sıralanmıştır.

Gaz fazda dağılmış sıvı fazı: Aerosol olarak da adlandırılır. Örnek: Sis

Gaz fazda dağılmış katı fazı: Örnek: İslı veya dumanlı hava

Sıvı fazda dağılmış Gaz fazı: Köpükler. Örnek: Traş köpüğü, krem şanti

Sıvı Fazda dağılmış sıvı fazı: Emülsiyon olarak adlandırılırlar. Örnek: Boyalar

Sıvı fazda dağılmış katı fazı: Sol olarak adlandırılır. Örnek: Boyalar

Katı fazda dağılmış gaz fazı: Katı köpükler olarak adlandırılır. Pomice taşı, polistiren köpük

Katı fazda dağılmış sıvı fazı: Jel olarak adlandırılır. Jelatin, jöle

Katı fazda dağılmış katı fazı: Katı sol olarak adlandırılır. Örnek: Renkli Cam

Homojen solüsyonlardan farklı olarak kolloidlerde sıvı içerisine eklenen ikinci faz çözünmez ve iki faz arasında kesin bir ayırım söz konusudur. İkinci faz, nanopartiküllerden ve makro moleküllerden oluşabilir. Dispersiyon fazının boyutları, nanometreden mikrometreye kadar değişebilir [2].

Sol Nedir?

Sol, sürekli fazı sıvıdan, disperse olmuş fazı ise katıdan oluşan yapıdır. Sıvı faz içerisinde disperse olmuş nano boyutlu katı parçacıklar eğer anında çökelmiyorsa, yapı sol olarak tanımlanır. Sol içeride disperse olmuş katı fazı santrifüj gibi dış kuvvetlerle homojen bir şekilde dağıtmak mümkündür.

Jel Nedir?

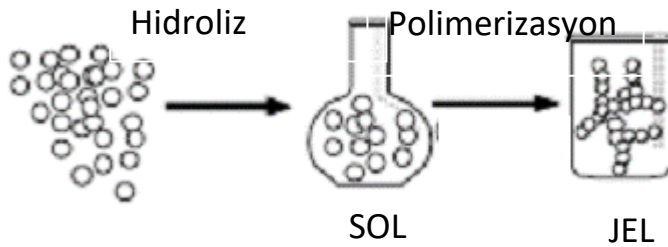
Jel, içerisinde katı ağ yapısını oluşturan nanoparçacıkların 3 boyutlu olarak yerleştiği katıya benzer ve ıslak yapıdır. Jel içerisindeki sürekli faz; nanoparçacıkların oluşturduğu katı ağ yapısı, disperse olmuş faz ise sıvı fazdır. Jellerin hem katı hem de sıvı özellikler gösterirler. Yoğunlukları sıvılara yakinken atomlar arasında katılarda olduğu gibi belirli ilişkiler mevcuttur.

Sol Üretimi:

Solün hazırlanması genel olarak iki yöntem mevcuttur:

- Sıvı içerisinde nanopartiküllerin doğrudan oluşturulması: Sıvı içerisinde çözülmüş olan moleküller sıvıların karıştırılması sonunda daha büyük boyutlu moleküllere dönüşürler. Oluşan makromoleküller, daha sonra, nanoboyutlarda katı partikülleri haline gelirler. Örnek SiO_2 (silica) esaslı nanosol.
- Nanopartiküller (karbon nanotüpler ve kuvantum noktaları gibi) özel üretim yöntemleri kullanılarak oluşturulurlar. Daha sonra nanopartiküller, sıvı faz içerisinde çözündürülür. Homojen dağılımın sağlanması için surfaktant adı verilen yüzey modifiye ediciler (polimerler, sabunlar vb) kullanılır.

Şekil 2. Sol ve Jelin şematik gösterimi [3].



Sol Jel Değişimi:

Solün, jele dönüşümü için, sol içerisinde dağılmış olan katı nanoparçacıkların biraraya gelerek ağ yapısı oluşturmaları gerekir. Ağ yapısının oluşabilmesi için yapıda bulunan katı parçacıkların sıvı içerisinde “Brownian Motion” adı verilen ve moleküllerin sıcaklık etkisiyle rastlantısal olarak hareketleri sonucunda çarpışmaları ve çarpışma sonunda yapışmaları gereklidir. Yapışma işlemi yüzeylerinde reaktif gruplar bulunan katı partiküller için çok daha kolaydır. Çünkü çarpışma sonrasında reaktif gruplar biraraya gelerek bağ oluşturabilirler. Yüzeylerinde reaktif grup bulunmayan katı parçacıklar için yapışma gerçekleşmeyeceği için bu tür nanoparçacıkların yüzeylerinin katkı malzemesiyle (Additive) veya yüzeyin soyularak reaktif hale getirilmesi işlemlerinden geçmesi gerekmektedir. Sonuç olarak reaktif olmayan parçacıklar, çarpışma sonunda oluşacak bağ yapısı veya elektrostatik kuvvetlerle biraraya gelecek (reaktif) hale getirilirler.

Sol jele dönüşürken, yapının viskozitesi artar ve jelleşme noktasında yapı akamayacak hale gelir. Jelleşme noktasında parçacıkların oluşturduğu ağı yapı sıvının tüm hacmi içerisinde yayılmış olduğundan sıvının akma kabiliyeti son bulmuştur. Solün içine jelleştiricinin karıştırılmasından sonra gel oluşumu sonuna kadar geçen süreye “jelleşme süresi” adı verilir [2].

Sol Jel kimyasını etkileyen Faktörler:

Sol jel kimyası aşağıda verilen parametrelerden etkilenir.

- **pH:** Suyun rol aldığı kolloid sistemlerde pH çok önemlidir. Silika jellerin oluşumunda, silikanın hidrolizi sonucunda silanol grupları oluşur. Silanol gruplarının oluşumu pH ‘dan etkilenir. Silanol grupları daha sonra silica nanoparçacıklarının oluşumunu ve ağ yapının gelişmesini sağlar.

Çözücü sıvı (solvent): Yapıdaki moleküllerin biraraya gelerek nanoparçacıkları oluşturması esnasında nanoparçacıkların çökelmemesi çok önemlidir. Bu sebeple ;



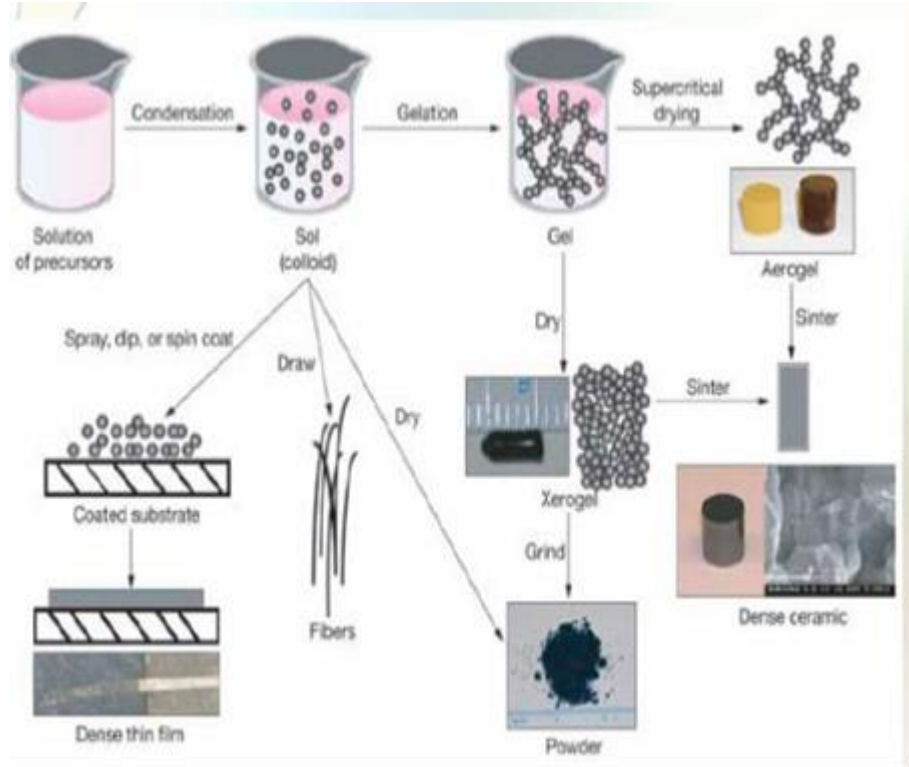
- solventin nanoparçacıkları çözebilecek özellikte olması gereklidir. Ayrıca çözücü sıvı nanoparçacıkların ağ yapısını oluşturmaya da yardımcı olarak jelleşmeyi garantiler.
- **Sıcaklık:** Nanoparçacıkların oluşması ve ağ yapısını oluşturmaya süreçlerinin kinetiği sıcaklık tarafından aktive edilir. Sıcaklığın çok düşük olması jelleşme süresini artırırken çok yüksek olması nanoparçacıkların aglomere olarak aşırı büyümesine ve ağ yapısını oluşturmamadan çökeltmelerine sebep olur.
- **Reaksiyonun Oluşturduğu Isı:** Sol içerisinde oluşan nanoparçacıkların oluşumu ve ağ yapısının meydana gelmesi kimyasal reaksiyonları sırasında açığa çıkan ısı, reaksiyonların daha hızlanmasına sebep olur.
- **Zaman:** Üretilen jelin tipine bağlı olarak jelleşme basamakları farklı zamanlarda meydana gelir. Daha yavaş oluşan sol jel reaksiyonu sonucunda meydana gelen ürünün özellikleri daha üstündür. Özellikle jelleşme aşamasında reaksiyon ne kadar yavaş ise oluşan jelin iç yapısı daha uniformdur. Bu da daha yüksek mukavemetli ve (eğer o özellikte oluşması isteniyorsa) daha fazla ışıkgeçirgen (transparant) özellikte jelin eldesine imkan sağlar. Daha saydam jel yapısı daha az Rayleigh saçılmasına sebep olduğu için daha az mavimsi görünür.
- **Katalizör:** Sol jel tekniğinde asit (H^+) ve bazlar (OH^-) katalizör olarak kullanılırlar. Katalik etki asitler ve bazlar için farklı mekanizmalar aracılığı ile sağlandığından, sol jel metodu pH'a karşı duyarlıdır. Katalizör malzeme çok az miktarda kullanılmasına karşın (mg/mL), jelleşme süresini haftalardan dakikalara çeker.
- **Karıştırma:** Sol jel tekniğinde sol'un karıştırılması, kimyasal reaksiyonun uniform bir şekilde oluşması ve sol içerisindeki her bir molekülün reaksiyon için gerekli kimyasala erişebilmesi açısından önemlidir. Bununla birlikte jelleşme aşaması başladıktan sonra karıştırmanın devam etmesi mikro ve makro seviyelerde yarı jelleşmiş ağın parçalanmasına sebep olabilir. Tüm yapının jelleşmesi sonunda gerçekleşse bile jelleşme süresi uzamış olur.

Sol jel uygulamasında; metal alkoksit çözeltileri veya metal tozları, nitrat, hidroksit, oksit gibi inorganik bileşikler belirli oranlarda su ve asitle birleştirilerek bir solüsyon meydana getirilir. Solüsyonun belirli sıcaklıklarda karıştırılması ile solüsyon içerisinde birbirini izleyen bir dizi kimyasal reaksiyon oluşur. Taneciklerin sahip olduğu yüzey yüklerinin elektrokimyasal etkileşimleri ile bir ağ meydana gelir ve bu sürece jelleşme adı verilir. Bu ağın gitgide büyüüp sistem içerisindeki bütün noktalara ulaşarak komple bir yapı meydana getirmesiyle jel elde edilir [1-5].

Sol Jel Yönteminin Basamakları

Sol jel yönteminin basamakları:

- Alkosit hidrolizi
- Polimerizasyon (Peptidleşme)
- Jel eldesi
- Kalsinasyon ve sinterleme



Sol jel sentezinde ilk adım çözelti oluşturmaktır. Bu adımda çeşitli başlangıç maddeleri, uygun çözücülerle karıştırılarak homojen çözeltiler hazırlanır. Çözelti hazırlandıktan sonra nihai ürüne kadar sol jel prosesi; hidroliz, polimerizasyon, jelleşme, ve kalsinasyon/ sinterleme şeklindedir.

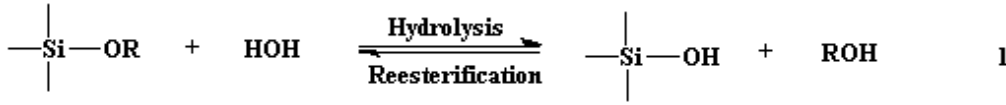
I. Alkoksit Hidrolizi

Alkoksitler, sol oluşturmak için başlangıç maddesi olarak kullanılır. $M(OR)_n$ formülü ile gösterilirler.

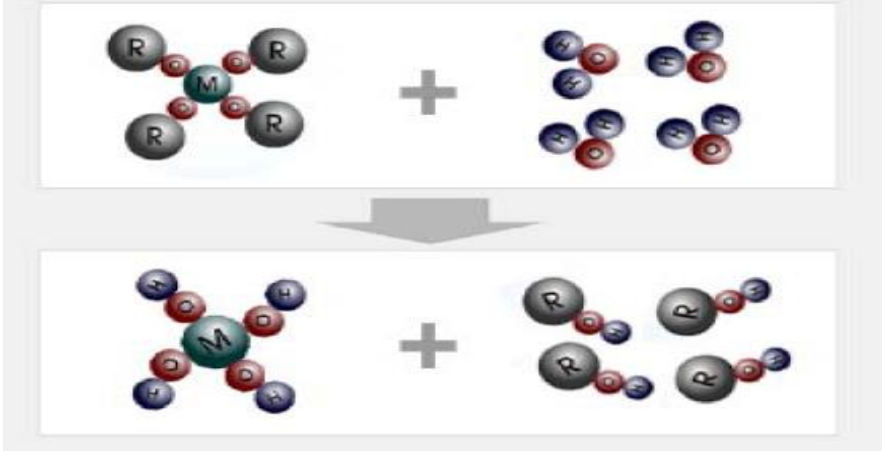
- M; kaplanacak metal malzemeyi,
- R; CH_3 (metil), C_2H_5 (etil) gibi alkil grubunu,
- n; metalin değerine göre değişen değerliğini gösterir.

İçerdikleri yüksek elektronegatif OR grubu sebebiyle, metal alkoksitler yüksek reaktif özellik gösterir. OR'deki alkali grupları değiştirmekle fiziksel özelliklerin kontrolü sağlanır.

Su miktarı, katalizör tipi, çözücü derişimi, sıcaklık faktörleri hidroliz hızını etkiler. Normal olarak alkoksitler alkolde çözünür ve asidik, bazik ya da nötr şartlarda su ile hidrolize uğrar. Optimum molar su/alkoksit oranı 100'dür. Bu oran elde edildiğinde alkoksit ile su molekülleri arasındaki mesafe artar. Asit katalizörler, polimerleri hafif bağlarla bağlarken, baz (alkali) katalizörler kuvvetli bağlarla bağlarlar. Distile su ile sıcak ortamda ($>80\text{ }^\circ\text{C}$) çalışıldığında daha kararlı bir kolloid yapı oluşur [1, 5]. Hidroliz reaksiyonu sırasında, sudaki OH^- iyonu ile alkoksitteki OR^- iyonu yer değiştirir (Reaksiyon 1).



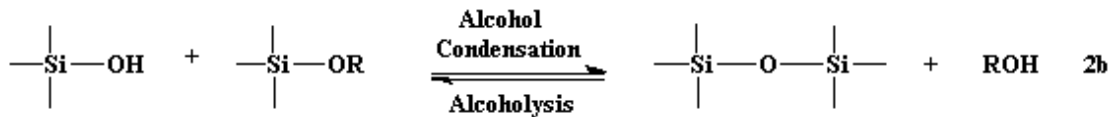
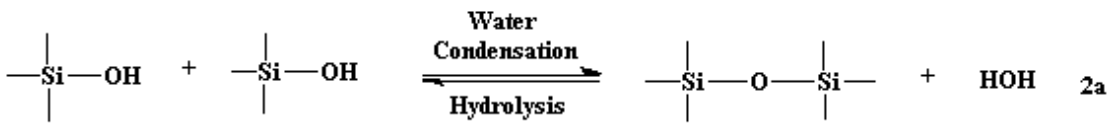
Reaksiyon1. Alkoksitin hidrolizi



Şekil 4. Alkoksit ve hidrolize olmuş metal molekülü

I. Polimerizasyon (peptitleşme):

Polimerizasyon aşamasında hidrolize olmuş Si-OH molekülleri iki farklı reaksiyonla Si-O-Si (siloksan monomeri) bağlarını oluşturur (Reaksiyon 2a ve 2b). Bu sırada oluşan işlem “kondenzasyon” olarak tanımlanır. Kondenzasyon işlemi, su kondenzasyonu ve alkol kondenzasyonu olmak üzere iki şekilde gerçekleşebilir. Su kondenzasyonunda Si-OH moleküllerinin, Si-O-Si moleküllerine dönüşümü sırasında su açığa çıkarken (Reaksiyon 2a), alkol kondenzasyonunda ise alkol açığa çıkar (Reaksiyon 2b). Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları ile polimerik oksit yapısı oluşur. Çözeltideki polimerler kondenzasyon reaksiyonu ile büyürler. Bu solden jele geçiş noktasıdır ve çözeltinin viskozitesindeki artış ile belli olur.



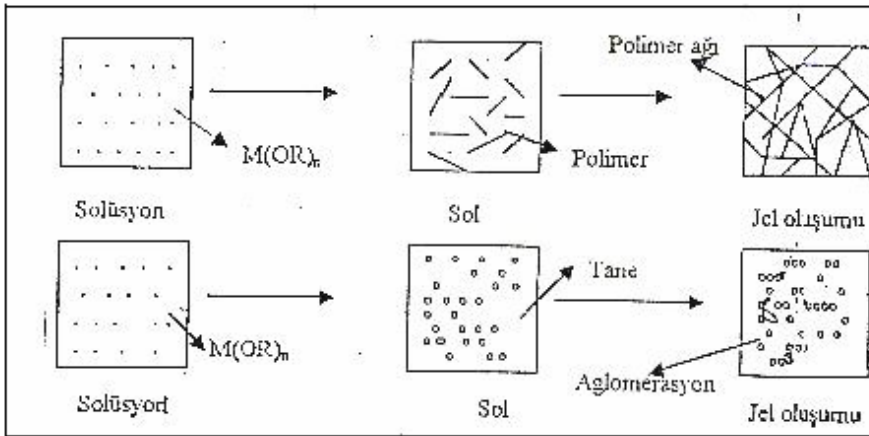
Reaksiyon 2. Kondenzasyon reaksiyonları

Polimerizasyon işleminde çözeltilerin bir çözücü etkisiyle dağıtılması ile sol hazırlanır. Polimerleşmede kullanılan elektrolitler, taneciklere belli bir yük verir. Yüklemenin nedeni, kolloidal taneciklerin ancak yüklü oldukları zaman kararlı halde bulunmasıdır. Kullanılacak asit miktarı ise ortamın pH değeri ile ayarlanır [6]. Polimerizasyon bir dekoagülasyon olayıdır. (Koagülasyon; kolloidal taneciklerin elektrik yükünün sıfır olması

sonucu büyüterek çökmesidir.) Bir çözelti, negatif yüklü bir kolloidal çözelti oluşturuyorsa, OH^- iyonları ile (bazlarla), pozitif yüklü bir kolloidal çözelti oluşturuyorsa, H^+ iyonları ile (asitlerle) polimerleştirilir. Çözeltiye verilen elektrolit gereğinden az veya çok olursa, peptidleşme meydana gelmez. Yüksek derişimdeki elektrolit, taneleri yüksüz bırakarak peptidleşmeyi önler. Az miktarda kullanıldığında ise verdiği yük yeterli olmayacağından çökelti durumu devam eder [5-6]. Seçilen asit cinsi peptidleşmeyi etkileyen önemli faktörlerden biridir. Asit konsantrasyonu çok düşük olduğunda, elektrik yükü etkisinin sağlanamaz. Bu şart birkaç kuvvetli asidin dışında hemen hemen tüm diğer organik asitlerin sol jel prosesinde kullanımını imkansız kılar.

II. Jelleşme:

Sol içerisinde polimerizasyon ile oluşturulan monomerler bir araya gelerek nanoparçacıkları oluşturmaya başlar [6]. Jelleşme olayı, kolloidal taneciklerin şekilleri ile yakından ilgilidir. Jeli oluşturan moleküller birbirine zayıf veya kuvvetli bağlarla bağlanarak, aralarındaki boşluklarda sıvı bulunan iskelet şeklinde dokular oluştururlar. Bu dokular jel yapısını meydana getirir. Jel oluşumu, hazırlanmış olan solüsyonun için yeterli küçüklükte sol tanelerini oluşturur. Bu tanecikler yüzey yüklerinin elektrokimyasal etkileşimi ile aglomera (topaklanma) olarak ya da bir ağısı yapı meydana getirerek, çöktürülmüş katı tanecikleri jel oluşumunu teşekkül eder (Şekil 5). Daha sonra bu ağısı yapıdaki jeller bütün yapıda gitgide yayılarak ve hacimde üç boyuta dağılarak, jel oluşumu tamamlamış olur. [5, 6].



Şekil 5. Polimerizasyon işlemi

IV. Kalsinasyon ve Sinterleme

Jel kurutulduktan sonra, yoğun seramik malzemesi eldesi için ısı işleminden geçirilir. Jelin yapısına ve oluşum şartlarına göre, ısı işlem esnasında şu reaksiyonlar meydana gelir;

- Tuzların dekompozisyonu,
- Karbonizasyon veya atık organik yanması,
- Kimyasal suyun uzaklaşması,
- Mikro gözeneklerin kaybolması,



- Yoğunlaşma.

Jelleşen yapı her malzeme grubuna göre ergime olmaksızın belli sıcaklıkta ısıtılarak kalsine edilir. Malzemede taneler arası boşluklar azalır. Kalsinasyon ve sinterleme ile malzemenin mekanik özellikleri de artmış olur.

Sol Jel Yönteminin Avantajları ve Dezavantajları

Sol Jel yönteminin avantajları [3];

- Yüksek yüzey alanı ve serbest enerjiye sahip katıların daha düşük sıcaklıkta sinterlenmesi sağlanır.
- Metal-alkoksit solüsyonlarının kullanımı ile fiber üretimi sağlanır (SiO_2 , $\text{ZrO}_2\text{-SiO}_2$, $\text{Na}_2\text{OZr-SiO}_2$).
- Sıvı fazdan soğutma ile elde edilemeyen amorf yapıdaki katı cam malzemelerin üretimine imkan sağlar (CaO-SiO_2 , SrO-SiO_2 , $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$, $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$).
- Cam üzerinde ince SiO_2 ve TiO_2 ($\leq 1\mu$) kaplamaların üretimine imkan vermektedir. Kaplanan yüzeylerin, kimyasal, elektrik ve optik özelliklerinin iyileştirilmesi sol-jel yöntemi ile sağlanır.
- Kontrol edilebilir şekil ve boyutlarda toz üretimi sağlanır (silika tozları).
- İkinci fazların ana faz içinde homojen dağılması sağlanabilir (%0,3 $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2$)

Dezavantajları [3];

- Üretilen tozların maliyeti yüksektir.
- Süreç uzundur ve işlem esnasında büzülme miktarı yüksektir.
- İnce gözenekler yapıda yer alabilir.
- Yapıda kalıntı hidroksit, kalıntı karbon oluşabilir.

• KULLANILAN CİHAZLAR VE MATERYALLER

- Tetra Etil Ortho Silikat (TEOS, $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$)
- Amonyum Florit (NH_4F)
- Amonyum Hidroksit (Amonyum, NH_4OH)
- Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)
- Saf su
- Çeker ocak
- Hassas terazi
- Manyetik karıştırıcı
- Manyetik balık
- Pipet pompası, pipet ve damlalık



- Beherler
- Kaplama için altlık malzemeler
- Döner tabla
- Güç kaynağı
- Fırın
- **DENEYİN YAPILIŞI**

Öncelikle sol üretimi gerçekleştirilir. Solün hazırlanmasında 3 mL TEOS ile 5 mL etanol (çeker ocak içerisinde) beherde manyetik karıştırıcı ve manyetik balık kullanılarak karıştırılır (**I. Solusyon**). (Silisyum esaslı alkoksit TEOS, solunması durumunda ciğerlerde hidrolize olabildiği için karıştırma işleminin hava akımı altında yapılması tavsiye edilir.) Daha sonra 5 mL etanol içerisinde 3 mL su çözülür (**II. Solusyon**). Solün oluşturulması için iki farklı katalizörden oluşan solüsyon (Stok Solusyonu) kullanılır. Stoğun hazırlanması için 1,9 g amonyum florür tuzu (NH_4F) ve 23 mL amonyum hidroksit (NH_4OH) çözeltisi, 100 mL saf suda çözülür. Stok çözeltisinden alınacak 10 damla II. Solüsyona ilave edilir. Son olarak karışmaya devam eden I. Solüsyona, II. Solusyon yavaş bir şekilde ilave edilir. II. Solusyonun ilavesi sırasında, transparant olan I. Solusyon giderek beyazımsı ve opak bir hale gelir. Bu soldeki moleküllerin polimerizasyonu sonucunda büyümesi ve nanopartiküllerin oluşması sebebiyledir. Polimerizasyon işlemi sonrasında solüsyona tutulan ışığın bir kısmı nanoparçacıklar tarafından yansıtıldığı için (Tyndall Effect) yapı opak (sütümsü) olarak görünür. Solün hazırlanmasında kullanılan TEOS; SiO_2 (silika) kaynağıdır, su; hidrolizi sağlarken, etanol; TEOS ve suyun karışmasına yardımcı olan solventtir. Hidroliz reaksiyonu sırasında, baz (alkali) esaslı amonyum hidroksit (NH_4OH), katalizör olarak davranarak Si-OH bağlarının oluşumunu hızlandırır. Amonyum florit tuzu, kullanılmaması durumunda da hidroliz işlemi gerçekleşmesine karşın, amonyum floritte bulunan florit iyonu ile reaksiyon hızı daha da artırılır. Polimerizasyon miktarı arttıkça solüsyonun viskozitesi artar. Jelleşme öncesinde solden damlalıklarla alınarak döner tabla üzerinde bulunan altlıklara döndürme kaplama (spin coating) işlemi veya altlığın sol içine daldırılması ve çekilmesi ile daldırma kaplama (dip coating) işlemi gerçekleştirilir.

Daldırma Kaplama (Dip Coating):

Daldırma yöntemi ile kaplama, alt malzemenin kaplanabilmesi için bir solüsyon içerisinde alt malzemenin daldırılması ve sabit hızda, kontrollü sıcaklıkta ve atmosferik koşullarda geri çekilmesi işlemidir.

Kaplama kalınlığı;

- Alt malzemeyi geri çekme hızına
- Alt malzemenin yüzey gerilimine
- Çözeltinin yoğunluğuna ve viskozitesine bağlıdır.

Daldırma yöntemi ile kaplamanın aşamaları;

1. Altlığın çözeltiye daldırılması
2. Altlığın çözeltiden çıkarılması



3. Altlığın yüzeyindeki çözeltiden çözücünün buharlaştırılması

Döndürme Kaplama (Spin Coating):

Döndürme Kaplama ince filmlerin üretiminde kullanılmaktadır. Tipik olarak proses bir

çözelti damlasının bir altlığın merkezine damlatılması ve sonra altlığın yüksek dönme hızlarında (tipik olarak 3000 dev/dak) döndürülmesi esasına dayanır. Merkezi hızlandırma

fazla çözeltinin uzaklaştırılmasına ve kalan çözeltinin ise altlık yüzeyine ince filmşeklinde yayılmasına neden olur.

Nihai film kalınlığı ve kaplamanın kalitesi:

Çözelti özellikleri:

- viskozitesine,
- kuruma hızına,
- katı oranına ve
- yüzey gerilimleri ile

İşlem şartlarına:

- devir,
- hızlandırma vb. bağlıdır.

Tipik olarak kaplama işlemi üç adımdan oluşur.

1. Hazırlanan altlık üzerine çözelti damlatılması
2. Yüksek hızlı döndürme ile fazla çözücünün uzaklaşması ve yayılması ve
3. Kurutma ile çözeltinin buharlaştırma ile jelleştirme ile kaplama işlemi tamamlanır.

Jelin Kurutulması ve Kalsinasyonu ile Nanoboyutlu Toz Üretimi:

Son olarak kalıba dökülen sol/jel 15 dakika sonunda tamamen jelleşir. Jelin kurutulması (yan ürün olan su veya alkolün uzaklaştırılması) ve kalsinasyonu ile nanoboyutlu SiO₂ tozu elde edilmiş olur. Kalsinasyon işlemi sonunda fırından alınan toz havanda öğütülerek nihai toz ürün elde edilmiş olur.

• **SONUÇLARIN ALINMASI**

Kurutma ve kalsinasyon öncesinde jel ürün tartılır. Kurutma ve kalsinasyon sonunda tekrar tartılır. Böylece numunede oluşan ağırlık kaybı, % Ağırlık Kaybı olarak hesaplanır.

Deney sonunda soldan başlayarak jel üretimi sağlanmalıdır. Daha sonra elde edilen jelin kurutulması ve kalsinasyonu ile oksit esaslı nanotoz elde edilmelidir. Hazırlanan solün daldırma kaplama ve döndürme kaplama teknikleri kullanılarak altlıklar üzerinde SiO₂ film oluşturulmalıdır. Kaplama sırasında her iki yöntem için etken



parametreler (çözelti viskozitesi, kaplama hızı vb.) değiştirilerek bu parametralerin kaplama kalitesine etkisi gözlenmelidir. Deney sonunda öğrenciler aşağıda sıralanan pratik ve teorik çıktıları öğrenmiş olacaklardır:

1. Kolloidal sistemler
2. Sol Jel tekniğinin temel prensipleri
3. Sol Jel kaplamalar
4. Kaplama tabakalarının karakterizasyonu
5. Sol Jel tekniği ile nano toz sentezi
6. Deney sonuç raporunun hazırlanması (teorik bilgi, deneysel çalışma, sonuçlar, referanslar)

KAYNAKLAR

1. <http://www.aerogel.org>
2. <http://www.psrc.usm.edu/mauritz/solgel.html>
3. Yrd.Doc. Dr. Atilla EVCİN, Sol Jel Prosesleri Ders Notları, www2.aku.edu.tr/~evcin/
4. James S. REED, Principles of Ceramics Processing, 2nd edition. 1995. Wiley Publishing, ISBN 978-0-471-59721-6
5. Pierre Alain C., 1998, Introduction to Sol Gel Processing. Springer Publishing, ISBN-978-0-7923-8121-1
6. John. D. Wright, Nico A. J. M. Sommerdijk, Sol Gel Materials Chemistry and Applications. Taylor and Francis Group, ISBN 978-90-5699-3269



9. BİYOSERAMİK DOKU İSKELESİ ÜRETİMİ

DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı, seramik malzemeleri ve sert doku uygulamalarında kullanılmak üzere, 3-boyutlu seramik esaslı doku iskelelerinin üretimini öğrenmektir.

TEORİK BİLGİLER

İnsan vücudundaki dokuların kendilerini belirli bir yapım ve yıkım döngüsü sayesinde yenileyebilme kabiliyetleri bulunmaktadır. Fakat yaş faktörü, travma, hastalık gibi sebeplerden dolayı bu döngü bozulabilir. İskelet sistemimizdeki “remodelling” olarak adlandırılan bu yeniden yapılandırma sistemi bozulduğunda kemik doku kendini tamir edemez ve böylece eski fonksiyonlarını kaybeder.

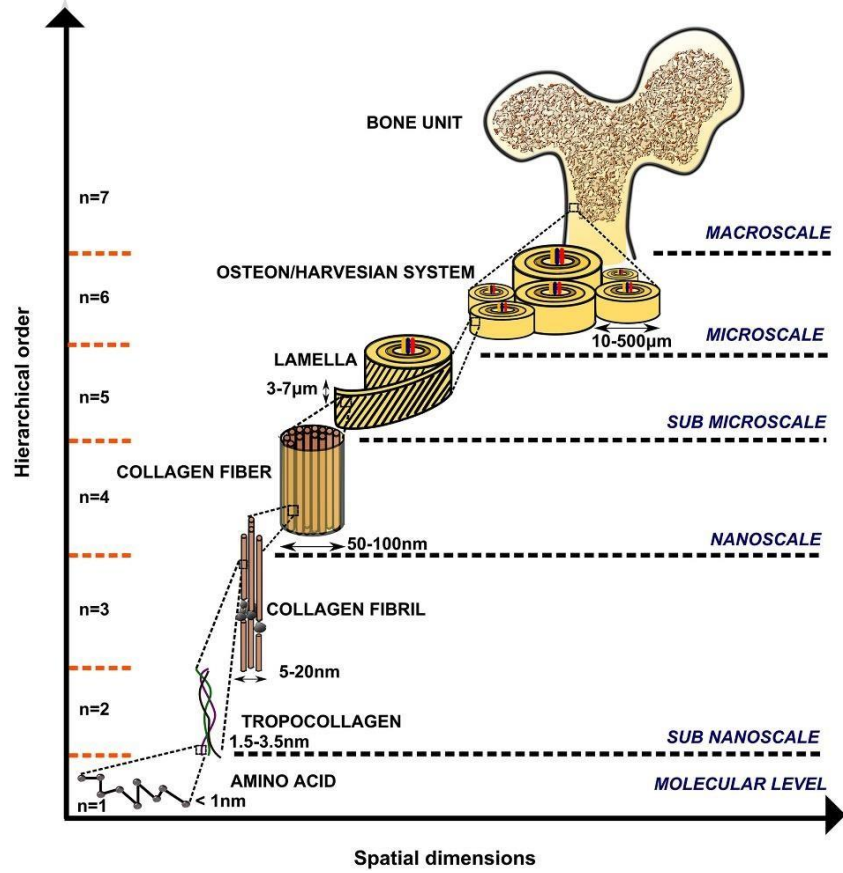
Yaşam kalitesini düşüren bu gibi durumlarda kemik rejenerasyonunu desteklemek ve kemiğin eski özelliklerini yeniden kazandırmak adına uygulanan çeşitli yöntemler bulunmaktadır. Bunlardan biri de “doku iskeleri” nin kullanımınıdır. Bu uygulamanın amacı, kemik kaybını gidererek kayıp kemik dokusunun yeniden oluşmasını sağlamaktır. Bu uygulamalarda doku ile uyumlu sentetik ya da doğal kaynaklı malzemeler kullanılmaktadır.

KEMİĞİN YAPISI

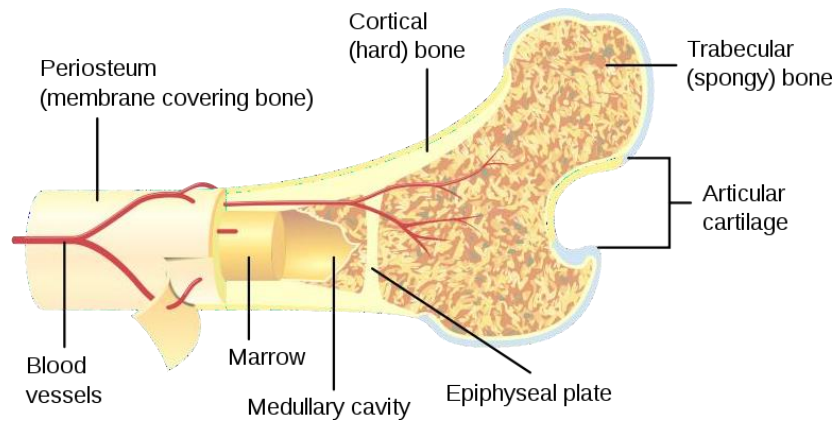
Kemik, makro düzeyden nano düzeye kadar iyi bir şekilde organize olmuş doğal bir kompozit yapıdır (Şekil 1). Kemiğin organik kısmının temel bileşeni kollajen (polimer) ve inorganik kısmının temel bileşeni ise hidroksiapatit (seramik) mineralidir. En önemli iki kemik tipi kortikal ve süngerimsi kemiktir. Kortikal kemik (Şekil 2), yüksek mekanik mukavemete sahip yoğun bir yapıdır ve kompakt kemik olarak da bilinir. Süngerimsi veya trabeküler kemik (Şekil 2), femur gibi uzun kemiklerin uçlarında veya kısa kemiklerde kortikal kemiğin sınırları içinde bulunan gözenekli bir yapıdadır [1].

Kortikal kemik, tüm vücudu destekleyen sert, katı ve yoğun korteks tabakasını oluşturur. Periosteum adı verilen bir dış katmana ve endosteum adı verilen bir iç katmana sahiptir. Osteon/Havers sistemi kortikal kemiğin fonksiyonel birimidir. Kan damarlarını çevreleyen merkezdeki havers kanallarından oluşur ve haversian kanalı, eşmerkezli lamel tabakaları ile çevrilidir. Kemik matrisi (lamel denilen ince tabakalar, 3-7 µm genişlik) osteoblast adı verilen kemik yapıcı hücreler tarafından oluşturulur. Osteoblastlar, kemik iliğinin mezenkimal kök hücrelerinin (MSC) farklılaşmasıyla oluşur. Yeniden modelleme işlemi, kemik matrisinin emilmesinden sorumlu olan osteoklastlar tarafından başlatılır [2].

Osteoporoz, kemik yıkımının kemik yapımından daha hızlı meydana gelmesi sonucu ortaya çıkan bir hastalıktır. Bu hastalık trabeküllerin incelmeye neden olarak toplam kemik yoğunluğunda ve mukavemetinde bir azalmaya yol açar. Hastalık sonunda özellikle kalça, bilek, diz ve omurgada kemik kırılması meydana gelir [1].



Şekil 1 Çeşitli uzunluk ölçeklerinde kemiğin hiyerarşik düzenlenmesi [2]



Şekil 2 Kemiğin kesiti [3]



KEMİK ONARICI BİYOMALZEMELER

Kemik, minerallerin homeostazisinde (dengelenmesinde) önemli bir rol oynar. Bu minerallerin en önemlileri fosfat ve kalsiyum iyonları kemikte depolanır ve gerektiğinde kana salınabilir. Kemiklerin bir diğer önemli işlevi, hareket, yük taşıma kapasitesi ve vücudun iç organlarının korunmasıdır. Kemik dokusu dinamik ve yüksek oranda vaskülarize olmuş bir dokudur. Çoğu kırık herhangi bir cerrahi müdahale gerektirmez. Ancak büyük kemik defektleri ve kaynamayan kırıklarda cerrahi müdahale gerekir. Kemiğin yüksek rejeneratif özelliği bireyin ömrü boyunca devam eden bir süreçtir. Hasarlı dokuların tedavisi, bir otogreft veya bir allogreft kullanılarak gerçekleştirilebilir. Altın standart olarak kabul edilen otogreftler kişinin kendisinden alınarak hasarlı dokuya implante edilen yapılardır. Kişinin kendisinden alınan kemik grefti vücuda daha hızlı entegre olarak kontaminasyon riskini azaltır. Öte yandan; kan kaybı, daha uzun cerrahi zaman, enfeksiyon ve sınırlı miktarda greft materyali sağlanması nedeni ile otogreftlerin çeşitli dezavantajları bulunmaktadır. Allojenik kemik greftleri bir başka insandan alınarak implante edilen greft yapılarıdır. Bu yapılar osteoindüktivite ve osseointegrasyon sağlamalıdır. Osteokondüktivite, kemiğin büyüyebileceği anlamına gelir. Osteoindüktif özelliğe sahip greftlerde, greft yüzeyine veya gözeneklere, kanallara veya borulara doğru süngerimsi kemik oluşumu gerçekleşir. Osseointegrasyon ise kemik ve implant arasındaki bağlanma ile ilgilidir. Bir greftin uygun şekilde yerleştirilmesi, greftin tipi ve yerleştirme bölgesi gibi birçok faktörden etkilenir.

Biyolojik greftlerin yerine geliştirilen çeşitli sentetik greftler de bulunmaktadır. Geçmişte biyo inert malzemelerin geliştirilmesi üzerine durulurken günümüzde biyolojik moleküller ile bağlanabilen biyoaktif malzemelerin geliştirilmesi üzerine durulmaktadır. Otolog ve allojenik greft yerine kullanılacak malzemeler; biyoaktif seramikler, biyoaktif camlar, biyolojik veya sentetik polimerler ve kompozitler olarak sıralanabilir. Bu malzemelerde enfeksiyon veya çevresel streslere yetersiz uyum gibi nakil ile ilgili problemlerden kaçınmak daha kolaydır. İdeal malzemenin biyolojik doku ile tamamen yer değiştirmesi beklenmektedir.

Doku iskelesi terimi, hücrelerin dokuları ve organları yenilemesi için uygun bir ortam sağlayan üç boyutlu (3B) biyomalzemeler için kullanılır. Doku iskelelerinin üretim amacı doku iyileşmesini doğal olarak simüle etmek için hücrelere rejeneratif sinyaller gönderilmesini sağlamaktır. Doku iskelelerinde en önemli husus iskelelerin 3B yapılarıdır. Birbiri ile bağlantılı porlar ve yüksek porozite; 3B doku yenilenmesine, hücre büyümesine, hücre çoğalmasına ve farklılaşmasına ve atıklar ile parçalanma ürünlerinin difüze olmasına izin verir. Gözenek boyutu hücrelerin yer değiştirmesine izin verecek kadar büyük, ancak hücrelerin iskeleye bağlanmasına izin verecek kadar küçük olmalıdır. İskelenin parçalanması doku yenilenmesi kadar uzun sürmelidir. Bu nedenle, kemik dokusu için ideal bir iskelenin osteokondüktif, biyobozunur ve uygun mekanik özelliklere sahip olması gerekir.



Kullanılan Malzeme Türleri

Tarihsel açıdan, birinci nesil biyomalzemelerden beklenen temel özellik biyouyumluluk iken, ikinci nesil biyomalzemelerden beklenen özellik biyo-etkileşimdir. Üçüncü nesil biyomalzemeler ise biyo-tepkiseldir, örneğin genleri, hücrelerin çoğalması ve farklılaşmasını aktive edebilirler. Günümüzde kemik dokusu iskelesi üretimi için kullanılan malzemeler inorganik malzemeler ile doğal veya sentetik polimerlerdir.

Polisakaritler (nişasta, aljinat, kitin/kitosan, hiyaluronik asit türevleri gibi) veya proteinler (soya, kollajen, fibrin jelleri, ipek gibi doğal malzemeler, hücre yapışmasına ve fonksiyonuna yardımcı olur. Ancak, patojenik safsızlıklar nedeni ile immunojenite ortaya çıkabilir ve mekanik özellikler ile biyoboznurluğun kontrol edilmesi daha zor olabilir.

Poli (laktik asit) (PLA) ve poli (glikolik asit) (PGA) gibi sentetik polimerler ve bunların kopolimerleri, hücre transplantasyonunda ve doku mühendisliği için iskelelerde üstün mekanik özellikleri ve bozunma hızlarının kontrol edilebilmesi nedeni ile daha yaygın olarak kullanılmaktadır.

Metaller implant üretiminde kullanılan en eski malzeme türü olarak düşünülebilir. Kullanılan ilk metaller alüminyum, kurşun, altın ve gümüştür. Günümüzde titanyum ve alaşımları yüksek biyouyumlulukları, düşük toksisite ve yüksek korozyon direnci nedeniyle diş ve ortopedik implantlar için en sık kullanılan metalik biyomalzemelerdir.

İnorganik malzemeler, örneğin metaller, biyoaktif camlar, trikalsiyum fosfat (TCP), hidroksiapatit (HAP) ve bunların kombinasyonları kemik mineral fazına benzerlikleri nedeni ile, kemik doku mühendisliğinde kullanılan diğer malzeme gruplarıdır. Bu materyallerinden geliştirilmiş HA-TCP gibi bifazik seramikler, wollastonit gibi diğer malzeme yapıları da bulunmaktadır. Biyoseramikler, sadece kemik doku mühendisliğinde değil, ortopedi ve diş hekimliğinde de kullanılan biyomalzemelerdir. Kemik doku mühendisliğinde en yaygın olarak kullanılan biyoseramikler HA, TCP ve bunların kompozitleridir [4].

DOKU İSKELESİ ÜRETİM TEKNİKLERİ

Geleneksel Üretim Yöntemleri

Gözenekli doku iskelesinin imal edilmesi için geleneksel yöntemler arasında esas olarak; çözücü döküm/partikül ayırma yöntemi, mikroküre yöntemi, gaz köpükleştirme yöntemi, sünger yöntemi, eriyik kalıplama yöntemi, faz ayrımı yöntemi, fiber bağlama yöntemi ve elektroçirme (Electrospining) gibi yöntemler yer almaktadır.

Çözücü döküm/Partikül uzaklaştırma

Çözücü döküm/partikül uzaklaştırma yöntemi doku iskelesi üretiminde en çok kullanılan yöntemdir. Bu yöntemde; doku iskelesi üretimi amacıyla, hazırlanan polimer çözeltisine suda

çözünebilen partiküller eklendikten sonra, çözelti istenilen şekilde kalıba dökülmektedir. Çözücünün uzaklaştırılmasının (buharlaştırılması ya da liyofilizasyonu) ardından elde edilen yapı su ile muamele edilerek porojen görevi gören partiküller uzaklaştırılıp gözenekli yapı elde edilmektedir. Porojen partikül olarak tuz ve şekerin yanı sıra lipidler de kullanılmaktadır. Bu yöntem kullanıldığında doku iskelesinin gözenek boyutu ve gözenekliliği, eklenen partikül boyutunun ve partikül/polimer oranının ayarlanmasıyla kontrol edilebilmektedir. Ancak gözeneklerin şekli partikülün şekliyle sınırlıdır. Yöntemin en önemli avantajı az miktarda polimer kullanılmasıdır. Uygulanması kolay olmakla birlikte, kalın yapılarda partiküllerin su ile uzaklaştırılması zor olduğundan ince membranlar ve çok ince 3-boyutlu gözenekli yapıların eldesi mümkün olabilmektedir. Bazıları toksik olabilen çözücülerin yüksek miktarda kullanılması ve yapılarda bu çözücülerin kalıntılarının olabilmesi hücre yapışması ve üremesini önleyebilmektedir [5].



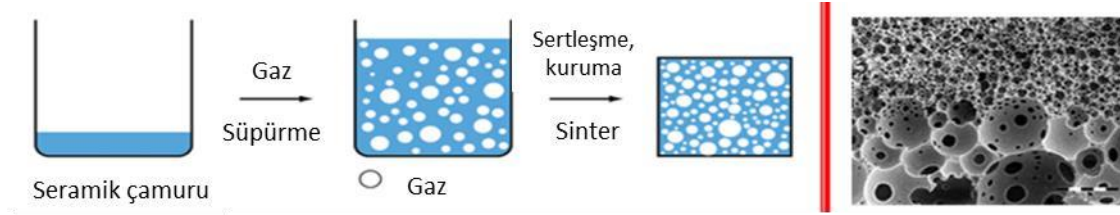
Şekil 3 Çözücü döküm/partikül uzaklaştırma yönteminin şematik gösterimi [6]

Gaz Köpükleştirme Yöntemi

Gözenekli seramik formları gaz köpükleştirme tekniği kullanılarak da üretilebilir. Burada seramik çamuru;

- Çamur içerisinde hava kabarcıkları geçirilmesi,
- Yüksek hızlı döner bıçakların kullanımı,
- Havanın çamur içine süpürülmesi gibi

çeşitli yöntemlerle köpükleştirilebilir. Çamurun kararlı bir yapıda tutulabilmesi için agar veya polimerik malzemeler gibi stabilize edici ajanlar kullanılır. Gözenekli yapı çamurun dökülmesi ve daha sonra kurumaya izin verilerek yakılması ile de edilmektedir. Sinterlemede, stabilize edici organik ajanlar, gözenekli seramik bir yapı bırakarak yapıdan uzaklaşırlar. Bu yöntemle birbiri ile bağlantılı gözeneklere sahip seramiklerin üretimi mümkündür [7].



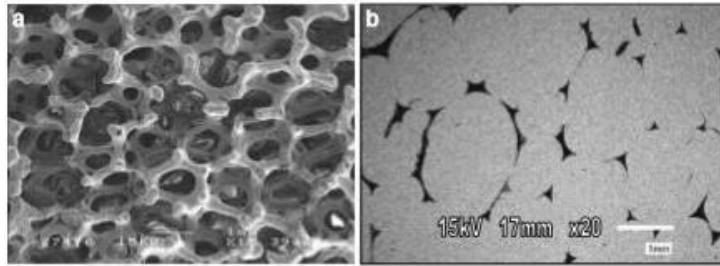
Şekil 4 Gaz köpükleştirme yönteminin şematik gösterimi [8]

Replika Yöntemi

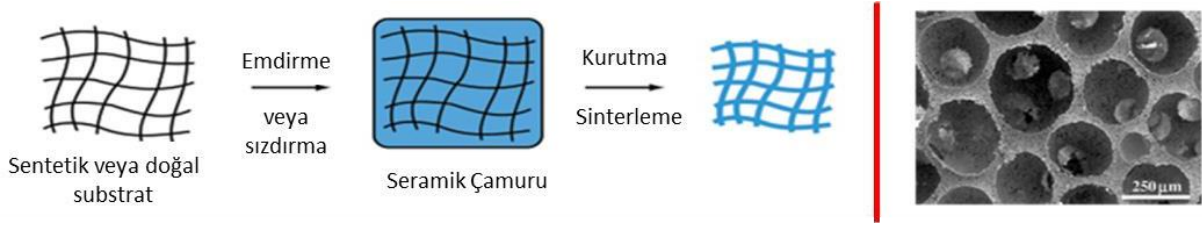
Gözenekli seramik malzemeler üretmek için polimerik köpük substratlar da kullanılabilir. Seramik çamuru ya köpüğe emdirilir ya da köpük seramik çamuru ile kaplanır ve yakma işleminden önce kurumasına izin verilir. Yakma işlemi sırasında polimer substart yanar ve seramik birbirine bağlı gözenekler içeren kristalin bir yapıya sahip olacak şekilde sinterlenir.

Seramik yoğunluğu ve gözenek boyutu, şekli ve dağılımı, kullanılan metoda bağlıdır. % 70'e kadar gözenekliliğe sahip açık gözenekli yapılar köpüğün pozitif bir görüntüsü alınarak üretilebilir. Bu yöntemde çamur, köpük şeritler üzerine kaplanır ve yanma sırasında köpük açık gözenekli yapılar meydana getirerek yanar. Gözenekli köpüğün pozitif görüntüsü Şekil 5(a)'da yer almaktadır.

Alternatif olarak köpük tüm boşlukların doldurulacağı şekilde tamamen seramik çamuru ile de emdirilebilir. Yanma sırasında Şekil 5(b)'de gösterildiği üzere köpüğün negatif bir görüntüsü elde edilir. Bu malzeme yaklaşık %5-10 gözenekliliğe sahip olacaktır.



Şekil 5 (a) Açık gözenekli HA yapısı (b) Birbirine bağlanmış gözenekliliğe sahip yoğun HA seramik yapısı [7]

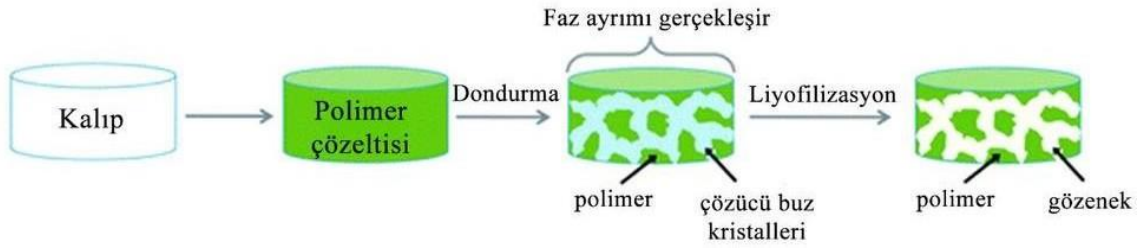


Şekil 6 Replika Yönteminin Şematik Gösterimi [8]

Faz Ayrımı Yöntemi

Bu yöntemde polimer-su emülsiyonları gibi çok bileşenli sistemler kullanılmaktadır. Bu sistemler belirli sıcaklıklarda termodinamik olarak kararsız hale gelebilmekte ve serbest enerjinin düşmesi ile faz ayrımı gerçekleşmektedir. Öncelikle polimerce zengin ve polimerce fakir iki faz oluşur. Ardından çözücünün uzaklaştırılmasıyla (liyofilizasyon ya da çözücü ekstraksiyonu ile) polimerce zengin faz katılaştır ve gözenekli yapı elde edilir. Faz ayrımı iki şekilde gerçekleştirilebilir: termal yolla faz ayrımı (TIPS) ve çözücü ile faz ayrımı (SIPS).

Daha sık kullanılan SIPS yönteminde polimer çözeltisi bir kaba konur ve polimerin çözünmediği ancak polimer çözücüsüyle çözelti oluşturabilen ikinci bir çözücünün bulunduğu banyoya yerleştirilir. Çözücülerin temas etmesiyle faz ayrımı gerçekleşir. Faz ayrımı koşullarının ayarlanmasıyla doku iskelesinin yapısı kontrol edilebilmektedir. Faz ayrımı yöntemi katı-sıvı faz ayrımı ve sıvı-sıvı faz ayrımı şeklinde olabilmektedir. Katı-sıvı faz ayrımı yönteminde polimer çözeltisinin sıcaklığının düşürülmesiyle çözücü kristallenir ve çözücü kristallerinin ayrılmasıyla (süblimleşme ya da çözücü değişimi) çözücü kristallerinin ayrıldığı bölgelerde gözenekler oluşur. Sıvı-sıvı faz ayrımı yönteminde ise polimer çözeltisinin kritik çözelti sıcaklığının üzerindeki sıcaklığa getirilmesiyle polimerce zengin ve polimerce fakir fazlar ayrılır. Çözücünün ayrılmasıyla açık gözenekli yapılar oluşur. Faz ayrımı yöntemi içsel bağlantılı nano yapıların hazırlanmasında da kullanılmaktadır. Faz ayırma işlemi basit bir yöntemdir ancak çözücü kombinasyonlarındaki sınırlılık, yıkama için ek adım gerektirmesi ve hazırlanan yapıda çözücü kalıntılarının bulunması gibi dezavantajları bulunmaktadır [5]. Çözücü döküm/partikül ayırma yöntemi ile karşılaştırıldığında, dondurarak kurutma yöntemi ile daha düşük gözenek çapına ve yüksek gözenek alanına sahip yapılar elde etmek mümkündür. Bu yöntem kullanılarak hazırlanan yapılarda kapalı gözeneklerin oluşması yöntemin en önemli dezavantajıdır.



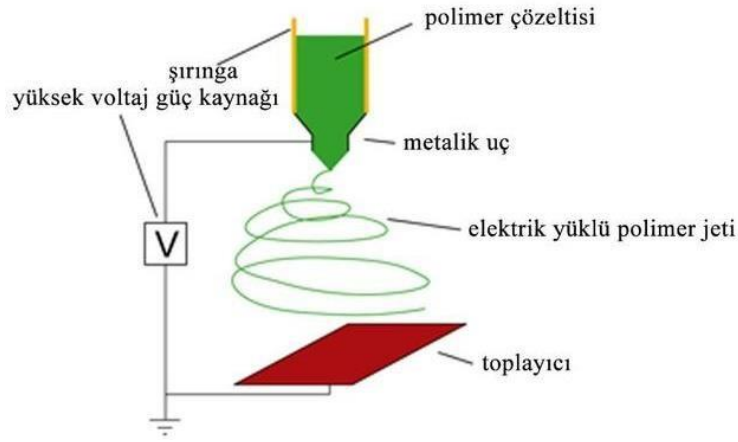
Şekil 7 Faz ayrımı ve liyofilizasyon yönteminin şematik gösterimi [6]

Fiber Bağlama Yöntemi

Fiber bağlama yöntemi, en eski doku iskelesi üretim yöntemleri arasında yer alan ve biyobozunur yapıdaki poliglikolik asit (PGA) ameliyat ipliklerinin doku iskelesi olarak kullanılabilmesi amacıyla geliştirilmiş olan bir yöntemdir. Kısaca, PGA'dan hazırlanmış olan ağ dokusu üzerine PGA'yı çözmeyen bir çözücünde çözünmüş olan poli-L-laktik asit (PLLA) çözeltisi eklenir. Çözücünün uzaklaştırılmasının ardından PLLA-PGA kompozit yapısı PGA'nın erime sıcaklığının üzerine kadar ısıtılır. Böylelikle birbirine temas etmekte olan PGA iplikçikleri eriyerek fiziksel olarak birleşir. Yapıda bulunan PLLA yine çözücü kullanılarak uzaklaştırılır. Kurutma işleminin ardından, PGA'dan oluşan, yapısal bütünlüğü sağlanmış ağısı formda bir doku iskelesi elde edilir [5].

1.1.1.2 Elektroeğirme Yöntemi

Elektroeğirme yöntemi elektrostatik kuvvetler kullanılarak polimerlerin fiber yapıda elde edilmesi esasına dayanmaktadır. Bu yöntemde kapiler bir besleme ünitesinde bulunan polimer çözeltisine yüksek voltaj uygulanır. Oluşan elektrostatik kuvvetler polimer çözeltisinin yüzey gerilimini yendiğinde fiber jet formunda oluşan akış, toplayıcı görevi gören iletken bir plaka ya da silindir üzerinde kararsız bir yapıda fiber formunda toplanır. Elektroeğirme yöntemi birçok polimere uygulanabilmesi nedeniyle doku mühendisliği uygulamalarında önemli bir yer tutmaktadır. Elektroeğirme yöntemi kullanılarak farklı proses koşulları altında nanometre boyutlarından mikron boyutlarına kadar örülmemiş ağ yapıda ya da doğrusal yapıda fiberlerin elde edilmesi mümkündür. Elde edilecek ürünün özelliklerini polimerin ve çözücünün özellikleri, çözeltinin akış hızı, uygulanan voltaj, iğnenin toplayıcıya olan uzaklığı ve polimer derişimi gibi birçok parametre etkiler. Bu yöntemle elde edilen yapılarda, doku iskelesinin gözenek boyutu ve gözenekliliğini etkilediği için fiber boyutu en önemli faktördür. Bununla birlikte, elektroeğirme yöntemiyle sadece ince membranlar hazırlanabildiğinden üç boyutlu yapıların elde edilmesi için uygun bir yöntem değildir [5].



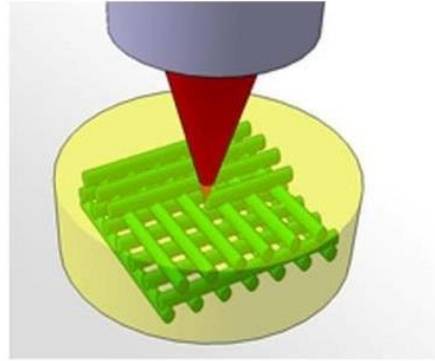
Şekil 8 Elektroğirme yönteminin şematik gösterimi [6]

Eriyik Kalıplama Yöntemi

Çözücü döküm/partikül uzaklaştırma yöntemindeki kısıtlamaların önüne geçmek üzere geliştirilen bir yöntemdir. Bu yöntemde, polimer camsı geçiş sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklara ısıtılır, içerisine porojen görevi görecek partiküller karıştırılarak sabit basınç altında sıkıştırılır. Kalıptan çıkarılan yapıdaki partiküllerin uzaklaştırılması için su ile yıkama yapılır. Böylece gözenekli yapı oluşur. Bu yöntemde organik çözücüler kullanılmamaktadır ve kalıbın değiştirilmesiyle istenilen şekilde doku iskeleleri üretilebilmektedir. Ancak eriyik kalıplama yöntemi yalnızca termoplastik polimerlere uygulanabilmektedir [5].

Hızlı Prototipleme Yöntemleri

Hızlı prototip yöntemler, gelişmiş bilgisayar teknolojisine dayanan doku iskelesi üretim yöntemleridir. 3D baskılama, stereolitografi (SLA), eriyik biriktirme yöntemi (fused deposition method- FDM) ve seçici lazer sinterleme (SLS) yöntemleri hızlı prototip yöntemlerdir. Bu yöntemlerde karmaşık şekilli yapıların tasarımı bilgisayar destekli tasarım (CAD), bilgisayarlı tomografi (CT) ve manyetik rezonans görüntüleme (MRI) gibi yazılımlar kullanılarak yapılır. Hazırlanan dijital bilgi, cihaz için katman serileri olarak özel kesit formatına çevrilir. Özgün cihazlar kullanılarak işlenen polimer katmanları arasına bağlayıcı yayılmasıyla doku iskelesi üretimi gerçekleştirilir [5]. Bu yöntemler kontrollü gözenek yapısı ve şekline sahip iskele üretimi için başarıyla uygulanmaktadır [1].



Şekil 9 Eriyik biriktirme yöntemi (fused deposition method- FDM) ile doku iskelesi üretiminin şematik gösterimi [6]

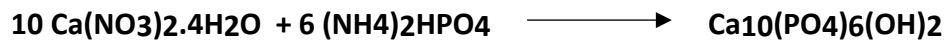
DENEYDE KULLANILAN MALZEMELER VE CİHAZLAR

- Cam ve Diğer Malzemeler: Beher, Baget, Spatül, Mezür, Numune Tartım Kabı, Büret, Ayırma Hunisi, Filtre kağıdı
- Cihazlar: Manyetik Karıştırıcı, pH Metre, Hassas Terazî, Etüv, Sinter Fırını
- Kimyasallar: Ca(NO₃)₂.4H₂O, (NH₄)₂HPO₄, HCl, NH₄OH, Porojen (Nişasta), Bağlayıcı (Trietil fosfat), Distile su

DENEYİN YAPILIŞI

HİDROKSİAPATİT SERAMİKLERİNİN ÜRETİMİ

Kemik doku iskelesinin üretimi için öncelikle “kimyasal çöktürme yöntemi” ile hidroksiapatit sentezi gerçekleştirilecektir.



- 1M kalsiyum nitrat tetrahidrat [Ca(NO₃)₂.4H₂O] ve 1.2M diamonyum hidrojen fosfat [(NH₄)₂HPO₄] sırası ile 1L ve 0,5L distile suda ayrı ayrı çözündürülür.
- 4 mL/dk ekleme hızı ile Ca-içeren çözelti, P-içeren çözeltiye eklenir.
- Çözeltinin pH değeri amonyak [NH₄OH] ile 9'a ayarlanır.
- Çözelti 1 s süresince karıştırılır ve daha sonra 24 sa 37°C'de yaşlandırılır.
- Yaşlandırılan seramik çamuru mavi bant filtre kağıdı ile süzülür ve distile su ile yıkanır.
- 80°C'de kurutulan çamur 1 s süresince 900°C'de sinterlenir ve havanda öğütülür.



ÇAMUR HAZIRLAMA

- Öğütülen hidroksiapatit seramiklerinin 11 g'ı 25 mL distile su ile karıştırılarak bir süspansiyon hazırlanır.
- Aynı yerde 6 mL trietil fosfat ve 0,4 g nişasta çözünme gerçekleşene kadar uygun miktarda distile su ile karıştırılır. Çözünme gerçekleşmezse çözelti ısıtılır.
- Homojen karışım elde edildikten sonra metil selüloz+trietil fosfat kontrollü olarak karışmakta olan hidroksiapatit çamuruna eklenir.
- Elde edilen çamur 24 sa dk karıştırılarak stabilizasyonu sağlanır.

REPLİKA YÖNTEMİ İLE DOKU İSKELERİNİN HAZIRLANMASI

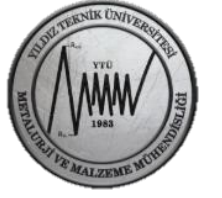
- Emdirme işlemi için kullanılacak süngerler 1*1*1 cm olarak kesilir.
- Süngerler çamurun içerisine daldırılır ve süngerlerin çamuru emmesi beklenir. Ardından fazla çamur hava püskürtme işlemi ile uzaklaştırılır.
- Seramik emdirilen süngerler önce kurutma işlemine (60-80°C) ve ardından sinterleme işlemine tabi tutulur. Sinterleme için örnekler 1 s'te 300 °C'ye ısıtılarak 1 s süresince bu sıcaklıkta tutulur, daha sonra sıcaklık dk'da 5°C arttırılarak 1200 °C'ye ısıtılır ve bu sıcaklıkta 5 sa tutulur.

İSTENENLER VE ÖDEVLER

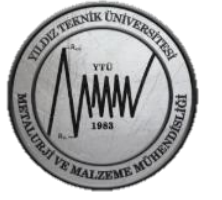
Seramik doku iskelesi üretim deneyinin tüm basamaklarındaki gözlemlerinizi ve deneysel sonuçlarınızı içeren rapor hazırlayınız. Raporun literatür kısmında greft çeşitleri ve doku iskelesi üretim yöntemleri hakkında bilgi veriniz.

KAYNAKLAR

- [1] J.R. Jones, L.L. Hench, Regeneration of trabecular bone using porous ceramics, Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. 7 (2003) 301–307. doi:10.1016/J.COSSMS.2003.09.012.
- [2] S. Sankar, C.S. Sharma, S.N. Rath, S. Ramakrishna, Electrospun nanofibres to mimic natural hierarchical structure of tissues: application in musculoskeletal regeneration, J. Tissue Eng. Regen. Med. 12 (2018) e604–e619. doi:10.1002/term.2335.
- [3] No Title, (n.d.). <https://en.wikipedia.org/wiki/Bone>.
- [4] P. Chocholata, V. Kulda, V. Babuska, Fabrication of scaffolds for bone-tissue regeneration, Materials (Basel). 12 (2019) 568.
- [5] A.Y. ARİKAN, A.T.D. KARAKEÇİLİ, Doku iskelelerinin süperkritik karbondioksit ortamında hazırlanması ve karakterizasyonu, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, n.d.



- [6] A.S. Çakmak, Biyofiziksel ve Biyokimyasal Uyaranlarla Desteklenmiş Doku İskeleleri ile Mezenkimal Kök Hücrelerin Osteojenik Farklılaşmasının İncelenmesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2014.
- [7] R. Narayan, Biomedical materials, Springer Science & Business Media, 2009.
- [8] I.J. Kim, J.G. Park, Y.H. Han, S.Y. Kim, J.F. Shackelford, I.J. Kim, J.G. Park, Y.H. Han, S.Y. Kim, J.F. Shackelford, Wet Foam Stability from Colloidal Suspension to Porous Ceramics: A Review, J. Korean Ceram. Soc. 56 (2019) 211–232.



NOTLAR

