



T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

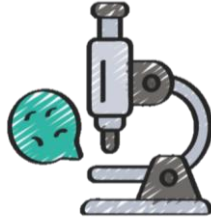
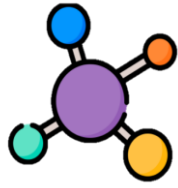
KİMYA-METALÜRJİ FAKÜLTESİ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

2022-2023 GÜZ

MEM3961 LABORATUVAR-I

DENEY FÖYÜ





İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER.....	i
LABORATUVAR GÜVENLİĞİ TALİMATI	ii
1. MEKANİK TESTLER	1
2. DÖKÜM DENEYİ	11
3. METALOGRAFİ DENEYİ.....	18
4. KOROZYON DENEYİ.....	25
5. TOZ METALURJİSİ DENEYİ.....	30
6. HİDROMETALURJİ DENEYİ	36
7. ISIL İŞLEM DENEYİ	42
8. SERAMİK DENEYİ.....	48
9. MALZEMELERİN OPTİK ÖZELLİKLERİ.....	51
10. PİROMETALURJİ DENEYİ	55
11. POLİMER DENEYİ.....	65
NOTLAR	69



LABORATUVAR GÜVENLİĞİ TALİMATI

1. Çanta, palto, mont vb. malzemeler mümkünse laboratuvara getirilmemelidir. Bu grup malzemelerin laboratuvara getirilmesi halinde, malzemeler laboratuvar sorumluları tarafından belirlenen yerlerde muhafaza edilmelidir.
2. Laboratuvara yiyecek içecek getirilmemeli ve laboratuvarında tüketilmemelidir.
3. Çalışma esnasında saçlar uzun ise mutlaka toplanmalı, sallantılı küpe, 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.
4. Ecza dolabında neler bulunduğu, yangın söndürme cihazının nasıl çalıştığı bilinmelidir. Bu konuda görevliden bilgi edinilmelidir.
5. Laboratuvarında çalışıldığı sürece gözü ve cildi korumak amacıyla kişisel koruyucu ekipmanlar (eldivenler, maskeler, göz/yüz koruyucular, işitme koruyucu, çalışma giysisi, önlük) kullanılmalıdır. Laboratuvarında çalışırken eller yüze sürülmemelidir.
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, çalışılmadığı zamanlarda kapalı tutulmalıdırlar.
9. Paslanmamaları için metalik yapıları laboratuvar araçları nemli bırakılmamalıdır.
10. Atılacak katı maddeler laboratuvar içerisinde belirlenen çöp kutularına atılmalıdırlar.
11. Laboratuvarında meydana gelen her türlü olay, laboratuvarı yönetenlere anında haber verilmelidir.
12. Laboratuvarı yönetenlerin izni olmadan hiçbir madde ve malzeme laboratuvardan dışarı çıkarılmamalıdır.
13. Mikroskop objektif ve oküler kısmı her kullanımdan önce ve sonra bir bez yardımıyla dikkatlice, merceğe zarar vermeden temizlenmelidir.
14. Tüm asitler ve alkaliler sulandırılırken daima suyun üzerine ve yavaş yavaş dökülmeli, asla tersi yapılmamalıdır.
15. Asit, baz gibi aşındırıcı - yakıcı maddeler deriye damladığı veya sıçradığı hallerde derhal bol miktarda su ile yıkanmalıdır. Olaydan mutlaka laboratuvar sorumlusu bilgilendirilmelidir.
16. Elektrikle uğraşırken eller ve elektrik düğme ve prizleri kuru olmalıdır. Elektrik fişleri kordondan çekilerek çıkarılmamalıdır.
17. Kullanıldıktan sonra her bir eşya, alet ve cihaz yöntemine uygun biçimde temizlenmelidir. Laboratuvardan çıkınca eller mutlaka yıkanmalıdır.
18. Deney süresince laboratuvar düzenine uyulmalı, deney bitiminde laboratuvar temizliği ve tertibi sağlanana kadar birlikte çalışılmalıdır. Geride kesinlikle çöp ve eşya bırakılmamalıdır.

1. MEKANİK TESTLER

Belirli bir uygulama alanı için malzeme seçimi o malzemenin mekanik özelliklerine bağlı olduğundan, bu özelliklerin ölçülmesinde kullanılan standart deneyleri tanımak ve bu deneylerden elde edilen sonuçları değişik parametrelere bağlı olarak değerlendirmek büyük önem taşır. Bir malzemenin statik yüklerle dayanma kapasitesi çekme ve basma deneyleri ile belirlenir. Kalıcı şekil değiştirmelere karşı direnç hakkında bilgi statik deneyler ile sağlanabilir. Bir malzemenin çizmeye ve aşınmaya karşı direnci ise sertlik nedeniyle ile belirlenebilir. Çentik Darbe deneyi malzemenin darbe şeklindeki zorlanmalara dayanımını belirlemek için kullanılır. Bu deneyler değişik sıcaklıklarda yapılarak bir malzemenin sünek-gevrek geçiş sıcaklıkları belirlenebilir.

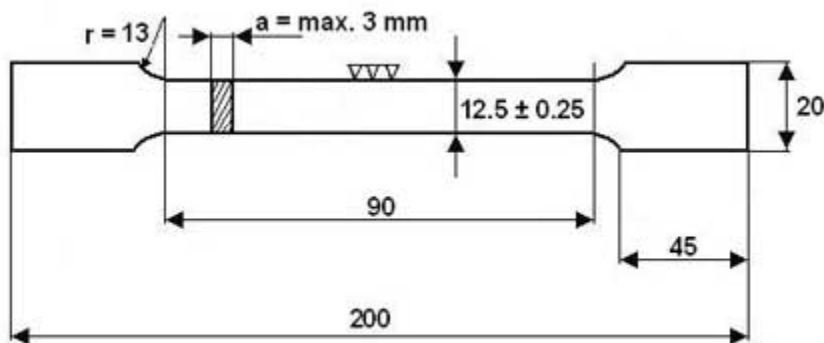
1.1 ÇEKME DENEYİ

1.1.1 DENEYİN AMACI:

Çekme deneyi, malzemelerin mukavemeti hakkında esas tasarım bilgilerini belirlemek ve malzemeleri özelliklerine göre sınıflandırmak amacıyla yapılır. Çekme deneyi, standartlara göre hazırlanmış deney numunesinin tek ekseninde, belirli bir çekme hızında ve sabit sıcaklıkta koparıncaya kadar çekilmesidir. Deney sırasında, standartlara göre hazırlanan çekme numunesine uygulanan kuvvet ya da gerilme ile meydana gelen uzama değerleri kaydedilir.

1.1.2 ÇEKME DENEYİ NUMUNELERİ

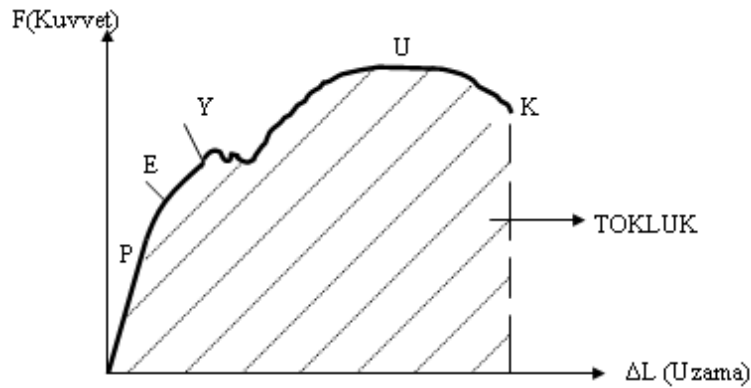
Çekme deneyine tabi tutulacak numuneler, temsil ettiği malzemenin tüm özelliklerini taşımalıdır. Bu nedenle, numunenin alındığı bölgenin, alınış ve hazırlanış şeklinin büyük önemi vardır. Numune hazırlanırken, temsil ettiği malzeme özelliklerinde herhangi bir değişiklik oluşmamasına dikkat edilmelidir. Üretim sırasında aşırı sıcaklık oluşumu önlenmeli, ayrıca deformasyondan kaynaklanan etkilerde elimine edilmelidir. Çekme deneyine tabi tutulacak numunenin şekil ve boyutları standartlarda belirtilmiştir. Bu nedenle deney sonuçlarının güvenilirliği ve karşılaştırılabilir olması açısından deneyler standartlara göre hazırlanmış numuneler ile yapılmalıdır. Alınacak malzemeye göre çekme numunesinin kesiti, dairesel, kare, dikdörtgen ve halka şeklinde ve hatta bazı durumlarda özel profil şeklinde olabilir. Türk standartları, TS 138-A'da çekme numunelerini şekil ve boyutlarına göre standartlaştırmıştır.



Şekil 2.1 Dikdörtgen kesitli metal malzemeler için çekme numunesi ölçüleri

Çekme cihazı esas olarak; birbirine göre aşağı ve yukarı hareket edebilen, deney parçasının bağlandığı iki çene ve bunlara hareket veya kuvvet veren, bu iki büyüklüğü ölçen ünitelerden oluşur. Çenelerden birisi sabit hızda

hareket ettirilerek deney parçasına değişken miktarlarda çekme kuvveti uygulanır ve bu kuvvete karşılık gelen uzama kaydedilir.



Küçük kuvvet seviyelerinde uzama miktarı kuvvet ile doğru orantılıdır. Malzeme elastik davranış içindedir; yani kuvvet kaldırılınca uzama sıfırlanır. Bu karakter **P** noktasına kadar devam eder. Orantı limiti **P** den sonra lineer fonksiyon eğimini değiştirir. Ancak elastik davranış devam eder. Elastik davranış **E** “Elastik Limiti” noktasında sona erer. **E** den sonra kalıcı; yani fazla kuvvet alabilir hale gelir plastik deformasyonlar başlar. Kuvvet azaltıldığında lineer fonksiyona paralel bir yol izler. Ancak kuvvetin sıfır olduğu yerde deformasyon artık sıfır olmaz, belirli bir plastik deformasyon kalır.

Malzeme yüklenmeye devam edilirse **Y** noktasında akar. Akma noktasında kuvvet aynı iken büyük miktarda plastik deformasyon oluşur. Akan malzeme “çalışma sertleşmesi”ne uğrar ve daha mukavim hale gelir.

Bu malzeme üzerindeki kuvvet daha da artırılarak **U** noktasına ulaşılır. **U** noktası “maksimum gerilme” noktası olup, burada malzeme kesitinde lokal daralmalar başlar. Buna malzemenin “boyun vermesi” denir. Boyun verme de malzemenin çalışma sertleşmesine uğramasına sebep olur ve malzeme daha fazla gerilimler alabilir; ancak boyun bölgesinde kesit alanı daraldığından taşıdığı net kuvvet azalır. Numune genellikle kontrolsüz bir şekilde **K** noktasına ilerler ve orada kopar.

Kuvvet-uzama eğrisinin altında kalan alan o numuneyi bozunuma uğratmak için gereken enerjiyi eşit olup; tokluk adı verilir.

Kuvvet-uzama eğrisi daha sonra yeniden ölçeklendirilir. Uzamalar malzemenin ilk uzunluğuna bölünerek “birim-uzama” ‘ya çevrilir. Aynı şekilde kuvvet numunenin ilk kesit alanına bölünerek “gerilim” hesaplanır ve dikey eksen tekrar ölçeklendirilir.

Tanımlamalar

Gerilme (σ): Birim alana etkiyen yük anlamına gelir ve aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$\sigma = \frac{P}{A_0}$$

Birim Şekil Değiştirme (ϵ): Malzemeye kuvvet uygulandığı zaman oluşan boy değişiminin kuvvet uygulanmadan önceki ilk boya oranı.

$$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$$

Elastisite Modülü (E): Malzemenin dayanımının (mukavemetinin) ölçüsüdür. Birim uzama ile normal gerilme (çekme ya da basma gerilmesi) arasındaki doğrusal ilişkinin bir sonucu olup birim uzama başına gerilme olarak tanımlanır. Birim uzama ile normal gerilme (çekme ya da basma gerilmesi) arasındaki doğrusal ilişki şöyle tanımlanabilir:

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon}$$

Malzemeye kuvvet uygulandığında, malzemede meydana gelen uzamalar elastik sınırlar içinde gerilmelerle orantılıdır. Buna “*Hooke Kanunu*” adı verilmektedir. Elastisite modülü malzemeye ait karakteristik bir özelliktir.

Akma dayanımı (σ_a): Uygulanan çekme kuvvetinin yaklaşık olarak sabit kalmasına karşın, plastik şekil değiştirmenin önemli ölçüde arttığı ve çekme diyagramının düzgünlük gösterdiği kısma karşı gelen gerilme değeridir,

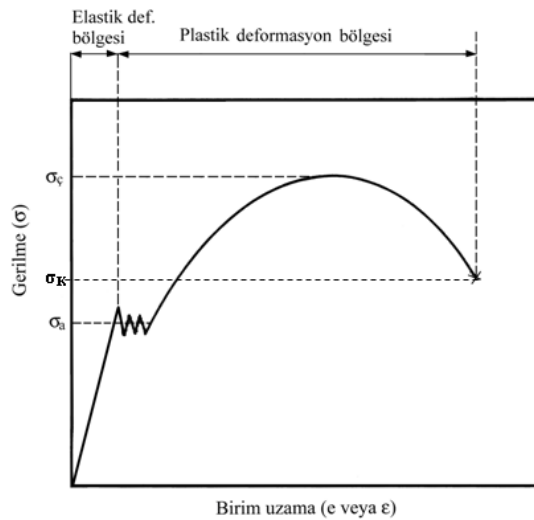
$$\sigma_a = \frac{P_a}{A_0}$$

Çekme dayanımı (σ_c): Bir malzemenin kopuncaya veya kırılıncaya kadar dayanabileceği en yüksek çekme gerilmesi olarak tanımlanır. Bu gerilme, çekme diyagramındaki en yüksek gerilme değeri olup, aşağıdaki formül ile bulunur.

$$\sigma_c = \frac{P_{\max}}{A_0}$$

Kopma Gerilmesi (σ_K): Numunenin koptuğu andaki gerilme değeridir.

$$\sigma_K = \frac{P_K}{A_0}$$



Şekil 2.3 Düşük karbonlu yumuşak bir çeliğin çekme diyagramı

Yüzde Kopma uzaması (KU): Çekme numunesinin boyunda meydana gelen en yüksek yüzde plastik uzama oranı olarak tanımlanır. Çekme deneyine tabi tutulan numunenin kopan kısımlarının bir araya getirilmesi ile son boy ölçülür ve boyda meydana gelen uzama

$$\Delta L = L_k - L_0$$

bağıntısı ile bulunur. Burada L_0 numunenin ilk ölçü uzunluğunu, L_k ise numunenin kırılma anındaki boyunu gösterir. Kopma uzaması ise;

$$KU(\%) = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100$$

bağıntısı yardımıyla belirlenir. Bu değer malzemenin sünekliğini gösterir.

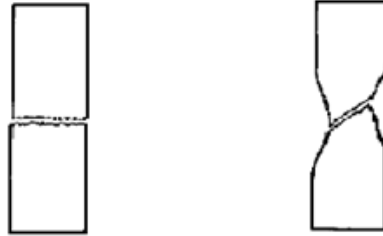
Yüzde Kesit Daralması (KD): Çekme numunesinin kesit alanında meydana gelen en büyük yüzde daralma veya büzülme oranı olup;

$$KD(\%) = \frac{A_0 - A_K}{A_0} \times 100$$

bağıntısı ile hesaplanır. Burada A_0 deney numunesinin ilk kesit alanını, A_k ise kırılma anındaki kesit alanını veya kırılma yüzeyinin alanını gösterir. A_k nın hesaplanması için hacmin sabit kalacağı ifadesi kullanılır.

$$V_0 = V_K \Rightarrow A_0 L_0 = A_K L_K \Rightarrow A_K = A_0 \frac{L_0}{L_K}$$

Kesit daralması, kopma uzaması gibi sünekliğin bir göstergesidir. Sünek malzemelerde belirgin bir büzülme veya boyun verme meydana gelirken, gevrek malzemeler büzülme göstermezler. Şekil 2'de gevrek ve sünek malzemelerin kırılma davranışları şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.4 (a) Gevrek malzemenin kırılma şekli (b) sünek malzemenin kırılma şekli.

1.1.3 DENEYİN YAPILIŞI

Çekme deneyi için önce test edilecek malzemeden standartlara uygun bir çekme numunesi hazırlanır (Şekil 4). Bu numune üzerine işaretler konur. Çekme deney makinesinin çeneleri arasına düzgün ve ortalayacak bir şekilde sıkıştırılan bu numune gittikçe artan bir yükte kopuncaya kadar çekilir. Bu sırada uygulanan F yükü ile buna karşı malzemenin gösterdiği uzamalar (ΔL) cihaz ve video ekstensometre ile ölçülür. Deney sonucu elde edilen yük (F) ve uzama (ΔL) değerlerinden yararlanılarak ($F - \Delta L$) diyagramı elde edilir. Bu diyagrama çekme diyagramı da denir.

1.1.4 İSTENENLER

- Kuvvet ve video ekstensometreden alınan uzama verileri kullanılarak her ikisi için ayrı ayrı gerilme – şekil değiştirme diyagramının elde edilmesi
- Gerilme – şekil değiştirme diyagramlarından elastisite modüllerinin hesaplanması.

- Gerilme – şekil değiştirme diyagramlarından akma gerilmesi, çekme dayanımı ve kopma gerilmelerinin hesaplanması
- Yüzde kopma uzaması ve yüzde kesit daralmalarının hesaplanması.

1.2 SERTLİK DENEYİ

1.2.1 DENEYİN AMACI

Malzemelerin sertliğinin ölçülmesi ve mukavemetleri hakkında bilgi edinilmesi.

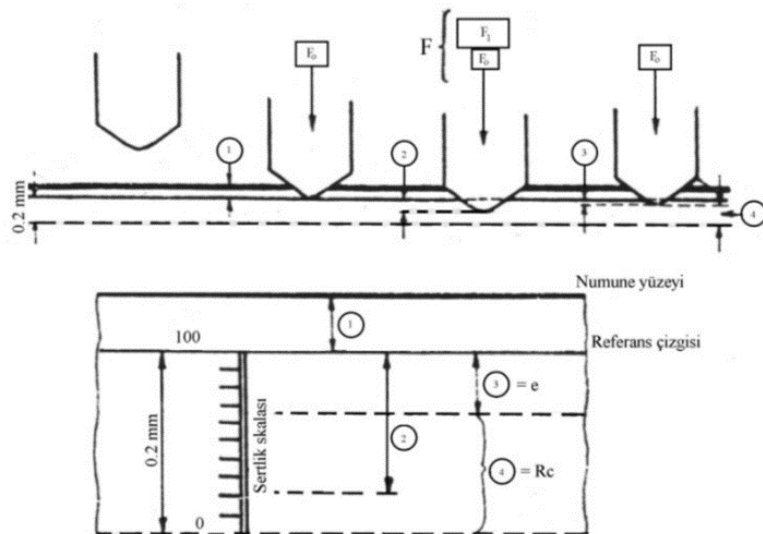
1.2.2 DENEYİN PRENSİBİ

Sertlik, malzemelerin plastik deformasyona karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanır. Sertlik deneyleri malzeme ve imal edilmiş parçaların çabuk ve tahribatsız olarak kontrolünü sağlayan çok önemli mekanik deneylerden biridir. Teknolojide yaygın olarak kullanılan sertlik ölçme yöntemleri, numune üzerinde elde edilen kalıcı iz büyüklüğünün ölçülmesi esasına dayanan yöntemlerdir. Yapılan tüm sertlik yöntemlerinde her numuneden en az üç tane sertlik değeri ölçülerek ortalama değer ve standart sapma hesaplanır.

Rockwell Sertlik:

Rockwell sertlik deney prensibi Şekil 1' de verilmistir. Rockwell sertlik deneyi yapılırken numune üzerine önce 10 kg'lık bir ön yük (F_0) uygulanır. Bu ön yük numune ile uç arasındaki kesin teması sağlamak ve ölçü düzenindeki boşlukları gidermek amacıyla uygulanır. F_0 ön yükünün uygulanmasıyla t_0 derinliğine erişilir. Bu konum sertlik skalası için referans düzlemi olarak alınır. Ön yükün uygulanmasından sonra yukarıda farklı sertlik skalaları için verilen yük miktarlarına varıncaya kadar bir ana yük (F_{ana}), yaklaşık 10 saniye süreyle numune üzerine uygulanır. Ana yük değerleri Rockwell B deneyi için 90 kg, Rockwell C deneyi için ise 140 kg'dır.

$F_{ön}$ kuvvetinden en az dört kat büyük olması gereken F_{ana} deney yükünün numune üzerine uygulanmasından ve kaldırılmasından sonra, referans düzleminde itibaren kalıcı bir t_b batma derinliği elde edilir. Söz konusu işlemlerin gerçekleştirildiği Rockwell cihazında, ölçülen kalıcı t_b batma derinliği yerine, sertlik değeri göstergeden doğrudan okunur.

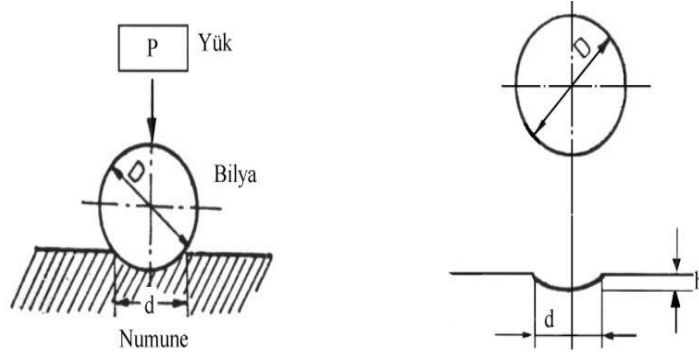


Şekil 2.5 Rockwell sertlik deneyi prensibi.

- 1) Ön yüklemde (10 kg) ucun batma derinliği,
- 2) Ana yüklemde (90 kg veya 140 kg)ucun batma derinliği,
- 3) Ana yük kaldırıldığında ucun batma derinliği (e),
- 4) Rockwell sertliği (100-e).

Brinell Sertlik :

Şekil 2' de gösterildiği gibi belirli bir yükün (F), belirli bir çaptaki (D) sert malzemeden yapılmış bir bilya yardımıyla malzemenin yüzeyine belirli bir süre uygulanması sonucu yüzeyde kalıcı bir iz meydana getirilir.



Şekil 2.6 Brinell Sertlik Deneyi Prensibi.

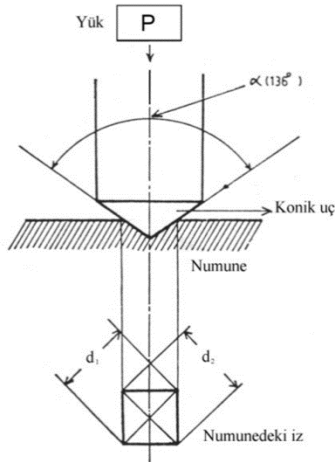
Meydana gelen izin küresel yüzey alanı, izin çevresinin ölçülen ortalama çapı ile bilya çapından faydalanılarak belirlenir. Buna göre Brinell sertlik değeri:

$$BSD = \frac{2P}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

P = Uygulanan yük (kg), D = Bilya çapı (mm), d = İz çapı (mm) bağlantısı ile hesaplanır.

Vickers Sertlik:

Sertliği ölçülecek malzemeye Şekil 3' de gösterildiği gibi piramit elmas uç belirli bir süre ve yükte kalıcı kare tabanlı iz oluşturur. Oluşan simetrik izin köşegen ortalaması belirlenerek aşağıda verilmiş olan bağıntı yardımıyla malzemenin Vickers sertlik değeri hesaplanır.



Sekil 2.7: Vickers Sertlik Deneyi

F = Uygulanan deney yükü (kg), d = İz köşegenlerinin ortalaması (mm), a = Tepe açısı=136°.

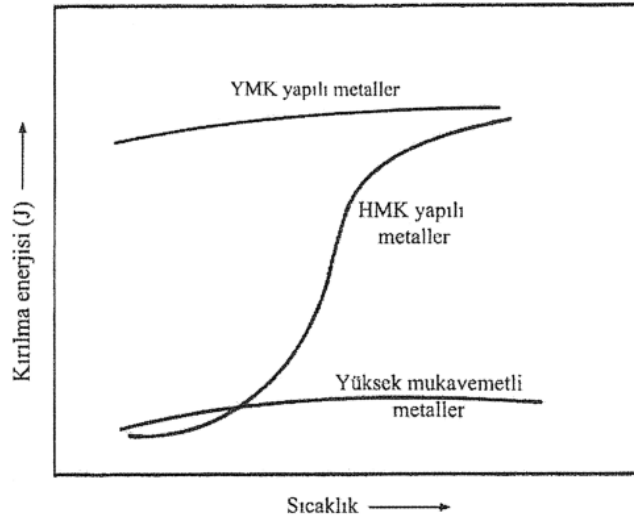
$$VSD = \frac{2P \sin(a/2)}{d^2} = \frac{1,8544F}{d^2}$$

1.3 ÇENTİK DARBE DENEYİ

1.3.1 DENEYİN AMACI: Darbe deneyi gevrek kırılmaya neden olabilecek şartlar altında çalışan malzemelerin mekanik özelliklerinin saptanmasında kullanılır. Darbe deneyinin genel olarak amacı, metalik malzemelerin dinamik zorlamalar altında kırılması için gerekli enerji miktarını ve sünek-gevrek geçiş sıcaklığını tespit etmektir.

1.3.2 DENEYİN PRENSİBİ:

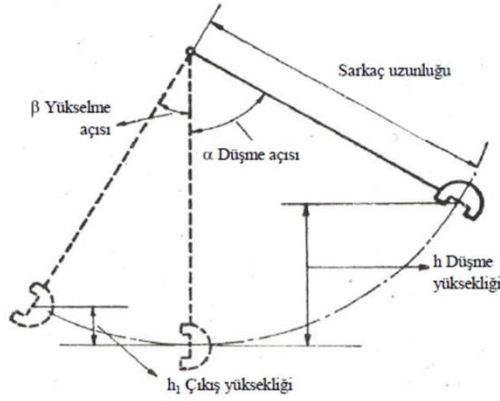
Genelde malzemelerin mekanik özellikleri hakkında fikir edinebilmek için çekme deneyi sonuçları kullanılır. Elde edilen sonuçlar YMK ve HSP sistemlerde sorun olmazken bazı HMK kafes yapısına sahip metallerde çentik darbe testinde farklı sonuçlar elde edilir (Şekil 1). Çekme testinde uzama miktarı yüksek olan malzemelerin sünek davranacağı düşünülür. Bu kabul YMK ve HSP kristallerde büyük oranda doğru iken HMK kristalli malzemelerde (örn. ferritik çelik) her zaman doğru sonuç vermez. Çekme deneyinde sünek davranış gösteren malzeme darbe deneyinde gevrek davranış gösterebilir. Özellikle oda sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda bu olaya daha çok rastlanır. Darbe deneyinden elde edilen sonuçlar, çekme deneyi sonuçları gibi mühendislik hesaplarında kullanılmazlar.



Şekil 2.8 Farklı kafes yapılarındaki metaller için gevrek-sünek geçiş sıcaklığı grafiği

Deneyde numunenin dinamik zorlama altında kırılması için gereken enerji belirlenir. Bulunan değer malzemenin darbe direnci (darbe mukavemeti) olarak tanımlanır.

Ağırlığı G olan sarkaç, h yüksekliğine çıkarıldığında potansiyel enerjisi (G X h) mertebesinde olur. Sarkaç bu yükseklikten serbest bırakıldığında, düşey bir düzlem içinde hareket ederek numuneyi kırar ve aksi istikamette h 1 yüksekliğine kadar çıkar. Böylece, numunenin kırılmasından sonra sarkaçta kalan potansiyel enerji (G X h 1) mertebesinde demektir.



Sarkacın, numune ile temas haline geldiği andaki potansiyel enerji ile numune kırıldıktan sonra sarkaçta kalan potansiyel enerji farkı, o numunenin kırılması için gereken enerjiyi başka bir deyimle, darbe direncini verir. Bu enerji aşağıda yer alan formül ile de gösterilebilir:

$$\text{Kırılma enerjisi} = G (h - h_1) = G.L. (\cos\beta - \cos\alpha)$$

G = Sarkacın ağırlığı (kg)

L = Sarkacın ağırlık merkezinin, sarkacın salınım merkezine uzaklığı (m),

h = Sarkacın ağırlık merkezinin düşme yüksekliği (m),

h₁ = Sarkacın ağırlık merkezinin çıkış yüksekliği (m),

α = Düşme açısı (derece),

β = Yükseliş açısı (derece),

Darbe direnci (kg-m) veya (kg-m/cm²) cinsinden ifade edilmektedir.

Çentikli darbe deneyleri genellikle 2 türde yapılmaktadır

Charpy Darbe Deneyi: Yatay ve basit kiriş halinde 2 mesnede yaslanan numunenin çentik tabanına bir sarkacın ucundaki çekiçle darbe yapılması ve çentik tabanında meydana gelen çok eksenli gerilimler etkisi ile numunenin kırılması için harcanan enerjiyi tayin işlemidir.

İzod Darbe Deneyi: Dikey ve konsol halinde bir kavrama çenesine tutturulan numunenin yüzeyine, kavrama çenesinden belirli yükseklikte, bir sarkacın ucundaki çekiçle darbe yapılması ve çentik tabanında meydana gelen çok eksenli gerilimler ile numunenin kırılması için sarf edilen enerjiyi tayin işlemidir.

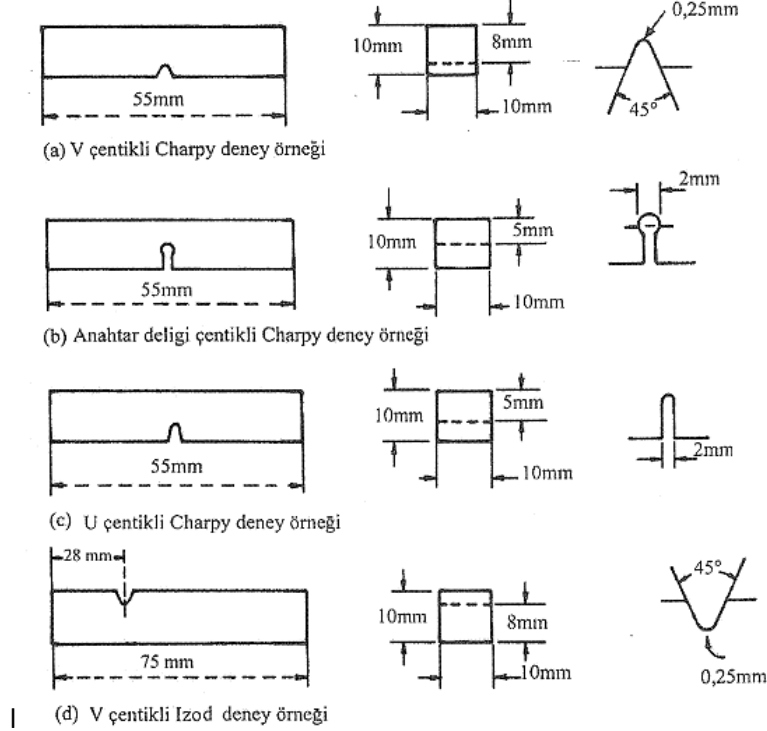


Şekil 2.10 a) Charpy ve b) İzod darbe deneyinde numunenin cihaza yerleştirilme şekli

Çentikli Darbe Deneyi Numuneleri

Çeşitli ülkelerin standartlarında saptanan en önemli numune çeşitlerinin boyutları ve şekilleri Şekil 4'te verilmiştir. Numunelerin çentik açılma çeşitleri; 1- U çentikli, 2-V çentikli, 3- Anahtar deliği çentikli'dir.

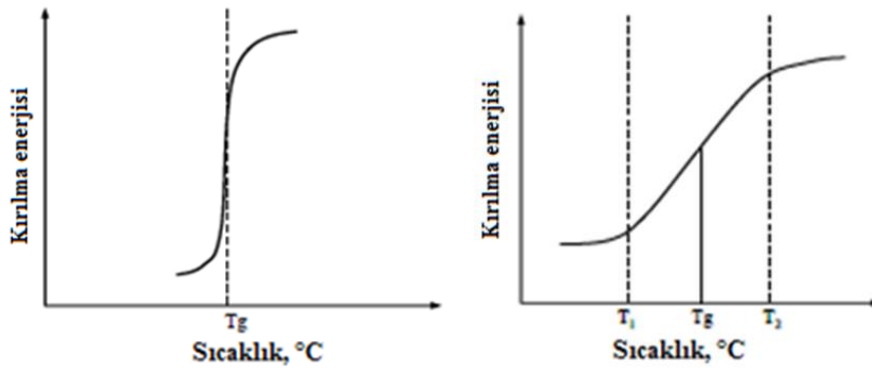
Malzemelerin darbe dayanımı sıcaklıkla değişir. Testler esnasında numune sıcaklığı belirtilen sıcaklık değeri arasında $+2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ' den fazla fark olmamalıdır. Sıfırın altındaki sıcaklıklarda yapılacak testler için buzdolabı gibi soğutucular ya da sıvı azotla soğutma kullanılır. Yüksek sıcaklıklarda ($200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve üstünde) yağ banyosu, tuz banyosu ya da fırında ısıtma kullanılır. Isıtılan ya da soğutulan numune 5 sn içinde kırılmalıdır.



Şekil 2.11 Çentik darbe deneyi numuneleri

Gevrek-Sünek Geçiş Sıcaklığı

Belirli bir malzeme için farklı sıcaklıklarda yapılan darbe deneyleri malzemenin darbe direnci hakkında önemli bilgiler verir. Sıcaklığın azalmasıyla malzemelerin darbe direnci düşer. Bu düşüş aniden olabildiği gibi belirli bir sıcaklık aralığında da olabilir. Darbe direncinin aniden düştüğü sıcaklığa gevrek-sünek geçiş sıcaklığı denir. Düşüş aniden olmadığında bir geçiş sıcaklığı belirlemek zordur. Bu gibi durumlarda geçiş sıcaklık aralığı belirlenir ve bu gevrek-sünek geçiş aralığı olarak adlandırılır. Bu aralıkta düşük sıcaklığın altında malzeme gevrek yüksek sıcaklığın üstünde sünek davranır. İki sıcaklık değeri arasında ise iki davranışı birden gösterir (Şekil 5).



Şekil 2.12 Darbe direncinin sıcaklıkla değişimi.



T1 sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda malzeme gayet gevrek bir davranış gösterir. Kırılma, klivaj düzlemleri boyunca olup, kırılma yüzeyi kristalin (granüler= ince taneli) bir görünüştedir. Bu sıcaklıklarda darbenin tesiri ile ilk çatlak kolayca meydana gelir ve çatlak malzeme içinde yüksek hızla ilerler.

T2 sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda ise malzeme sünek davranış gösterir. Bu sıcaklıklarda darbenin tesiri ile malzemede, önce bir plastik şekil değişimi daha sonrada kopma meydana gelir. Sünek davranıştan dolayı malzemede çatlak oluşumu güçleşir ve çatlağın yayılma hızı yavaşlar. Bu durumda kopma yırtılma şeklinde olup kopma yüzeyi lifi bir görünüm arz eder.

Geçiş aralığında her iki davranış birden görülür. Deney sıcaklığı T1 sıcaklığına yaklaştıkça gevrek davranış duruma hakim olur. Mühendislik uygulamalarında geçiş sıcaklığı T1 ve T2 sıcaklıklarının arasında bir değer olarak alınır.

Tg sıcaklığının tespitinde üç kriterden yararlanılır. Bunlar;

- 1- Kırılma enerjisi
- 2- Kırılma yüzeyinin görünüşü,
- 3- Kırılmadan sonra çentik tabanında meydana gelen enlemesine büzülme miktarı.

Kırılma enerjisi kriter olarak seçildiğinde genellikle 2-3 kg-m'lik kırılma enerjisine tekabül eden sıcaklık, geçiş sıcaklığı olarak kabul edilir.

Kırılma yüzeyi görünüşü kriter olarak alındığında kırılma yüzeyinde kristalin olarak görülen bölgenin tüm kesit alanına oranı tespit edilmeye çalışılır. Kesitte %50 kristalin görünüşü veren sıcaklık geçiş sıcaklığı olarak alınabilir.

1.3.3 İSTENENLER

- 1) Farklı sıcaklıklarda yapılan darbe deneylerinde, darbe deneyi sonucunda elde edilen darbe direnci ile sıcaklık arasındaki ilişkiyi irdelleyiniz
- 2) Kırık yüzeylerinin incelenmesine dayanarak kırılmanın karakteri hakkında ne söylenebilir.

1.3.4 REFERANSLAR

- [1] Kayalı, E.S., Ensari, C., Dikeç, F., 1996, Metalik Malzemelerin Mekanik Deneyleri
- [2] William F. Smith 2006, " Malzeme Bilimi ve Mühendisliği " (Çeviren: Nihat G., Kınıkoğlu). Kimya-Metalurji Fakültesi, Ofset Atölyesi, İstanbul.
- [3] TS-269/75 Vurma Deneyi (Charpy ve Izod) Metalik Malzemede.
- [4] BS EN 10 045-1:1990, Charpy Impact Test on Metallic Materials., ASM Metals Handbook, 1978, Vol 8, Mechanical Testing, Ninth Edition.

2. DÖKÜM DENEYİ

AMAÇ

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

TEORİK BİLGİ

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.

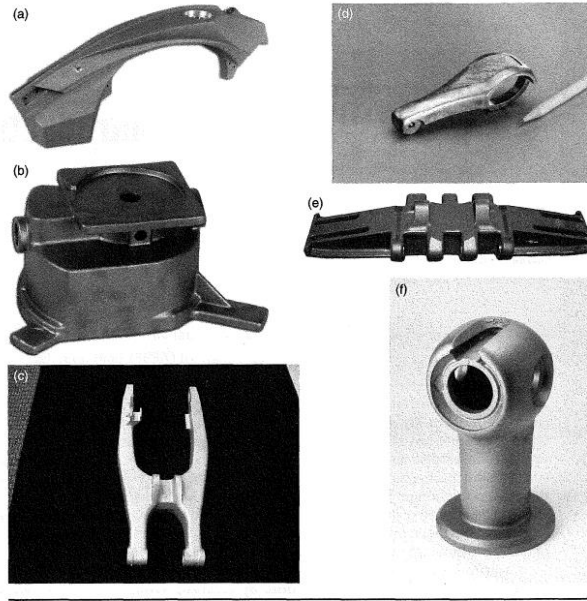


Figure 1 Typical castings in major alloys, **(a)** This motorcycle frame component was produced via the nobake sand casting process in 356 aluminum with T6 treatment temper, **(b)** The bronze alloy used for this dental suction pump was selected for its high strength, mechanical properties, and wear 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 katılaşır. 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.

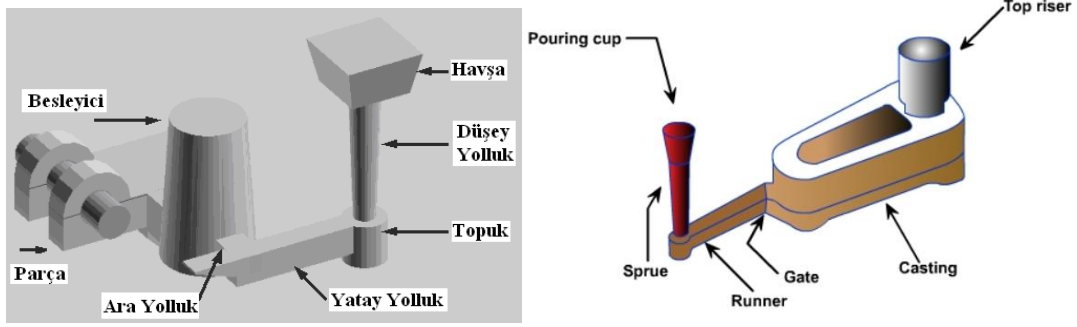
Modellerin yapımında aşağıdaki noktalar dikkate alınır:

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 sıyrılabilmeyi sağlamak için modellere belli bir sıyırma açısı verilir.

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

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.

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.

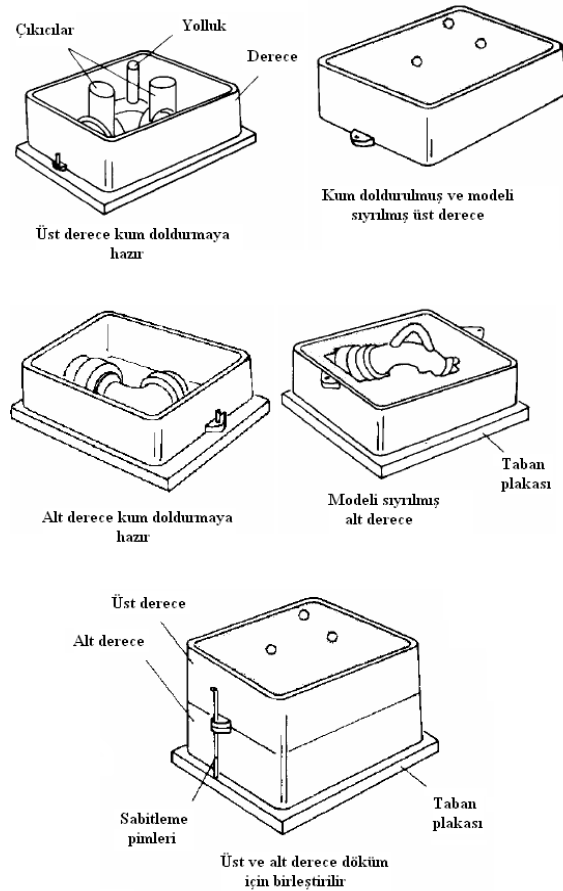


Şekil 1. Yolluklama sisteminin temel elemanları

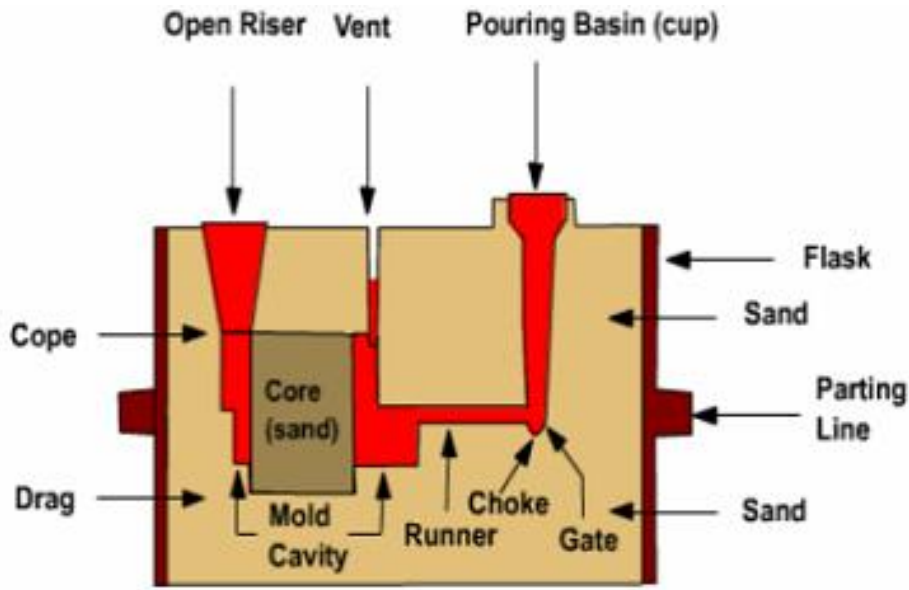
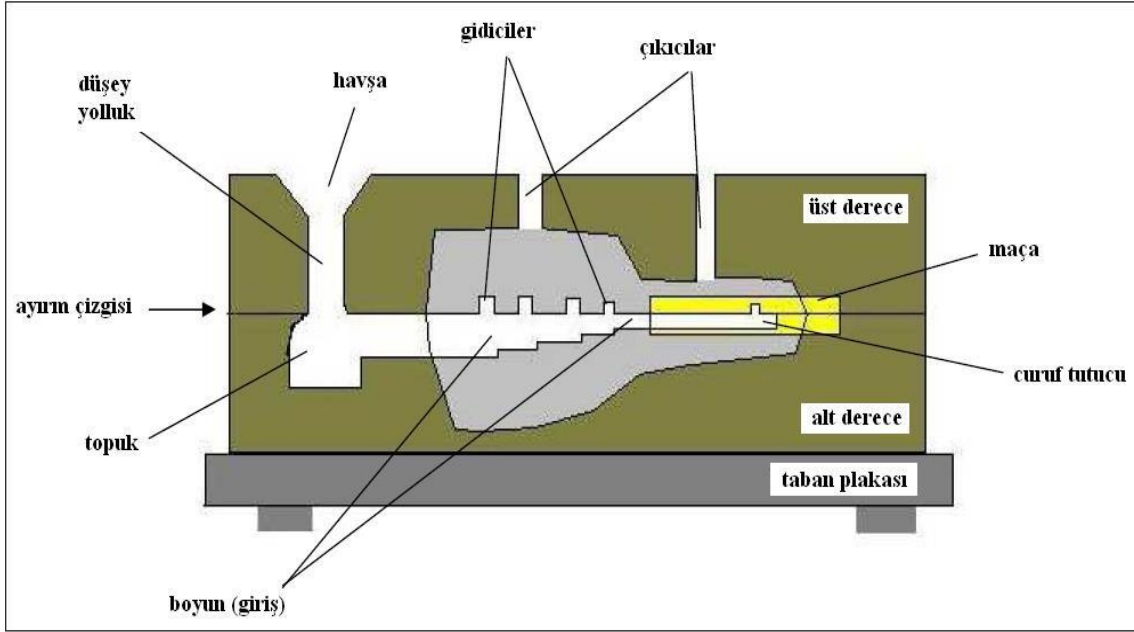
Kalıp ve Maça Hazırlama (Kalıplama)

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 görünüş yanında iç görüشته 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 arttırırken 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 içi 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.

İşleme 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 (SiO₂) ve soda (Na₂O) içeriğine göre çok çeşitli türleri vardır. Sodyum silikat çok çeşitli yöntemlerle sertleştirilebilir, CO₂ 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.



MEM3961 Laboratuvar-I Deney Föyü



- 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 dökümle 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 aşılacağı ve küreselleştiriciler hakkında kısa bilgi veriniz.

KAYNAKLAR

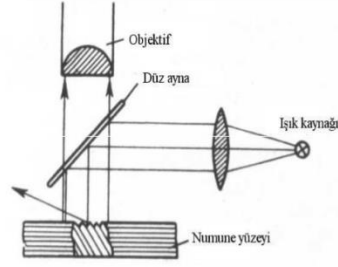
1. Ergin Çavuşoğlu, "Döküm Teknolojisi", İTÜ Yayınları 1981.
2. Mustafa Çiğdem, "İmal Usulleri", Çağlayan Kitabevi 1996.

3. METALOGRAFİ DENEYİ

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 yansıyabilir. 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 kılıcımı 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, büyütmelerin 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

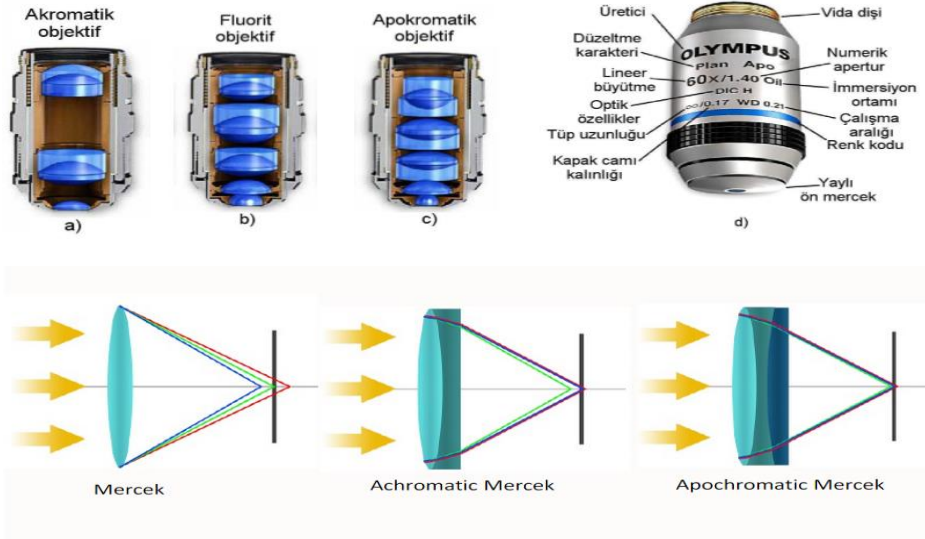
Objektiflerin büyütmesi, oluşturduğu ara görüntünün, görüntüsü oluşan cismin büyüklüğüne oranı olarak verilir. Buda objektifin üzerinde (. . . x) simgesi ile işlenir.

Objektifler üç gruba ayrılır:

Akromatik Objektifler: Bunlarda düzeltme ancak spektrumun yeşil-sarı bölgesi için yapılmıştır. Mavi veya kırmızı filtrelerle kullanılmamak 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 apakromatik objektifler kadar iyi değildir.

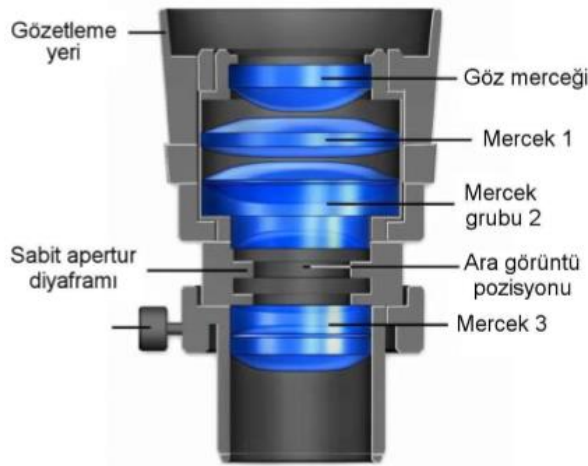


Şekil 2. Objektif çeşitleri.

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 oluştuğundan 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

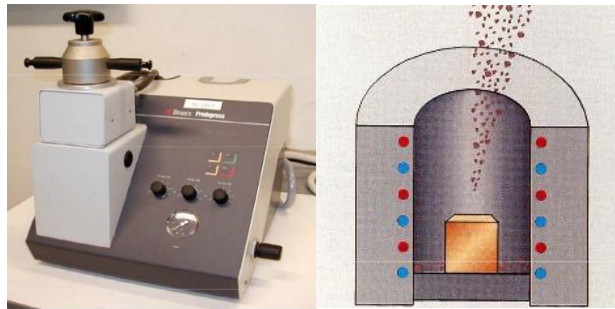
MONTE**1. Giriş**

- 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 ısısı 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

- a. Numune temiz olmalıdır ve en az monte edilecek kapdan 10-15 mm daha küçük olmalıdır. Keskin kenarlardan kaçınılmalıdır.
- b. Birçok malzeme aynı anda monte edilecekse bu numuneler birbirleriyle temas etmemelidir ve basınç uygulaması sırasında tahribat olabilir.
- c. Plastiğe uygulanan basınç 1-1,5 tondan daha küçük olmamalıdır. Ancak bu büyüklük kriter değildir.
- d. 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.

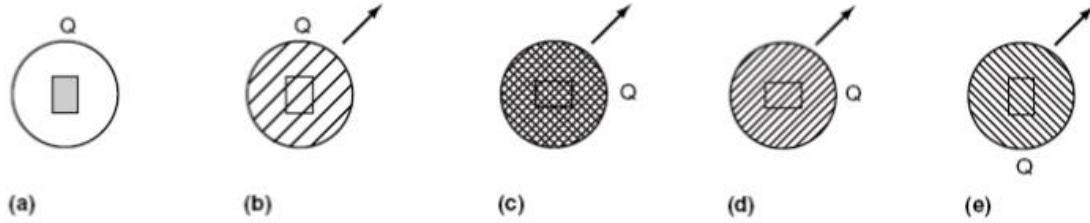
Zımparalar zımpara tozunun 1 inç² (2,54 cm²) deki tanecik sayısına göre sınıflandırılır. İnç² başına düşen tanecik sayısı arttıkça zımpara numarası büyür.

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 ortamdan 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.

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.



4. KOROZYON DENEYİ

BÖLÜM 4.1: ÇİNKONUN ASİDİK ÇÖZELTİDEKİ KOROZYONU

4.1.1 DENEYİN AMACI: Çinkonun asidik çözelti içindeki elektrokimyasal davranışının incelenerek korozyon hızının iki farklı yöntemle ölçülmesi.

4.1.2 TEORİK BİLGİ

Korozyon, genel olarak malzemelerin, özel olarak metal ve alaşımların içinde buldukları ortam etkisiyle fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerinde istenmeyen değişikliklerin meydana gelmesidir. Korozyonun temel nedeni metallerin doğal hallerine dönme isteğidir. Elektrokimyasal korozyon ise, bir korozyon çeşidi olup, metallerin sulu ortamlarda bozunmaya uğramasıdır. Metal-ortam sisteminde elektrokimyasal hücre oluşumu ile kendiliğinden meydana gelen elektrokimyasal korozyonda dışarıdan enerjiye gereksinim yoktur.

Bir metalin iyon haline geçme isteği onun aktifliğini belirlemekte ve metalin korozyona uğrama eğilimini göstermektedir. Metallerin standart elektrot potansiyellerini gösteren EMK (Elektromotor kuvvet) serileri, hesap yoluyla elde edilen termodinamik seriler olup, metallerin aktiflik durumları ile ilgili fikir vermektedir. Ayrıca, deniz suyunda yapılan deneylerle oluşturulan galvanik seriler de, farklı metal ve alaşımların aktifliklerini kıyaslamada daha faydalı olabilmektedir.

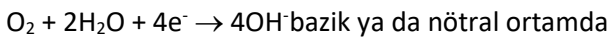
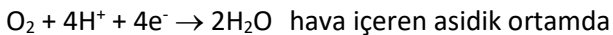
Aynı ortamda bulunan ve birbirine temas eden farklı metal ve alaşımlardan daha aktif olanı anot olarak davranıp korozyona uğramakta, diğer metal ise katot olarak davranıp korozyondan korunmaktadır. Diğer yandan, elektrokimyasal korozyonun oluşabilmesi için ortamda mutlaka iki farklı metalin bulunması gerekmez, bir metal elektrolit içinde tek başınayken de korozyon gerçekleşebilir. Metalin yapısında veya yüzeyinde bulunan farklı bölgeler nedeniyle metalin bazı kısımları anot, bazı kısımları ise katot olarak davranabilmektedir.

Elektrokimyasal korozyonun gerçekleşmesi için sistemde beş elemanın bulunması zorunludur. Bunlar; anot, katot, arayüzey, elektronik iletken ve elektrolitik iletkendir. Elektrokimyasal korozyon süresince anotta yükseltgenme reaksiyonu gözlenirken, katotta ortamın pH durumuna ve elektrolitte çözünmüş oksijen miktarına göre farklı indirgenme reaksiyonları meydana gelir. Metal-elektrolit arayüzeyinde gerçekleşen bu reaksiyonlar aşağıda verilmiştir:

Anodik reaksiyon:



Katodik reaksiyonlar:



Korozyon hızı, pratik olarak, birim yüzey alanından birim zamanda uzaklaşan metal kütlesi olarak tanımlanmaktadır. Korozyon hızının ölçümü için çeşitli yöntemler mevcuttur. Bunlardan, ağırlık kaybı yöntemi ve polarizasyon eğrilerinin çizilmesiyle gerçekleştirilen Tafel ekstrapolasyon ve lineer polarizasyon yöntemleri

en sık tercih edilen yöntemlerdir. Ayrıca, elektrokimyasal korozyon olaylarındaki katodik reaksiyonların hidrojen veya oksijen redüksiyonu olması, bazı durumlarda, deney sırasında açığa çıkan gaz miktarının belirlenerek korozyon hızının saptanmasına olanak verir. Korozyon hızının belirlenmesinde en doğru sonucu verecek yöntem seçilmelidir.

Korozyon hızı çeşitli birimlerle ifade edilebilmektedir. Bunlardan en sık kullanılanları; $\text{mg}/\text{dm}^2.\text{gün}$ (mdd), $\text{mm}/\text{yıl}$, ipy (inch per year) ve mpy (mil per year) birimleridir. Bu birimler birbirlerine dönüştürülebilmektedir (örn: $1 \text{ ipy} = 1000 \text{ mpy} = 25,4 \text{ mm}/\text{yıl}$).

Deney numunesinde meydana gelen ağırlık kaybı belirlendiğinde, korozyon hızını aşağıdaki formül yardımıyla hesaplamak mümkündür.

$$H = K \cdot \Delta G / A \cdot d \cdot t$$

H: korozyon hızı

K: istenen korozyon hız birimi için sabit bir sayı ('mpy' için 3.45×10^6)

ΔG : ağırlık kaybı (g)

A: çözeltiliye maruz kalan yüzey alanı (cm^2)

d: metalin yoğunluğu (g/cm^3)

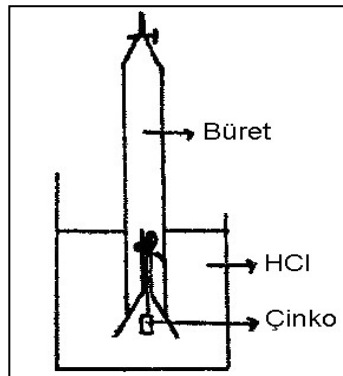
t: deney süresi (s)

Bu formülde yer alan değişkenlerin birimleri ve K sabit sayısının değeri, hesaplanmak istenen hız birimine göre değişmektedir. Bu deneyde korozyon hızı 'mpy' cinsinden hesaplanacaktır.

4.1.3 KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Çinko numune, 0,1 M HCl çözeltisi, beher, cam huni, büret, puar, kurutma makinesi, hassas terazi, zımpara kağıdı.

4.1.4 DENEYİN YAPILIŞI

Çinko levhadan belirli boyutlarda kesilen ve bir tarafından delinen numunenin yüzeyi zımparalandıktan sonra yıkanır ve kurutulur. Boyutları ve ağırlığı ölçülen numune, ip yardımı ile huniye sabitlenir. Huni ise bürete geçirilerek, numuneyle birlikte 0,1 M HCl çözeltisine daldırılır (Şekil 1). Daha sonra bürete belirli bir miktar çözelti çekilir. Büretteki çözelti seviyesindeki alçalma, her 3 dakikada bir kaydedilir. Büretteki çözelti seviyesi sıfıra geldiğinde ise deney sonlandırılır ve toplam deney süresi kaydedilir. Deney sonunda numune çözeltiliden çıkarılır, yıkanır, kurutulur ve tekrar tartılır. Deney süresince meydana gelen ağırlık kaybı hesaplanır.



Şekil 3.1 Deney düzeneği



4.1.5 İSTENENLER

1. Çinko numune için deneyde gerçekleşen anodik ve katodik reaksiyonları ayrı ayrı yazınız.
2. Çinkonun deney sonucunda ağırlığında meydana gelen azalmadan yararlanarak toplam korozyon hızını mpy cinsinden hesaplayınız.
3. Büretteki gaz hacmi okumalarınızdan yararlanarak, çözünen numune miktarı (mg)–süre (dk) eksenlerini kullanarak zamana bağlı olarak korozyon hızı değişim grafiğini çiziniz, bu değişimi irdeleyiniz.
4. Ağırlık kaybı yoluyla belirlenen korozyon hızı ile açığa çıkan hidrojen gazının hacminden giderek belirlenen korozyon hızı birbirine uymakta mıdır? Uymuyorsa nedenlerini belirtiniz.

BÖLÜM 4.2: KURŞUNUN ASİDİK ÇÖZELTİDEKİ KOROZYONU

4.2.1 DENEYİN AMACI: Kurşunun asidik çözelti içindeki korozyon hızının Tafel Ekstrapolasyon Yöntemi ile ölçülmesi

4.2.2 TEORİK BİLGİ

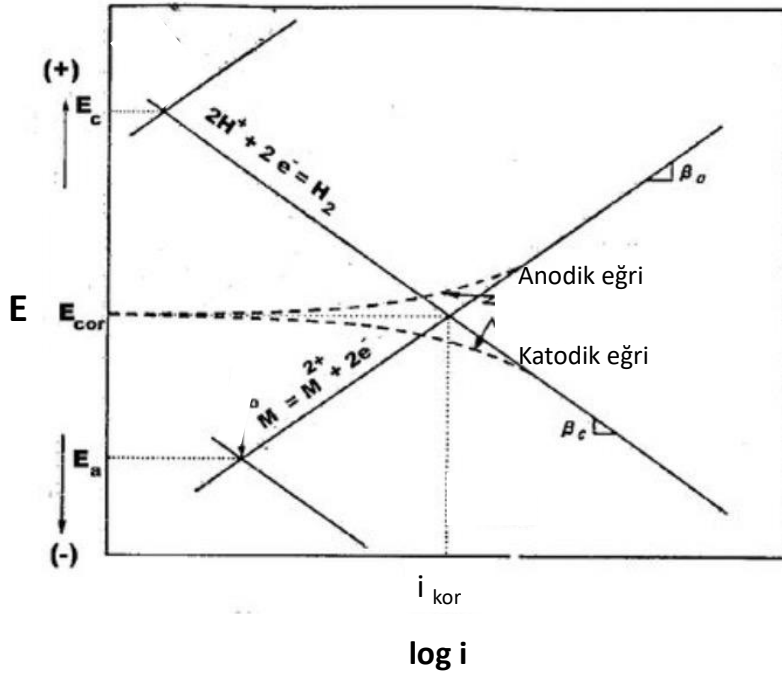
Korozyona uğrayan bir elektrotta, metalin anodik reaksiyonu ile birlikte ortama bağlı olarak bir katodik reaksiyon da eş zamanlı olarak gerçekleşmektedir. Böylece elektrot yüzeyinde biri anodik diğer katodik iki farklı reaksiyonun dengesiyle oluşan 'korozyon potansiyeli (E_{kor})' denilen karma bir potansiyel oluşur.

Elektroda bir dış akım uygulanırsa, elektrot potansiyeli, hiç akım geçmediği değerinden farklı bir değer alır. Akım uygulanırken elektrot potansiyelinde meydana gelen değişime 'polarizasyon' denir. Deneysel olarak elde edilen polarizasyon eğrileri, metalin söz konusu olan elektrolit içindeki hızının belirlenmesinde kullanılabilir. Bu amaçla iki elektrokimyasal yöntem uygulanmaktadır.

- 1- Tafel ekstrapolasyon yöntemi
- 2- Lineer polarizasyon yöntemi

Tafel ekstrapolasyon yöntemi:

Polarizasyon (akım-potansiyel) eğrileri, yarı logaritmik skalada çizilen eğrilerdir. Uygulanan dış akım belli bir değere eriştikten sonra, bu eğrilerde belirgin bir kırılma olur ve bu noktadan sonra potansiyel ile uygulanan dış akımın logaritması ($E - \log i$) lineer bir değişim gösterir. Akımın logaritmasının lineer olarak değiştiği bu bölgeye 'Tafel Bölgesi' adı verilir (Şekil 4.2).



Şekil 4.2. Polarizasyon eğrisindeki Tafel bölgesi

Tafel bölgesindeki doğrular, korozyon potansiyeline ekstrapole edilirse, kesim noktası 'korozyon akım yoğunluğu (i_{kor})' değerini verir. Korozyon akım yoğunluğu değeri aşağıdaki formülde yerine koyularak, korozyon hızı mm/yıl cinsinden hesaplanmaktadır.

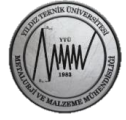
$$Korozyon\ hızı = K \times \frac{i_{kor} \times EA}{d}$$

K= sabit sayı, $3,27 \times 10^{-3}$ mm.g/ μ A.cm.yıl,

i_{kor} = akım yoğunluğu (A/cm^2),

EA= numunenin eşdeğer ağırlığı, birimsiz,

d= numunenin yoğunluğu, g/cm^3



4.2.3 KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Potansiyostat, kurşun numune, 1 M H₂SO₄ çözeltisi, 5 boyunlu hücre, kurşun karşıt elektrotlar, doymuş kalomel referans elektrot, krokodil kablo, kurutma makinesi, silikon tabancası, silikon.

4.2.5 DENEYİN YAPILIŞI

Kurşun numune yüzeyindeki toz ve kirlere arındırmak amacıyla yıkanır ve kurutulur. Krokodil ile bağlanarak 1 cm² aktif yüzey alanına sahip olacak şekilde silikonlanır. 3 elektrotlu hücre içine 1 M H₂SO₄ çözeltisi doldurulur. Referans elektrot olarak doymuş kalomel elektrot, karşıt elektrot olarak kurşun elektrotlar ve çalışma elektrodu olarak da kurşun numune hücreye yerleştirilir. Potansiyostat yardımıyla öncelikle sistemin açık devre potansiyeli (OCP) değeri ölçülür. Daha sonra numune, OCP değerini içine alacak şekilde belirlenen potansiyel aralığında taranarak, yarı logaritmik akım-potansiyel eğrisi elde edilir. Bu eğriden elde edilen i_{kor} değeri, yukarıda verilen formülde yerine koyularak korozyon hızı mm/yıl cinsinden hesaplanır.

4.2.6 İSTENENLER

1. Kurşun numune için deneyde gerçekleşen anodik ve katodik reaksiyonları ayrı ayrı yazınız.
2. Tafel eğrisinden elde edilen i_{kor} değeri yardımıyla numunenin korozyon hızını mm/yıl cinsinden hesaplayınız.
3. Kurşun için hesaplanan mm/yıl cinsinde hesaplanan korozyon hız değerini mpy cinsine dönüştürerek, çinko numune için mpy cinsinden hesaplanan korozyon hız değerleriyle kıyaslayınız.

REFERANSLAR

- H. Yalçın, M. Gürü, “Elektrokimya ve Uygulamaları”, Palme Yayıncılık, Ankara, 2010.

5. TOZ METALURJİSİ DENEYİ

DENEYİN ADI: Görünen Yoğunluk (Yaş Yoğunluk)

DENEYİN AMACI: Tozun gevşek, sıkıştırılmamış haldeki yoğunluğunun belirlenerek standartlara uygunluğunun tespiti.

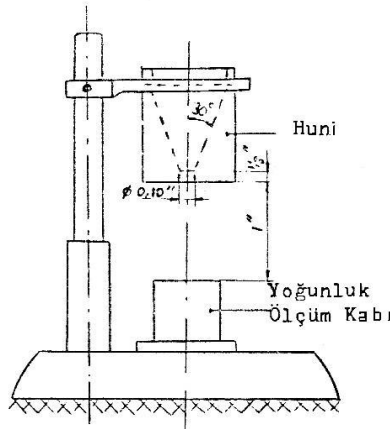
KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Terazî, metal tozu, standart deney tertibatı

TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI:

Yığılma yoğunluğu tozun gevşek (sıkıştırılmamış) haldeki yoğunluğudur (g/cm^3). Bu yoğunluğu belirlemek için tozun boyutları ve şekli standartlarla belirlenmiş bir huniden akıtılarak altındaki silindirik kabı serbest bir düşümlle doldurması sağlanır. Huni çıkış ağzı ile silindirik kabın üst yüzeyi arasındaki yükseklik de sabit bir değerdir.

Taşar şekilde doldurulmuş olan silindirik kabtaki tozun fazlası dikkatlice sıyrılarak içindeki toz tartılır. Deney kabı hacmi de bilindiğinden ($25 cm^3$) yığılma yoğunluğu kolaylıkla (g/cm^3) olarak hesaplanır. Bu deneyin ISO standart numarası 3923'tür. Burada deney ile ilgili bütün koşullar ve deneyin yapılışı belirlenmiştir. Şekil 1'de bu deney için kullanılan donatım ölçüleri şematik olarak verilmiştir.

Su atomizasyonu ile üretilen paslanmaz çelik tozların görünür yoğunluğu $2,80-3,20 g/cm^3$ arasında değişir. Bu değer gaz atomizasyonu ile üretilen tozlar için $5 g/cm^3$ 'e kadar çıkabilir. Bu değer bakır tozları için $2,80-3,00 g/cm^3$, bronz tozları için $3,00-3,25 g/cm^3$ arasında değişir. Yığılma yoğunluğu presleme (yoğunlaştırma) aşamasında tozun kalıbı doldurmasında çok önemli bir faktördür. Yığılma yoğunluğu toz tane şekline, büyüklüğüne ve dağılımına yakından bağlıdır. Toz tane şekli küreselden uzaklaştıkça taneler arası boşluk oranı azalır.



Şekil 1. Yığılma Yoğunluğunun Ölçülmesi.

DENEYİN ADI: Akıcılık Testi

DENEYİN AMACI: Tozlardan istenen akış süresinin belirlenerek standartlara uygunluğunun tespiti.

KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Terazî, metal tozu, standart deney tertibatı, kronometre.

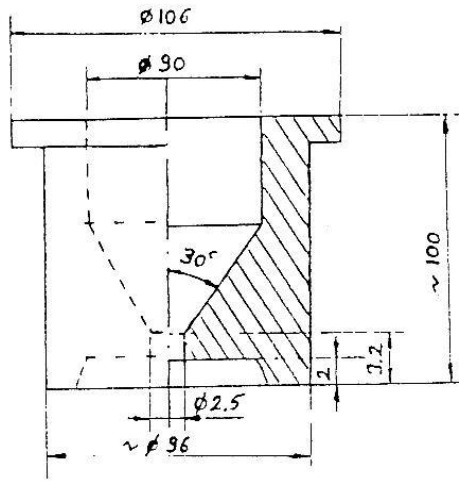
TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI:

Bu testin amacı X firmasına gelen hammaddelerden istenen akıcılık değerlerinin tespit edilmesidir.

Bu oran 50 gram tozun 2,54 mm'lik huniden geçmesi gereken süre olarak tanımlanır. Küresel şekilli paslanmaz çelik için 15 saniyelik bir akış süresine sahiptir. Bu oran düzensiz şekilli tozlar için 25-30 saniye arasında değişmektedir.

Akıcılık; bir toz türü ya da karışımının belirli bir miktarının boyut ve şekli önceden belirlenmiş bir huniden akma kabiliyetidir. Bu ölçümlerde genellikle 50 gr'lık toz örneğinin huniden akış süresi saptanır ve bu değer tozun akıcılığı olarak kabul edilir. Huni boyutları ve şekli ile akış deliği boyutları (delik çapı ve uzunluğu) standartlarda belirtilmiştir (ISO 4490).Deney genellikle üç defa tekrarlanıp ortalama değer hesaplanır.

Akıcılık özelliği de tozun bilhassa tane iriliğine, özgül yüzey büyüklüğüne, toz tane şekline bağlıdır. Toz tane iriliği düştükçe akıcılık da azalır. Toz tane şekli küresel geometriden uzaklaştıkça akıcılık da o oran da azalır. Yığılma yoğunluğunu küçülten etkiler, akıcılığı da aynı yönde olumsuz etkiler.



Şekil 2. Akıcılığı Saptamaya Yarayan Bir Deney Hunisi Şematik Olarak Verilmiştir.

DENEYİN ADI: Preslenebilirlik (Green Density)

DENEYİN AMACI: Tozun presleme sonrası ve teorik yoğunluğunun tespiti.

KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Terazî, metal tozu, pres, kumpas, kalıp.

TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI: Bu özellik, toz basınç altında iken elde edilen yoğunluğa karşılık gelir. Presleme sonrası ulaşılan yoğunluktur. Östenitik paslanmaz çelik tozları, martenzit olanlara nazaran daha iyi preslenebilirliğe sahiptir. Preslenebilirlik; akma sınırı, numunenin sertliği, taneciklerin yumuşaklığı, numunenin boşluk oranı, tanelerin şekli ve boyutunun bir fonksiyonudur.

Metal tozları kalıpta şekillendirildiği takdirde tozun serbest olarak kalıp boşluğunu çok iyi ve tam olarak doldurması (yüksek akıcılık kabiliyeti) istenildiği gibi, kalıp içinde soğuk olarak preslendiğinde de (zımbalandığında) teorik yoğunluğa olduğunca yaklaşması sağlanır.

Malzeme ne kadar yumuşaksa, preslenebilirliği de o derece yüksektir. Preslenebilirlik toz tanelerinin preslemede kendi aralarındaki ve tanelerle kalıp arasındaki sürtünmeye de yakından bağlıdır.

Parçanın teorik yoğunluğu: örneğin Fe için ulaşılan green yoğunluk 6,65 gr/cm³ ise , Fe:7,87 gr/cm³ :

$$(6,65 : 7,87) * 100 = \% 84,5 \rightarrow \% \text{ Teorik yoğunluğu verir.}$$

% 84,5 Dolu

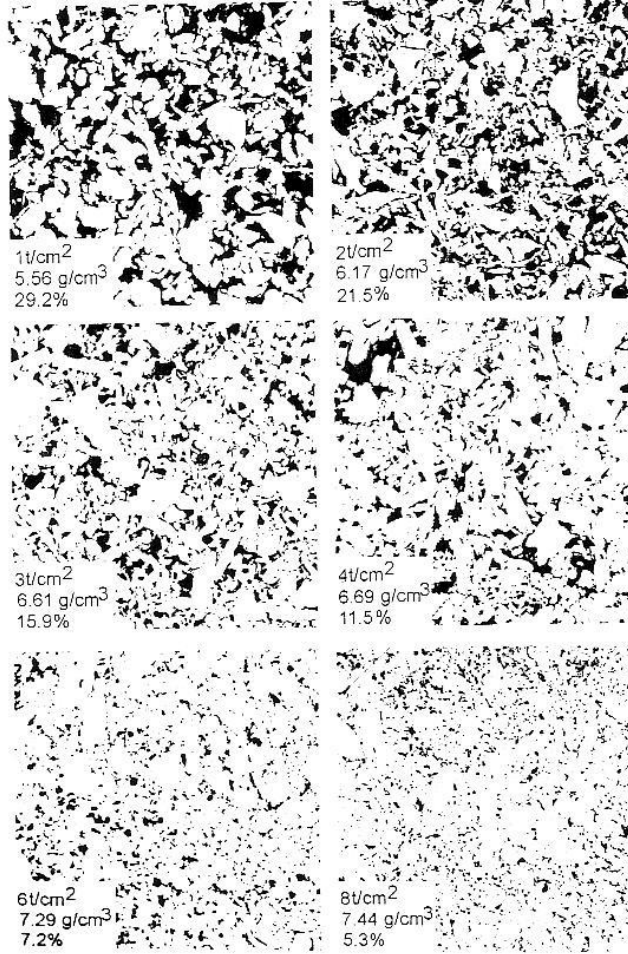
%15,5 Gözenek

DENEYİN ADI: T/M ile Üretilen Parçaların Gözeneklilik Testi

DENEYİN AMACI: Farklı presleme basınçlarındaki gözenek ve yoğunluk ilişkisinin tespiti.

KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Metal tozu, kalıp, pres, zımparalama ve parlatma tertibatı, ışık metal mikroskobu,

TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI:



Şekil 3. İzostatik Olarak Preslenmiş Numunelerin Mikroyapıları

Bu mikro yapılardan aşağıdaki bilgiler göze çarpmıştır:

- 5,56 g/cm³ (29,2 % porozite) yoğunlukta; çok sayıda gözenek halen en büyük toz partikülleriyle yaklaşık olarak aynı boyuttadır.
- 6,175 g/cm³ (21,5 % porozite) üzerindeki yoğunluklarda; birbirlerini o derece bloke etmektedirler ki; partiküllerin yeniden düzene girmesi ve toparlanması, parçacığın şiddetli plastik deformasyonu gerçekleşmeden, tamamen imkânsız gibidir (çok düşük yoğunluklarda da görüldüğü gibi).
- 6,61 g/cm³ (15,9 % porozite) üzerindeki yoğunluklarda arta kalan en büyük gözenekler; en büyük boyutlu toz partiküllerinden çok daha küçüktür ve 7,44 g/cm³ (5,3 % porozite) yoğunlukta, geri kalan tüm gözenekler ilk toz partiküllerinden en küçük tane boyutuna sahip olandan dahi çok daha küçüktürler.



MEM3961 Laboratuvar-I Deney Föyü



- * Basınç ↑ , Yoğunluk ↑ , Gözenek ↓
- * Gözenek ↑ , Yoğunluk ↓
- * Gözenek ↑ , Dayanım ↓
- * Gözenek ↑ , Yağlama yeteneği ↑

Gözeneklilik: Sinter burç, yağ pompası rotoru, dişliler, yatak malzemesi v.b. yerlerde kullanılıyor. (Parça imalatı tamamlandıktan sonra gözenek içindeki tozlar vakumlanır, vakum altında yağ verilir, gözeneklerin içindeki havayı alınarak boşluklara yağ pompalanır)

DENEYİN ADI: Elek Analizi, Boyut Dağılımı ve Ortalama Tane Boyutunun Hesaplanması

DENEYİN AMACI: Farklı boyutlardaki toz partiküllerinin boyutlarına göre sınıflandırılması ve ortalama toz tane boyutunun hesaplanması.

KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Metal tozu, farklı göz açıklığında elekler, terazi.

TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI: Belirli orandaki tozun tane parçacıklarının şekillerine ve ağırlıklarına göre dağılımının hesaplanmasıdır. Bu yöntemde en üstte kalından (büyük gözlerden) inceye doğru alt alta dizilmiş olan eleklerin en üst gözüne kuru (nemsiz) belirli ağırlıkta (100 veya 50 gr'lık tartım) metal tozu konur ve eleklerden belirli süre titreştirilerek her bir elek üzerinde bu süre sonunda kalan taneler hassas olarak tartılır. Aşağıdaki gibi bir çizelge düzenlenir. Elek gözleri ve elek sayısı ile deneyin nasıl yapılacağı standartlarda belirtilmiştir. Eleklerin anti manyetik olması gerekir.

Çizelge 1. Elek Analizi Çizelgesi (örnek)

Elek açıklığı d (mm)	göz	Elek üstü ΔR (% hacim)	Toplam elek üstü miktarı R (%)	Toplam elek altı miktarı D(%)	Her göz için ortalama tane boyutu da (mm)
0.400		0	0	100	0.45
0.315		5.5	5.5	94.5	0.36
0.200		20.5	26.0	74.0	0.26
0.100		42.0	68.0	32.0	0.15
0.063		23.0	91.0	9.0	0.08
0.040		6.6	97.6	2.4	0.05
0.040		2.4	100.0	0.0	0.02

Bu çizelgedeki değerlerden : $d_o = \sum \Delta R * d_a / 100$

d_o : Aritmetik ortalama tane çapı

ΔR : Her bir elek üstündeki miktar, %

R : Elek üstü miktar toplamı, %

da : Her elek için ortalama tane büyüklüğü, mm

D : Elekten geçen miktar, %

Örneğin :

$$d_o = (0 * 0.045) + (5.5 * 0.36) + (20.5 * 0.26) + (42 * 0.15) + (23 * 0.08) + (6.6 * 0.05) + (2.2 * 0.02) / 100 = 0.136 \text{ mm bulunur.}$$

DENEYİN ADI: Presleme

DENEYİN AMACI: Tozların kalıplarda şekillendirilerek farklı basınçlar için basınç-yoğunluk ilişkisinin belirlenmesi.

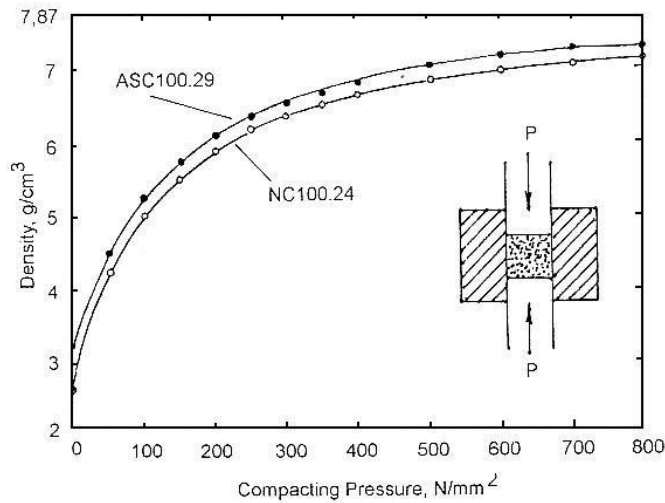
KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Metal tozu, kalıp, pres.

TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI: Toz Metalurjisinde yoğunlaştırma ikinci önemli procestir. Presleme; hazırlanmış metal tozu karışımının önceden belirlenen yoğunluğa ulaşabilmesi için uygun preslerde kalıp ve zımbalar yardımı ile sıkıştırılmasıdır. Pres kalıbı içine doldurulan metal tozunu katı cisim haline getirir. Yüksek bir presleme derecesine ulaşabilmek için iyi şekil alabilir bir toz ve yüksek presleme basınçlarına ihtiyaç vardır. Preslemede ulaşılan yoğunluk toz metalurjisi ile imal edilen parçaların mekanik özelliklerini birinci derecede etkiler.

Presleme yoğunlukla soğuk (oda sıcaklığı) yapılmakla birlikte özel hallerde sıcak olarak da yapılır. Presleme ile metal tozuna, imal edilecek parçanın boyut ve şekline göre istenen düzeyde bir yoğunluk ve mekanik dayanım kazandırılır.

Kalıpta yoğunlaştırma işleminin üç temel aşaması vardır.

1. Kalıp boşluğuna belirlenen miktarda metal tozunun doldurulması,
2. Zımbalar yardımı ile basınçla tozun sıkıştırılması,
3. Şekillendirilmiş parçanın kalıptan çıkarılması.



Şekil 4. İki ticari demir tozu için yoğunluk-basınç ilişkisi



DENEYİN ADI: **Metal Tozlarına Uygulanan Sinterleme Prosesleri**

DENEYİN AMACI: Sinterleme proses koşullarının yapı ve özelliklere etkisi

KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: T/M ile üretilmiş numune, atmosfer kontrollü fırın.

TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI: Sinterleme; preslenmiş toz malzemenin şeklini bozmadan yapılan ısı işlemidir. Preste şekil verilmiş toz bu haliyle kullanılmaya elverişli değildir. Ancak sinterlemeyle gerekli dayanım artışı sağlanır. Bu işlemde belirli sıcaklık ve sürede toz taneleri arasında difüzyon meydana gelir ve zayıf mekanik bağlar, kuvvetli mekanik bağlara dönüşürler.

Sinterleme sıcaklığı ve süresi; sinterlemede parçalardan istenen özelliklere uygun bir sinterleme sıcaklığı ve süresi saptanmalıdır. Parçalardaki düşük yoğunluk ve dayanımın esas nedeni çok düşük sinterleme sıcaklığı ve süresidir. Sinterleme sıcaklığı tozun ergime sıcaklığına mümkün olduğu kadar yakın olmalıdır.

Çizel.2 : Bazı metal ve alaşımların sinterleme sıcaklık ve süreleri

Toz Malzemesi	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Sıcaklığında Bekleme Süresi(dk)
Bronzlar	760-871-820	10-20
Pirinçler	843-898	10-45
Bakır	843-898	12-45
Çelik, C'lu çelikler	1010-1148	8-45
Paslanmaz çelikler	1033-1287	30-60
Fe (ferrit)	1204-1482	10-600
Nikel	1010-1148	30-45
Alnico magnetler	1204-1301	120-150
Tungsten karbürler	1426-1482	20-30
Molibden	2054	120
Tungsten	2343	480

KAYNAKLAR:

- Höganäs Handbook For Sintered Components, 1997.
- Powder Metallurgy Science, Randall M. GERMAN, 1994.
- ASM Handbook Volume 7, Powder Metallurgy, 1993.
- Toz Metalürjisi Ders Notları, Adem BAKKALOĞLU, 2007.
- Toz Metalürjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Randall M. GERMAN, 2007



6. HİDROMETALURJİ DENEYİ

1. DENEYİN AMACI

Bakır sülfat ve kalkopirit esaslı bakır cevherinin asitli çözeltilerde bakır çözünürlüğünün ve çözünmeyi etkileyen parametrelerin incelenmesi, çözeltilere geçen bakırın sementasyon işlemiyle çöktürülerek geri kazanımının ve verimi etkileyen parametrelerin belirlenmesi.

2. TEORİK BİLGİLER

Genel olarak hidrometalurjik yöntemler iki aşamada gerçekleşmektedir. Birinci aşama çözeltilere alma aşamasıdır ve cevherdeki minerallerin uygun bir çözücü ile etkileşmesi sonucunda metallerin seçimli olarak çözeltilere alınması işlemidir. İkinci aşama ise çözeltilere alınan metallerin kazanılmasıdır.

Liç işlemi madencilikten metal üretimine kadar geniş bir alanı kapsamaktadır. Liç işleminde kullanılan çözücü; su, asit, baz, tuz veya bunların karışımları olabilmektedir. Liç edilen madde ise cevher, konsantre, serbest metal, sülfür, karbonat, silikat, oksit ve sülfat gibi çeşitli bileşimdeki hammaddeler veya baca tozu, ara ürün ve metal içeren her türlü artık olabilir.

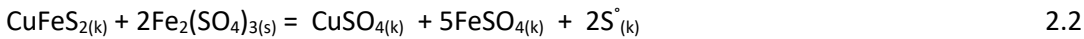
Cevherler, ocak üretimi ile liç işlemi arasında bazı hazırlık işlemlerine tabi tutulabilirler. Liç öncesi yapılan işlemler; kırma-öğütme, zenginleştirme ve kavurmadır. Liç işleminde amaç; seçici çözünme, hızlı çözünme ve toplam çözünme verimini arttırmaktır.

Faydalı mineraller, gang minerallerine oranla seçimli olarak liç edilmelidir. Çünkü seçimli liç ile reaktif harcaması minimuma indirilmekte ve çözeltilerden metallerin kazanılması aşaması için temiz çözeltiler elde edilmektedir. Çözücünün bileşim ve derişimi, çözünme sıcaklığı, çözünme süresi ve pulpta katı oranı liç işleminde kontrol edilmesi gereken başlıca değişkenlerdir.

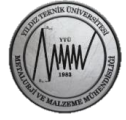
Bakır cevherleri genel olarak uzun yıllardan beri ve çoğunlukla pirometalurjik yöntemlerin kullanılmasıyla işlenmektedir. Ancak son yıllarda pirometalurjik yöntemlerin yerini hidrometalurjik yöntemler almaktadır. Pirometalurjik yöntemler çevreye salınan kükürtdioksit (SO₂) gazlarından, cevherin belli bir konsantrasyona kadar zenginleştirilmesi gerekliliği, bakırla beraber diğer metallerin kazanılmasında büyük kayıpların olmasından ve işletme maliyetlerinin yüksek olması gibi nedenlerle yerini hidrometalurjik yöntemlere bırakmaya başlamıştır. Bu yöntemlerde temel prensip cevher içindeki kıymetli elementi, olabildiğince seçici olan bir reaktif ile çözüdürerek çözeltilere almaktır.

Hidrometalurjik yöntemlerde maden yatağından çıkartılan bakır cevheri kırma ve öğütme işleminden sonra uygun liç çözeltilisiyle çözüdürülmekte ardından elde edilen çözeltilerden metalik bakır üretilmektedir. Bakır cevherlerinin liçinde sülfürik asit, amonyak, amonyum tuzları, klorür-sülfat çözeltileri, nitrat çözeltileri ve mikroorganizma bulunan çözeltiler kullanılabilirler.

Bakır cevherleri arasında kalkopirit mineralini içeren cevherler diğerlerine göre çok daha fazla bulunmakta olup hidrometalurjik yöntemler üzerinde yapılan araştırma ve çalışmalar çoğunlukla bu tip cevherler üzerine yoğunlaşmıştır. Kalkopiritin sülfürik asitle liçinde oluşan reaksiyonlar aşağıda verilmiştir:



Liç işlemi öncesi yapılan kavurma işlemlerinde pirometalurjik yöntemlerde olduğu gibi ekonomik ve çevresel açıdan bir takım zorluklar vardır. Bu zorluklar özellikle sülfürlü cevherler belli bir tane boyutuna getirildikten



sonra doğrudan liç işlemi uygulanarak ortadan kaldırılabilir. Ancak doğrudan liç yöntemleri oksitli cevherlere rahatlıkla uygulanabilirken, sülfürlü cevherler için atmosferik şartlarda kuvvetli oksidan ortamlar veya otoklavlarda yüksek sıcaklık ile yüksek oksijen basıncına ihtiyaç olmaktadır.

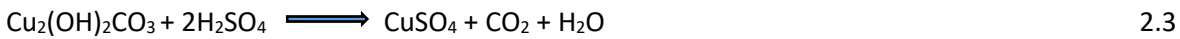
Liç işlemi uygulamaları:

1. Yerinde (In-Situ) Liç: Patlayıcı maddeler kullanılarak yerinde kırılmış cevherin üzerine liç çözeltisi beslenir. Ucuz yatırım ve işletme maliyeti bu uygulamanın avantajlarıdır (Örnek; ekstraksiyon, taşıma ve katı-sıvı ayırımı gerektirmez). Uygulamada bu avantajları içermesine karşın yerinde liç, uygun jeolojik koşulların sağlanmış olmasını gerektirir ve ayrıca liç ürünleri seçimli değildir, bu da fazla miktarda çözücü tüketilmesine neden olur. Tepkimeler yavaştır ve çok düşük oranlarda metalik değerler çözündürülür,

2. Yığma ya da Yığın (Heap) Liçi: Liç çözeltisi, kırılmış ve sağlam bir zemin üzerine yığılmış cevherin üzerine beslenir, yığının içinden süzülen çözeltiler havuzlarda toplanır. Yığın liçinde, yerinde liç de olduğu gibi yatırım ve işletme giderleri düşüktür. Katı-sıvı ayırımı gerekli değildir. Ayrıca, devreye tekrar beslenmeleri nedeniyle metal yüklü liç çözeltilerinden faydalı minerallerin büyük bir kısmı çözünebilir. Diğer taraftan yığın liçinin metalurjik artıklara uygulanması durumunda, artıklar ancak ön cevher zenginleştirme işlemlerine tabi tutularak değerlendirilebilir.

3. Tank Liçi: Hammadde, kırma ve öğütme gibi ön hazırlıklardan geçirildikten sonra tankta liç işlemine tabi tutulur. Ön hazırlıklar ve hammadde maliyeti yüksektir. Ayrıca, liç tanklarının yatırım ve işletme maliyetleri diğer liç uygulamalarına göre yüksektir. Ancak, tank liçinde tepkime koşullarının kontrol altında tutulabilmesi en büyük avantajı oluşturmaktadır.

Oksitli Bakır Cevherlerinin Liçi: Oksitli bakır cevherlerinden bakır üretimi, asidik karakterli oksitli bakır cevherleri için sülfürik asit; bazik karakterli oksitli bakır cevherleri için amonyum hidroksit+amonyum karbonat liçi ile yapılmaktadır. Oksitli-sülfürlü bakır cevherlerinden ise flotasyon+liç işlemi ile bakır kazanılmaktadır. Örneğin; malakit, sülfürik asitte aşağıdaki tepkimeye göre çözünür:



Asit liçi uygulamalarında çözeltilere alınan bakır, sementasyon-elektroliz veya solvent ekstraksiyon-elektroliz yöntemlerinden biri ile değerlendirilir.

Çözünme Mekanizmaları

Liç işlemlerinde tepkime hızı; tepkimeye giren ya da tepkime ürünleri derişiminin zamana göre nasıl değiştiğini gösterir. Bilindiği gibi liç işlemlerinde çözünme hızı genellikle zamanla azalmaktadır. Bu durum; tepkime süresi ilerledikçe tepkimenin meydana geldiği yüzey alanının küçülmesi, çözücü derişiminin azalması veya yüzeyde koruyucu bir tabakanın oluşması (pasivasyon) nedeniyle meydana gelmektedir. Çözünme hızı aynı zamanda doğrudan aktivasyon enerjisine bağlıdır. Liç işlemlerinde aktivasyon enerjisinin büyüklüğü çözünme olayının zorluğunu gösterir. Yani zor çözünen mineral yüksek aktivasyon enerjisine sahip olmaktadır.

Liç işlemini Etkileyen Faktörler

Hidrometalurjik işlemlerin birçoğu heterojen reaksiyonlardan ibarettir (birden fazla faz arasındaki reaksiyon tipi). Bu reaksiyonların hızı öncelikle liç sisteminin hidrodinamiğine (karıştırma ve difüzyon gibi) ve sistemde mevcut bileşenlerin kimyasal etkileşimlerine bağlıdır. Açık bir ifade ile herhangi bir cevherin sulu bir ortamda liçi aşağıdaki faktörlerin etkisi altındadır:

1. Cevherin tane boyutu



2. Cevherin bileşimi
3. Çözücünün bileşimi ve derişimi
4. Çözücü ile cevherin temas süresi
5. Liç sıcaklığı

2.2. Sementasyon

Çözeltilerde bulunan herhangi bir metal iyonunun, (metallerin EMF serisinde gösterilen değerlere göre) kendisinden daha negatif elektrot potansiyeline sahip bir başka metalin (granül, levha, toz, hurda halinde) söz konusu çözeltiliye ilavesi ile metalik hale redüklenmesi işlemine “sementasyon” denir. Sementasyon esasında elektrokimyasal bir yer deęiştirme reaksiyonudur. Sementasyon işlemi ya bir metalin üretimi ya da bir elektrolitin emprütelerinden arındırılması amacıyla uygulanır. Cu üretimi örnek alındığında sementasyon işlemi fakir çözeltilerin deęerlendirilmesinde söz konusu olur. Bakırın sementasyon işleminde oluşan reaksiyonlar:

1. Anodik yarım hücre reaksiyonu ile Zn^{2+} iyonlarının oluşumu:



2. Katodik yarım hücre reaksiyonu ile metalik Cu bakır oluşumu:



3. Toplam hücre reaksiyonu:



şeklindedir. Sementasyon uygulanan çözeltilerin pH değeri son derece önemlidir. Asidik ortamlarda hidrojen iyonu konsantrasyonu yüksek olduğundan:



reaksiyonu uyarınca gelişmekte olan ikincil reaksiyon etkin duruma geçer. Böylece gereksiz yere sementatör tüketimi artar. Sementasyon yapılırken çözeltiler ya karıştırılmaz ya da çözeltilerin havalanmasına yol açmayacak kadar ağır devirde karıştırma yapılır. Şiddetli karıştırma nedeniyle sementasyon çözeltilerinin fazla miktarda çözünmüş oksijen içermesi durumunda metalik Zn ve Cu, çözünmüş oksijenin redüklenmesi sonucu iyonik duruma geçmektedir.

Anodik reaksiyon:



Katodik reaksiyon:



Reaction	$E^0, V(SHE)$	
$Au^{+++} + 3e = Au$	+1.42	Noble ↑
$Pt^{++} + 2e = Pt$	+ 1.2	
$O_2 + 4H^+ + 4e = 2H_2O$	+1.23	
$Pd^{++} + 2e = Pd$	+0.83	
$Ag^+ + e = Ag$	+0.799	
$O_2 + 2H_2O + 4e = 4OH^-$	+0.401	Reference
$Cu^{++} + 2e = Cu$	+0.34	
$Sn^{+++} + 2e = Sn^{++}$	+0.154	
$2H^+ + 2e = H_2$	0.00	
$Pb^{++} + 2e = Pb$	-0.126	
$Sn^{++} + 2e = Sn$	-0.140	
$Ni^{++} + 2e = Ni$	-0.23	
$Co^{++} + 2e = Co$	-0.27	
$Cd^{++} + 2e = Cd$	-0.402	
$Fe^{++} + 2e = Fe$	-0.44	
$Cr^{+++} + 3e = Cr$	-0.71	Active ↓
$Zn^{++} + 2e = Zn$	-0.763	
$Al^{+++} + 3e = Al$	-1.66	
$Mg^{++} + 2e = Mg$	-2.38	
$Na^+ + e = Na$	-2.71	
$K^+ + e = K$	-2.92	

Sementasyon Kimyası: Eğer bir demir parçası bakır iyonları içeren sulu bir çözeltiye daldırılırsa, metalik metalik bakır çökmeye meylederken, demir çözeltiye geçme eğilimindedir. Bu reaksiyonun elektrokimyasal potansiyeli sürücü kuvvetidir.



$$E = E_{Cu^{2+}/Cu} - E_{Fe^{2+}/Fe} \quad 2.12$$

$$E_{Cu^{2+}/Cu^0} = E^0_{Cu^{2+}/Cu^0} - \frac{RT}{2F} \ln \frac{1}{a_{Cu^{2+}}} \quad 2.13$$

$$E_{Fe^{2+}/Fe^0} = E^0_{Fe^{2+}/Fe} - \frac{RT}{2F} \ln \frac{1}{a_{Fe^{2+}}} \quad 2.14$$

T; sıcaklık (K), F; Faraday sabiti (96500 culomb/g), R; Gaz sabiti (8,31 Joule).

$$E = E^0_{Cu^{2+}/Cu^0} - E^0_{Fe^{2+}/Fe} - \frac{RT}{2F} \ln \frac{a_{Fe^{2+}}}{a_{Cu^{2+}}} \quad 2.15$$



Bakırın standart redüklenme potansiyeli bakır ve demir için sırası ile +0,34 ve -0,44 voltur. Bu değerleri (2.13) te yerine koyarsak

$$E = 0,78 - \frac{RT}{2F} \ln \frac{a_{Fe^{2+}}}{a_{Cu^{2+}}} \quad 2.16$$

formülü elde edilir. (2.10) nolu reaksiyon E sıfıra yaklaşıncaya kadar devam edecektir. Bu şartlar iyon konsantrasyonlarının dengeye geldiği şartlar olarak belirir. İyonik denge oranı $a_{Fe^{2+}}/a_{Cu^{2+}}$ 25°C'de 10^{25} 'dir. Çok büyük olan bu oran 1 nolu reaksiyonun tamamen sağa yöneleceğini göstermektedir. 1 nolu denkleme göre 1 mol demir (55,85 gr) 1 mol bakırı (63,54 gr) sement eder, bu değer 1 kg Cu başına kg demir olarak belirlidir. Endüstriyel uygulamalarda 1,5-2,5 Kg demir aşağıdaki yan reaksiyonlardan dolayı gerekmektedir.



Havanın oksijeni doğrudan +2 değerlikli demiri oksitleyerek (2.14) nolu reaksiyona göre metalik demirin harcanmasına sebep olur. Sementasyon işleminde metallerin seçimi EMF serisine göre yapılır.

3. DENEYDE KULLANILAN MALZEME VE CİHAZLAR

1. Kalkopirit cevheri
2. Bakırsülfat
3. Asit
4. Saf su
5. Hassas terazi
6. Isıtıcıli Manyetik Karıştırıcı
7. Pipet, piset, beher, huni, filtre kağıdı

4. DENEYİN YAPILIŞI

1. 10 gr/500 ml kalkopirit konsantresi ile 50°C'de liç işlemi gerçekleştirilir.
2. Çözeltiyeye geçen Cu miktarı Atomik Absorbsiyon Spektrometresi ile analiz edilir.
3. Verim değerinin yüksek ya da düşük olma gerekçesi tartışılır.
4. Sementasyon işlemi için 5 gr/200 ml bakır sülfat ($CuSO_4$) çözeltisi hazırlanır pH=3 ve pH=5 olarak ayarlanır ve stokiyometrinin 1.5 katı Zn ve Fe semantatör ile sementasyon yapılır.
5. Her bir deney grubu için bakır kazanma verimi hesaplanır.
6. Elde edilen tüm sonuçlar yorumlanır.

Liç İşlemine Ait Hesaplamalar:

$$\% \text{ Liç Verimi} = [\text{Çözeltiyeye geçen Cu miktarı (mg/L)} / \text{Numunedeki Cu miktarı (mg/L)}] \times 100$$

Sementasyon İşlemine Ait Hesaplamalar:

$$\% \text{ Sementasyon verimi} = [\text{Çöken bakır miktarı (g/l)} / \text{Çözeltide başlangıçtaki bakır miktarı (g/l)}] \times 100$$

formülünden hesaplanır.



5. İSTENENLER VE ÖDEVLER

1. 5 gr/200 ml CuSO_4 içeren konsantre çözeltisi ile yapılan deney sonuçlarında elde edilen çözeltilerin Fe ve Zn tozu ile çöktürüldükten ve filtre edildikten sonraki Cu analizi sonuçlarını kullanarak çöktürülen bakır verimini hesaplayınız.
2. Çökme verimleri ile pH değerleri arasındaki ilişkiyi gerekçeleriyle yorumlayarak açıklayınız.
3. Hangi sementatör kullanımında semantasyon verimi daha yüksek olmuştur; gerekçeleri ile birlikte açıklayınız.
4. Kalkopirit konsantresinden yapılan liç işlemi verimini hesaplayınız ve sonucu yorumlayınız.

Ödev: Atomik Absorbsiyon Cihazının çalışma prensibini açıklayınız.

6. KAYNAKLAR

1. Aydoğan, S. (2000) ,”Hafif Madentepe Bakır Cüruflarının Sülfürik Asit, Asidik Ferik Sülfat ve Amonyak Liçi Koşullarının Belirlenmesi”, Doktora Tezi, Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
2. Canbazoğlu, M. (1979), "Hidrometalurjide Yeni Gelişmeler", TMMOB Maden Müh. Odası, Madencilik, 21-38.
3. Canbazoğlu, M. (1979), "Sülfürlü Cevherlerin Hidrometalurjik Yöntemlerle Değerlendirilmesi" TMMOB.Maden Müh.Odası, Madencilik Dergisi, 9-20.
4. Canbazoğlu, M. (1986), "Hidrometalurji", TMMOB Maden Müh. Odası, Madencilik, 39-52.
5. Venkatachalam, S (1991), “Treatment of Chalcopyrite Concentrates by Hydrometallurgical Techniques”, Mineral Engineering, 4(7-11), 1115-1126.
6. Bor, F.Y., 1989, “Ekstraktif Metalurji Prensipleri Kısım:II”, İTÜ Matbaası, İstanbul.
7. Habashi, F., Principle of Extractive Metallurgy, Volume 2, Science Publishers, Paris, 1980.

7. ISIL İŞLEM DENEYİ

DENEYİN AMACI:

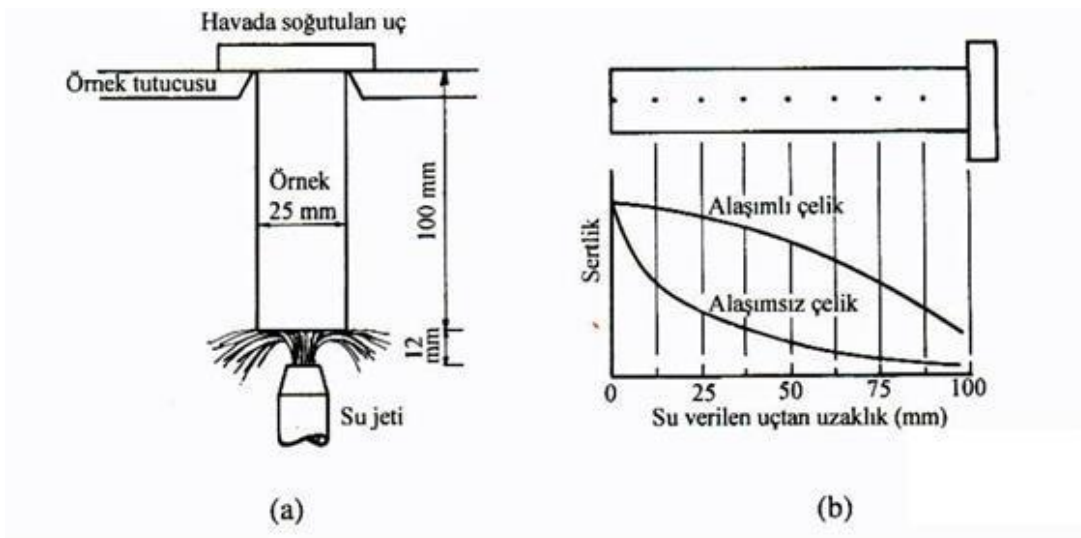
Jominy deneyi vasıtasıyla, incelenen çelik alaşımının su verme davranışı belirlenmektedir. Bunlardan ilki, su verme sonrası elde edilebilecek maksimum sertlik değeri olup, ikincisi ise, sertleşme derinliğidir (sertleşme kabiliyeti).

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 ısıtım 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 denilir. Çeliklerin yüzeyden derinlere kadar martenzite dönüştürülebilmeye yatkınlığı, malzemenin sertleşebilirliği olarak adlandırılır. Malzemede derinlerde martenzit elde edilebildikçe, o malzemenin sertleşebilirliğinin yüksek olduğundan söz edilebilir.

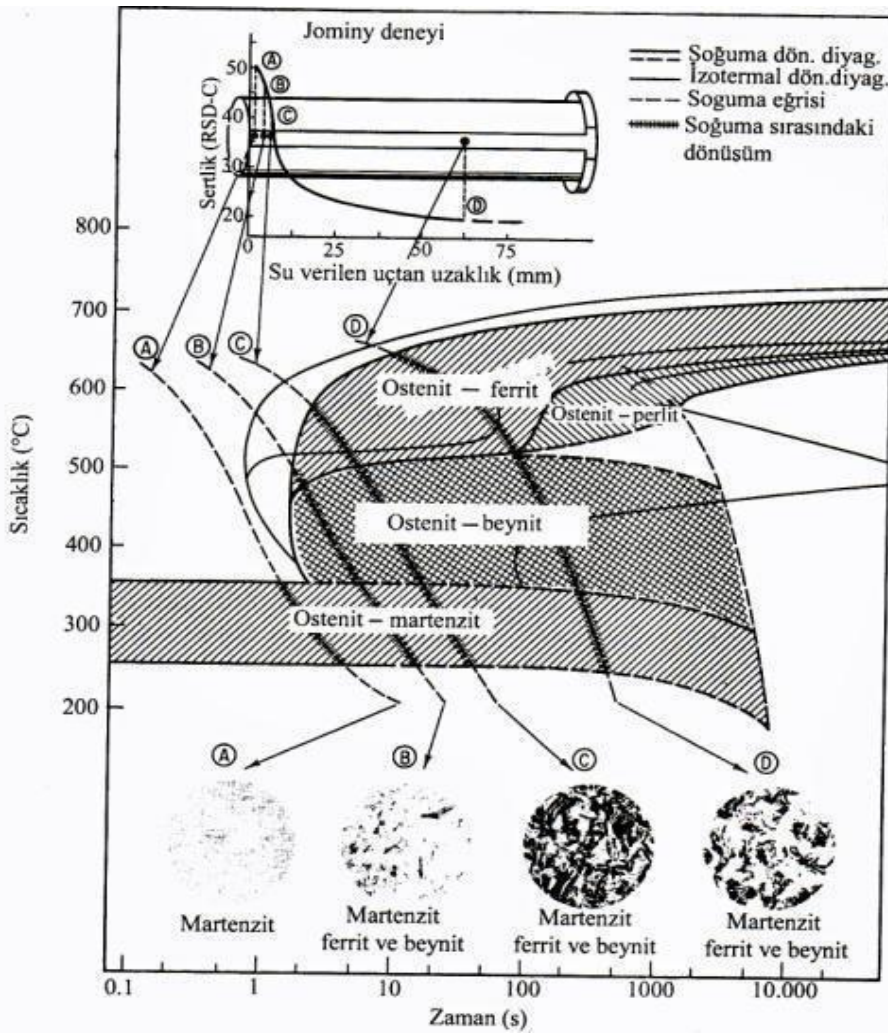
ASTM, SAE ve AISI tarafından standartlaştırılmış olan bu deney için çapı 25 mm ve uzunluğu 100 mm olan silindirik çubuk biçimindeki bir numune, östenitleştirme sıcaklığına ısıtılarak tavlınır. Fırından alınan numuneye, bir ucundan, özel bir su püskürtme aletiyle su verilir. Su vermek için kullanılan 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.



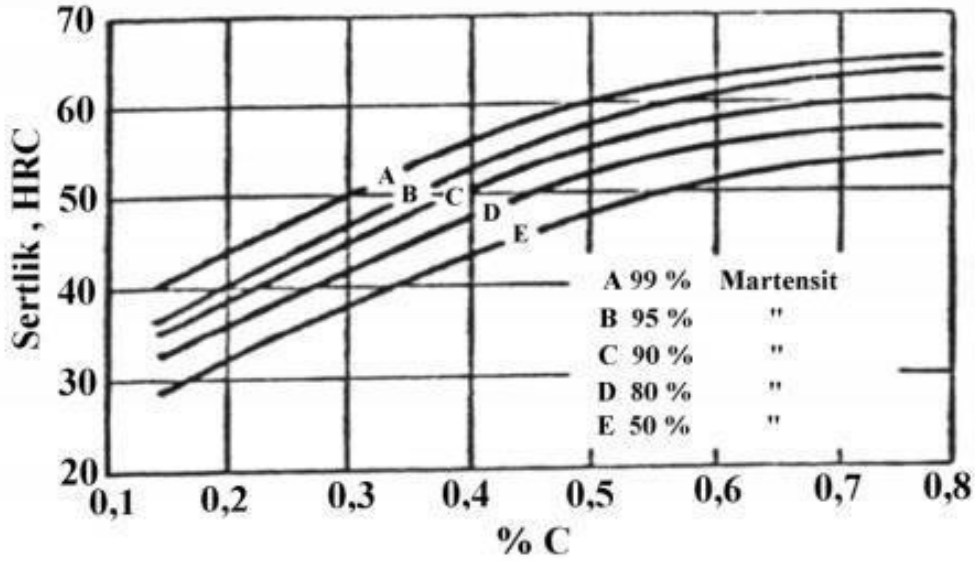
Şekil 1 Jominy deneyi: (a) Deneyin yapılışı, (b) alaşımlı ve alaşımsız çeliklerin sertliklerinin su verilen uçtan mesafeye bağlı olarak değişimini gösteren eğriler

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 beyrit 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 beyrit 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.



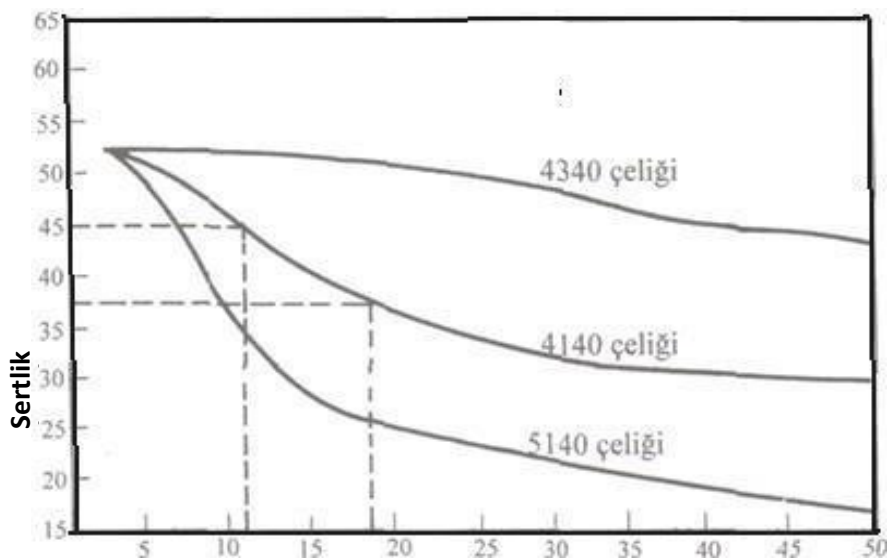
Şekil 2. AISI 8630 çeliği için Jominy deneyinden elde edilen verilerle CCT ve TTT (zaman-sıcaklık-dönüşüm) arasındaki ilişkilerin gösterimi



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 yapıdaki 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 yeteneđi ya istenilen mesafedeki maksimum ve minimum sertlik deđerlerine ya da istenilen sertliğe karşı gelen maksimum ve minimum mesafeye göre belirlenir. Bu derinlik, martenzit miktarının yüzeyden itibaren yarıya indiđi ya da % 50 martensit ve beynitin var olduđu mesafe olarak ifade edilmektedir. Yüksek sertleşebilirliğe sahip bir çeliđin karakteristik özelliđi, yüksek sertleşme derinliğii göstermesi veya büyük parçalar halindeyken bile tam olarak sertleşebilmesidir. Sertleşebilirlik ile sertlik farklı kavramlardır. Maksimum sertlik, çeliđin karbon miktarına bađlıdır. Sertleşebilirlik ise çeliđin kimyasal bileşimine (karbon ve alaşım elementleri) ve su verme sırasında östenit tane boyutuna bađlıdır. Çelik parçanın boyutları arttığı zaman sođuma hızı düşer ve çekirdek sertliğii, ferrit ve perlit gibi fazların oluşumuna bađlı olarak azalır. Sođuma eğrisi, kritik sođuma hızının sađına kaydığında ise yüzey sertliğinde de azalma olur. Temel sertleşebilirlik verileri çelik tüketicileri ve ısıl işlemler için önemlidir. Bu nedenle sertleşebilirliđin saptanabileceđi çok sayıda basit yöntem geliştirilmiştir. Bunlardan biri Grossman sertleşebilirlik deneyi diđeri 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 sertleşebilirliğii en fazla C, B, Cr, Mn, Mo, Si ve Ni etkiler. Karbon, martenzitin sertliğii kontrol eder. Çelikte % 0,6'ya kadar C içeriđi arttığında çeliđin sertliğii artar. Daha yüksek seviyelerdeki karbon içeriđi olduđu durumda, östenitten martenzite dönüşüm tamamlanamaz. Bu da yapıda kalıntı östenit bulunmasına sebep olur. Bu durumda yapıda martenzitin yanında östenit bulunacađından 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 çeliđe 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 sertleşebilirliğii 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 sađlar ve faz dönüşümü gecikir. Bu yüzden östenitleme sıcaklığı yüksek seçilerek tane boyutunun büyük olması sađlanabilir. 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 deđerinin elde edilebileceđi mesafe) kıyaslamak için kullanılır. Örneđin, bir tasarımda yüzeyin altından 2 mm mesafede sertlik deđerinin 40 HRC olduđu bir çelik kullanılmak istendiğinde, farklı çeliklerin Jominy eğrileri çıkarılarak istenen mesafe-sertlik deđerini veren çelik seçilebilir.

Sertleşebilirlik, sođutma ortamına olduđu kadar malzemenin çapına ya da kesit kalınlığına da bađlıdır. Dolayısıyla, aynı sınıf çeliđe ait farklı çaplarda hazırlanmış deney numuneleri kullanılarak, numune çapı-Jominy mesafesi-sertlik arasındaki ilişkinin belirlenmesi de mümkündür. Örneđin, 39 mm çapındaki bir numunenin merkezindeki sertliğii, 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 eşdeđer sođuma (sođuma hızını) mesafelerinin (merkezde, 10 mm ve 2 mm derinlikteki) aynı olması gereklidir. Böyle bir durumun geçerli olabilmesi için, dođal olarak tüm numunelerin aynı ortamda sertleştirilmiş olması zorunludur. Jominy deneyi ile bir çelik için elde edilebilecek maksimum sertlik deđerii ve sertleşme kabiliyeti (derinliğii) sayısal olarak belirlenebilir. Çapa bađlı olarak su verme ortamındaki sođuma hızlarının bilinmesi



durumunda, malzemeye ait Jominy eğrileri kullanılarak parçanın farklı derinliklerde alacağı sertlik değerleri de saptanabilir.

DENEY MALZEMESİ ve EKİPMANLAR

- Sertleşebilir alüminyum alaşımından yapılmış numuneler,
- Solüsyona alma işlemi için 700oC'ye ısıtılabilen bir fırın,
- Ani soğutma ortamı.
- Yaşlanma işlemi için 300oC'ye ısıtılabilen bir etüv,
- Brinell veya Vickers sertlik ölçme aleti,

ÇÖKELTİ SERTLEŞMESİ DENEYİNİN YAPILIŞI

Deney malzemesi olarak AlMgSi ve AlCuMg gibi sertleşebilir alaşımlardan üretilmiş numuneler kullanılabilir. Deney malzemesinin kalınlığı en az 2 mm olmalıdır. Deneyin yapılışı örnek olarak %4Cu, %0,8Mg, %0,5Mn içeren AlCuMg alaşımı için açıklanabilir. Solüsyona alma işlemi 500oC'lik bir fırında yaklaşık 30 dakika süre ile gerçekleştirilir. Solüsyona alma işleminden sonra numuneler fırından mümkün olduğunca çabuk alınarak derhal soğuk suya daldırılarak ani soğutma yapılırlar.

Çökelme sertleşmesi alüminyum alaşımlarında ani soğutmadan hemen sonra başladığı için ilk 15 dakika içerisinde yapılmalıdır. Yaşlanma işlemi için üç sıcaklık seçilir: oda sıcaklığı, 150 oC ve 250 oC. Oda sıcaklığındaki yaşlanma (doğal yaşlanma) çok yavaş seyredir. Çoğu zaman sertlik artışı birkaç saat sonra başlar ve belirli aralıklarla birkaç hafta sürdürülür.

Her iki sıcaklıkta yapılan suni yaşlanmada sertlik ölçmeleri kısa aralıklarla yapılır. Örneğin, 150 oC için ½, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 10 saat sonra ve 250 oC için ¼, ¾, 1,5, 2,5, 3,5, 5 saat sonra sertlik ölçümü yapılır.

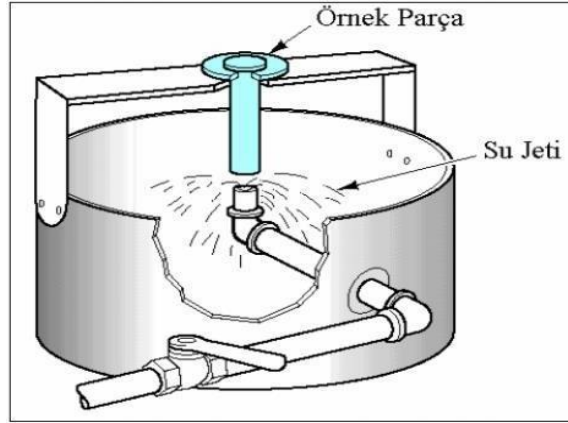
Suni yaşlanma için sıcaklığı ayarlanabilir etüv kullanılır. Sertliklerin ölçülmesi için parçalar kısa süre etüvden alınıp derhal suda soğutulur. Etüv dışında geçen süre sonucu etkileyeceğinden sertlik ölçme işlemleri hemen yapılmalıdır.

Alüminyum alaşımlarında 150oC'deki yaşlanma işleminde birkaç saat boyunca sabit kalabilen sertlik değerleri görülebilir. Ancak işlem devam ettiğinde tekrar sertlik artışı görülür. Suni yaşlanmada (doğal yaşlanmada da olabilir) önce Guinier-Preston bölgelerinin oluştuğu ve devam eden yaşlanmada stabil olmayan intermetalik fazının oluşmasıdır.

Deney esnasında sertlik yükselişinde düzensizlikler ve geniş dağılımlar görülebilir. Bunun sebebi, deneylerin dikkatli yapılmayışı ve deney malzemesindeki homojensizlikler olabilir. Bu nedenle, deney numunesi sayısı mümkün olduğunca fazla olmalıdır.

JOMINY DENEYİNİN 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:

Çökelti Sertleşmesi Deneyi

Deney sonrası hazırlanacak olan raporda, genel açıklamaların dışında şu bilgiler bulunmalıdır:

1. Test edilen malzemenin türü
2. Test edilen malzemenin boyutları ve teknik resmi
3. Deneyde kullanılan donanımlar hakkında kısa tanıtıcı bilgi
4. Deneylerin uygulandığı koşullar ve deneyin seyri
5. Deneyde bulunan sonuçlar (diyagram, cetvel, açıklama)

Deney esnasında genel kurallardan sapmalar var ise nedenleri ve sonuca etkiler

Jominy Deneyi

-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 alaşımlı çeliklere Jominy deneyi neden uygulanmamaktadır? Açıklayın.



8. SERAMİK DENEYİ

Deneyin Amacı

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

Teorik Kısım

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 (mobilite) 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.



Deflokülanlar

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

Deflokülanların 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, deflokülanların etkileri yukarıda bahsedilen mekanizmalarla oluşmaktadır. Mekanizmalar, organik veya inorganik olabilen deflokülanın doğasına bağlı değildir.

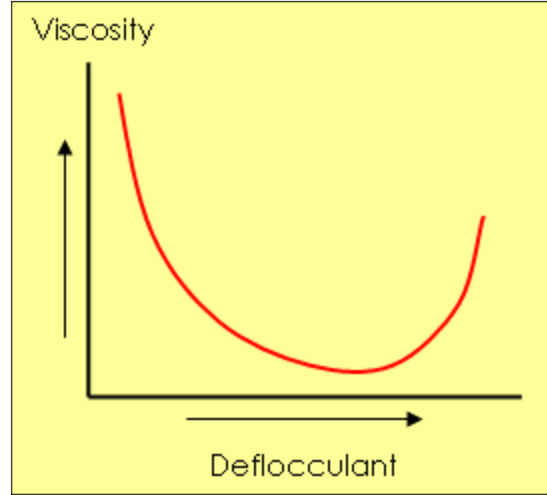
DeneySEL Bölüm

Gerekli Aletler

Değirmen, Viskozimetre, Karıştırıcı, Piknometre, Elek, Tartı Aleti.

Deneyin Uygulanması

Öncelikle, hammaddeler kompozisyona göre tartılır ve karıştırılır. Daha sonra karışıma, gerekli miktarda su ve deflokülan 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. 1-2 Poise (yer karoları için gerekli değer) arasındaki viskozitenin olması gerekmektedir. Eğer bu değer yakalanmamışsa, viskozite değerini sabitlemek için çamura deflokülan ilavesi yapılır. Eklenen deflokülan 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 1-2 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 1-2 Poise arasında stabil hale geldikten, deflokülanın eklenmesi durdurulur. Çamur nihai viskozitesine ulaştığı zaman, eklenen deflokülan, çamura daha fazla miktarda deflokülan ilave edilene kadar viskoziteyi etkilemez. Bu yüksek miktarda eklenen deflokülan, beklendiği gibi davranmaz ve çamurun viskozitesini artırır. Dolayısıyla, viskozitenin ulaşılan değerinin kanıtı stabilize ve takibinde eklenen deflokülan 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

9. MALZEMELERİN OPTİK ÖZELLİKLERİ

1. BÖLÜM: MALZEMELERİN OPTİK ÖZELLİKLERİ

1.1. DENEYİN AMACI

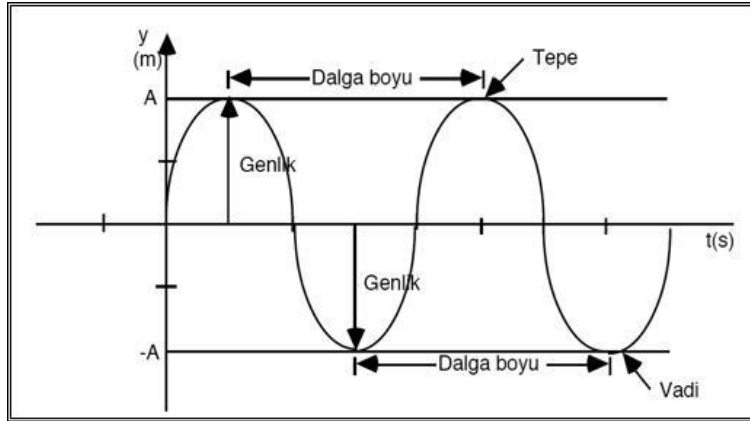
Bu deneyin amacı;

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

1.2. TEORİK BİLGİLER

Işık elektromanyetik ışımaya enerjisidir. Işık aynı anda hem dalga hem de parçacık özellikleri gösterir. Dalga teorisine göre elektromanyetik ışımaya 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;

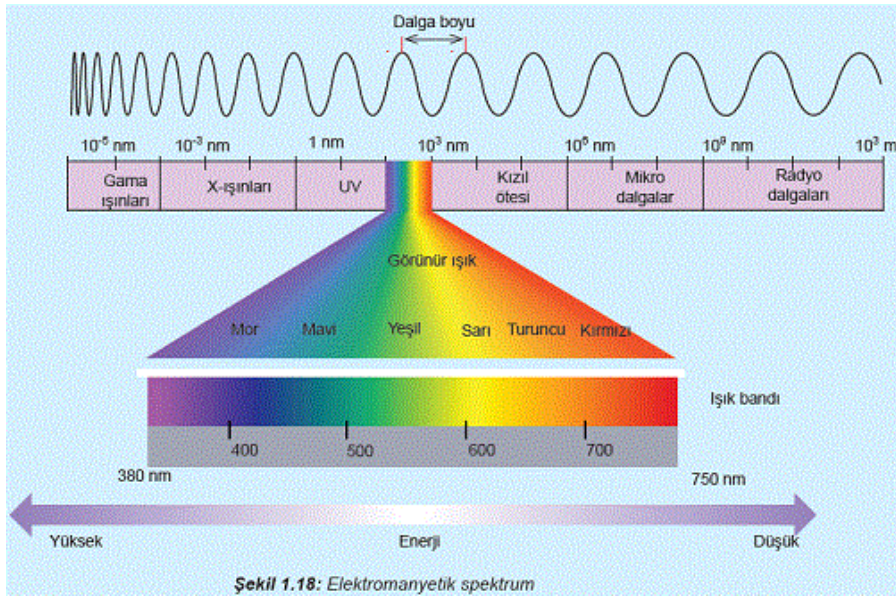
$$c = \lambda \cdot \nu$$

Işının 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 nesnelere 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, ışınlım, fosforesans, renk gibi farklı şekillerde algılar. Elektromanyetik radyasyon tayfının büyük kısmı insanlar tarafından görülememektedir. Tayfın görebildiğimiz ve farklı renkler şeklinde algıladığımız kısmına görünür ışık denir. Bu bandın dalga boyu, şekilde de görüldüğü gibi 800-400 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.

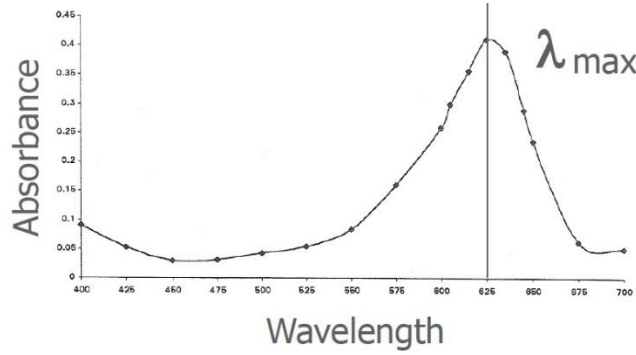
Bir cisimle etkileşen ışığın görünür bölgedeki tüm dalga boyları cisim tarafından soğurulursa bu cisim gözümüze siyah olarak görünür. Bunun tam tersi olarak görünür bölgedeki tüm dalga boylarını yansıtırsa cisim beyaz olarak görünecektir. Görünür ışığın tamamı geçirmesi durumunda ise cisim şeffaf görür.



Şekil 1.2: Elektromanyetik tayf ve görünür ışık bantı.

Bir cisim görünür bölgedeki bazı dalgaları soğuruluyorsa bu cismi yansıttığı ya da geçirdiğı dalgaların birleşiminden oluşan renkte görürüz. Örneğın 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 ışık ışınlarının şiddetini ölçen cihazlardır. Yeni bir numune incelenirken önce bu numunenin soğurma (absorbance) tayfına bakılır. Soğurma tayfı soğurulan ışığın dalga boyuna göre değışimini gösteren soğurma-dalga boyu eğrisidir (Şekil 1.3). Bu eğride en belirgin özellik maksimum soğurmanın gerçekleştiğı 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.

1.3. DENEYDE KULLANILAN MALZEME VE CİHAZLAR

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

1.4. 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.



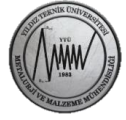
10. Siyah kapağı ve cihazın kapağını kapatarak "Start"a basınız.
11. Tarama tamamlandığında sonuçları kaydetmek için "Yes"e basınız.

1.5. 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?

1.6. 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. Peters, Dennis G.; Hayes, John M.; Heiftje, Gary M. (1974). Separations and Measurements: Theory and Practice of Analytical Chemistry (p. 616). Philadelphia, W. B. Saunders Company.



10. PİROMETALURJİ DENEYİ

1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı, endüstriyel kullanım açısından uygun fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip, konsantre demir cevheri peleti üretimi ve demirli hammaddelerin karbon kullanılarak katı halde redüklenme (karbotermik redüksiyon) davranışlarının termodinamik ve kinetik açıdan incelenmesidir.

2. TEORİK BİLGİLER

Demir çelik sektörü, demir cevherinin yüksek fırınlarda veya hurdanın ark ocaklarında ergitilmesiyle elde edilen slab ve kütüğün farklı işlemlerden geçirilerek istenilen kimyasal ve fiziksel özelliklere sahip mamüller üreten bir sektördür. Nihai çelik ürünlerinin sayısız çeşidi ve kullanım alanı vardır. Değişen tüketici ihtiyaçları, teknolojiye görülen gelişmeler ve rekabet gibi unsurlar demir çelik sektöründeki ürün çeşitliliğini daha da arttırmaktadır. Ağır sanayi sektörlerinden en önemlisi olan demir çelik sektörü; inşaat, altyapı, otomotiv, beyaz eşya ve makine sanayi gibi pek çok önemli endüstriye hammadde sağlamaktadır. Bu nedenle bir ülkenin sanayileşmesi güçlü bir demir çelik sektörüne ve tüketimine sahip olmasıyla doğrudan ilişkilidir [1-3].

Demir çelik ürünleri üretimi için iki farklı yöntem kullanılmaktadır. Bunlar, entegre tesislerde cevherden ve elektrik ark ocaklı tesislerde hurdadan yapılan üretimdir. Entegre tesislerde demir çelik üretim süreci, demir cevherinin sinterleme veya peletleme işlemleri sonucunda hazırlanması ya da parça cevherin doğrudan doğruya yüksek fırına şarjı ile başlamaktadır. Yüksek fırınlarda kok kömürünün yardımı ile cevher indirgenmekte ve sıvı ham demir elde edilmektedir. Elde edilen sıvı ham demir ise bazik oksijen konvertörlerinde çeliğe dönüştürülmektedir. Elektrik ark ocağında ise hurdalar ark ocaklarında ergitilerek istenilen kimyasal bileşimde çelik elde edilmektedir [4-6].

Demir doğada en çok oksit formunda hematit (Fe_2O_3) ve manyetit (Fe_3O_4) şeklinde bulunur. Oksitlerin, yüksek oksijen afinitesine sahip indirgeyicilerle (CO , H_2 , C) yapılarındaki oksijenin uzaklaştırılıp alt oksitlerine ve/veya metalik hale dönüştürülmesine redüksiyon (indirgenme) adı verilir.

Demir oksitlerin redüksiyon işlemi teknolojik olarak iki farklı şekilde yapılmaktadır. Bunlardan ilki, entegre tesislerde çelik üretiminin ilk aşaması olan sıvı ham demir üretiminin gerçekleştirildiği yüksek fırınlarda, demir oksitlerin kokun yanmasıyla oluşan CO_2 gazının Boudouard Reaksiyonu gereğince karbon ile reaksiyonu sonucunda oluşan CO gazı ile indirgenmesidir (indirekt redüksiyon). Yüksek fırında indirgenmenin bir kısmı ise fırının alt bölgelerinde katı karbon ile direkt olarak gerçekleşmektedir (direkt redüksiyon). Yüksek fırınların tüyer bölgesinde sıcaklık $2000\text{ }^{\circ}C$ 'ye kadar çıkmakta ve sonuç ürün olarak sıvı ham demir üretilmektedir. Modern bir yüksek fırının günlük sıvı ham demir üretimi 10.000 ton üzerindedir [4-6].

Diğer redüksiyon yöntemi ise, demir oksitlerin katı veya gaz indirgeyicilerle ergime olmaksızın katı fazda metalik hale dönüştürüldüğü proseslerdir. Doğrudan indirgeme olarak bilinen bu yöntemde sonuç ürün metalizasyon oranı yüksek sünger demirdir (Direct Reduced Iron - Direkt Redüklenmiş Demir). Elektrik ark ocaklarında katma değeri yüksek ürün üretimi için, düşük iz elementi ve bileşim kararlılığından dolayı sünger demir kaliteli hurdaya alternatif bir üründür. Bu yöntem yüksek fırınlar kadar yaygın olmamakla birlikte endüstriyel öneme sahiptir. 2014 yılında dünyada $74,6$ milyon ton sünger demir üretilmiştir.[7,8].

Sünger demir; toz, parça ya da pelet halindeki demir cevherinin gaz ya da katı redükleyici kullanılarak ergime sıcaklığının altında ($950C - 1100C$ 'de) redüklenmesi sonucu elde edilen ürünün adıdır. Elde edilen bu ürün,



yüksek oranda metalik demir içermesinin yanında, indirgenmemiş demir oksitler ile bir miktar karbon ve cevherden gelen gang bileşenlerini taşımaktadır. Sünger demirin;

- toplam demir içeriği genellikle %85'in üzerindedir,
- metalizasyon derecesi % 90-95 arasında değişir,
- karbon içeriği % 1-2,5 arasındadır,
- gang içeriği % 2-4 arasında değişir,
- kükürt oranı kükürtsüz gazla çalışan proseslerde %0,005'ten küçük, kükürt içeren kömür ve kireçtaşı kullanan proseslerde yaklaşık %0,02'dir,
- görünür yoğunluğu $\leq 4 \text{ g/cm}^3$ kadardır.

Sünger demirin, ortam koşullarına dayanacak şekilde stoklanmasına ve ark ocağına daha kolay şarj edilmesine imkan sağlayan HBI (Hot Briquetted Iron-Sıcak Briketlenmiş Demir), pelet ve parça sünger demirin yüksek basınç altında 650 oC'den yüksek sıcaklıkta sıkıştırılmasıyla üretilir [9].

Alternatif demir çelik üretiminin temelini, yüksek fırının üst tarafında gerçekleşen zayıf ısı veren reaksiyonlardan oluşan katı ön indirgeme ile demir cevherinden sünger demir üretimi oluşturmaktadır [9].

Sünger demir üretiminde hammadde olarak demir cevheri peleti kullanımına sıkça rastlanmaktadır. Demir cevheri peletleri, aglomerasyon ve sertleştirme yoluyla demir yönünden zengin ince taneli mineraller olarak elde edilen endüstriyel şarj malzemeleridir. Demir peleti diğer şarj elemanlarından (demir cevheri parçaları ve sinter cevher) daha yüksek maliyete sahiptir. Bu dezavantajına rağmen sahip olduğu özellikler sayesinde yüksek fırının vazgeçilmez girdilerinden biridir. Peletlerin yüksek fırın için ideale yakın şarj malzemesi olmasının nedenleri aşağıdaki gibi özetlenebilir:

- yüksek demir içerikleri (% 65-67 Fe),
- yüksek dayanım ve taşınabilme olanakları sayesinde ufalanıp toz cevher haline dönmeme konusunda üstün dirençleri,
- birbirine yakın boyutlarda olmaları nedeniyle iyi gaz geçirgenlikleri ve düzgün gaz dağılımı,
- yüksek porozitelerinden dolayı iyi redüklenebilme özellikleri.

İstenilen özellikleri sağlamak koşuluyla yüksek fırında pelet kullanılması, kok tüketiminin azaltılması, cüruf miktarının azalması, üretim hızının artışı gibi olumlu sonuçların alınmasını sağlamaktadır [9].

Pelet Üretimi

Pelet üretiminde kullanılan demir konsantresinin tane büyüklüklerinin % 50-80' i 0,045 mm (325 mesh)' in altında olmalıdır. Klasik pelet üretimi için gerçekleştirilen proses aşağıdaki dört alt uygulamadan oluşmaktadır:

- 1- Harman hazırlamak
- 2- Yaş pelet üretimi (Yaş pelet-Ham pelet)
- 3- Kurutma
- 4- Termik sertleştirme (Pişirme)



1. Harman Hazırlama

Demir cevheri veya genellikle konsantresi uygun miktarda bağlayıcı ilavesiyle istenilen harman hazırlanır. Yapılan çalışmalar, konsantrelerin yüzeylerinin su ile kaplanabilmesi için su oranının % 7-10 olması, bağlayıcı oranının ise % 0,5-1,5 olması gerektiğini ortaya çıkarmıştır.

2. Yaş Pelet Üretimi

Hazırlanan karışım aglomerasyon işleminin gerçekleştirileceği cihaza ilave edilir. Cihazın dönme hareketine bağlı bağlayıcı etkisiyle topaklaşma başlar. Aşağıdaki aşamaların gerçekleşmesi ile pelet üretimi tamamlanır:

- i.Çekirdekleşme (Az sayıda taneciğin bir araya gelerek ilk çekirdeği oluşturması)
- ii.Geçiş (Çekirdekten pelete doğru)
- iii.Oluşan peletlerin istenilen boyutlara ulaşması

3. Kurutma

Elde edilen yaş peletin bir ön ısıtmaya tabi tutularak içerdiği nemden kısmi olarak arındırılması aşamasıdır. Bu işlem safhasında peletin çatlamasına yol açacak bir işlem uygulanmamasına dikkat edilmeli ve % 7-10 civarında olan rutubetin giderilmesi sağlanmalıdır.

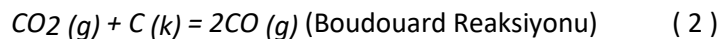
4. Termik sertleşme

Oksitleyici atmosfer ortamında seramik kayıkçığa yerleştirilen peletler, 1200-1350 OC aralığında bir sıcaklıkta fırında pişirilerek istenen mukavemet değerlerine ulaşması sağlanır. Peletlerin pişirilmesi, sinterleme izgarası üzerinde, şaft fırınında ya da döner fırında yapılır. Yakıt, kömür tozu, sıvı ya da gaz olabilir. Pişirme sonunda pelet mukavemeti en az 150-350 kg. aralığındaki basma yüküne dayanacak kadar olmalıdır. Elde edilen pelet, yüksek fırına şarj edilebilir özellikleri sağlamış olacaktır.

İndirgenme Reaksiyonunun Termodinamik İncelenmesi

Demir oksitlerin karbotermik redüksiyon ile metalik demire indirgenmesi demir-oksijen- karbon termodinamik dengesinin indirgenme koşuluna doğru bozularak hammaddelerin içerdiği oksijenin indirgeyicilerle uzaklaştırılması ile gerçekleşmektedir. Bu koşulda demir oksitler seri reaksiyonlar neticesinde metalik demire indirgemektedir [4-6].

Yüksek fırında demir oksitli hammaddelerin indirgenmesi büyük oranda karbonun yanmasıyla oluşan CO₂ gazının yüksek ortam sıcaklığında kararsız olması nedeni ile (bkz. Ellingham Diyagramı) karbonla tekrar reaksiyona girmesi sonucu oluşan indirgeyici CO gazıyla gerçekleştirilir.



Hematitin, CO/CO₂ gaz karışımıyla demire indirgenmesi üç kademedede gerçekleşir. Bu reaksiyonlar ve reaksiyonlara ait standart serbest enerji değişiminin (ΔG^0_T) sıcaklığa bağlı ampirik ifadeleri (3), (4) ve (5) nolu bağıntılardaki gibidir.





Demir oksitlerin indirgenme koşullarının belirlenebilmesi için öncelikle aşağıdaki bağıntılar yardımı ile denge koşullarının belirlenmesi gerekir.

$$\Delta G_T = 0 \text{ (Denge Şartı)} \quad (6)$$

$$\Delta G^{\circ}_T = -RT \ln K_p \quad (7)$$

$$K_p = \frac{a_{\text{Fe}_3\text{O}_4}^2 \cdot P_{\text{CO}_2}}{a_{\text{Fe}_2\text{O}_3}^3 \cdot P_{\text{CO}}} \quad (8)$$

Fe₃O₄ ve Fe₂O₃ saf kabul edildiğinde aktiviteleri "1"e eşittir. Bu durumda;

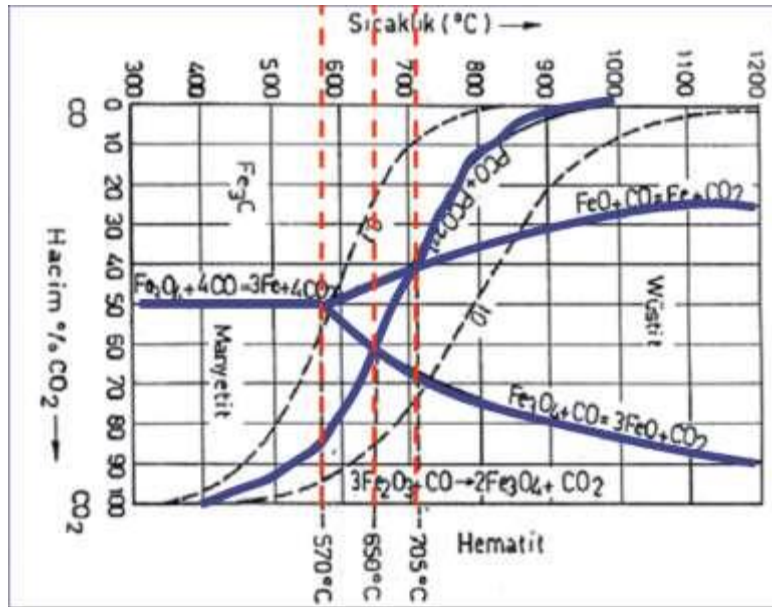
$$\Delta G^{\circ}_T = -RT \ln \frac{P_{\text{CO}_2}}{P_{\text{CO}}} = RT \ln \frac{P_{\text{CO}}}{P_{\text{CO}_2}} \quad (9)$$

Buradan T₁ sıcaklığında indirgenme reaksiyonlarını dengede tutan $\left(\frac{P_{\text{CO}}}{P_{\text{CO}_2}}\right)_D$ oranı hesaplanabilir. Demir oksitlerin indirgenmesi için temel termodinamik şart her bir reaksiyon için aşağıdaki gibidir.

$$\Delta G_T < 0 \quad (10)$$

$$\left(\frac{P_{\text{CO}}}{P_{\text{CO}_2}}\right)_{\text{Ortam}} > \left(\frac{P_{\text{CO}}}{P_{\text{CO}_2}}\right)_{\text{Denge}} \quad (11)$$

(2) ve (9) no'lu reaksiyonlardan yararlanılarak çizilen Baur-Glaessner diyagramı ve Boudouard eğrileri Şekil 1'de gösterilmektedir.



Şekil 4.1 Bauer-Glaessner diyagramı ve Boudouard eğrileri

Şekil 1'e göre P_{co} + P_{co2} = 1 atm toplam basıncında demir oksitlerin metalik demire indirgenmesi ancak 705 °C'nin üzerinde mümkün olmaktadır, 705 °C'nin altında hematit manyetite, manyetit wüstite dönüştürülebilmektedir. Şekil 1'den, 650 ile 705 °C arasında manyetit-wüstit dönüşümünün, 650 °C'nin



altında ise hematit manyetit dönüşümünün gerçekleştiğini görmek mümkündür. $PCO + PCO_2$ toplam basıncı yükseldikçe demir oksitlerin indirgenme sıcaklığının daha yüksek sıcaklıklara kayarak zorlaştığını görmek mümkündür [4- 6].

İndirgenme Reaksiyonunun Kinetik İncelenmesi

Bir reaksiyonda reaksiyon hızı reaksiyona katılan bir maddenin miktarsal özelliklerinin zamana göre değişimi ile belirlenebilir. Buna göre reaksiyon hızı;

$$r = -\frac{dC}{dt} \text{ bağıntısı ile verilebilir.} \quad (12)$$

Reaksiyon hızı, zamana bağlı olarak çizilen konsantrasyon değişiminin eğiminden hesaplanabilir. Homojen bir reaksiyonun hızını etkileyen en önemli parametreler sıcaklık ve konsantrasyondur.

k = reaksiyon hız sabiti (sıcaklığa bağımlı)

$$r = -\frac{dC}{dt} = kC^n \quad C = \text{konsantrasyon} \quad (13)$$

n = reaksiyon derecesi

Kimyasal reaksiyonların hızını etkileyen en önemli parametrelerden biri sıcaklıktır. Homojen reaksiyonlarda sıcaklık ile hız sabiti arasındaki ilişkiyi veren eşitlik *Arrhenius* eşitliğidir.

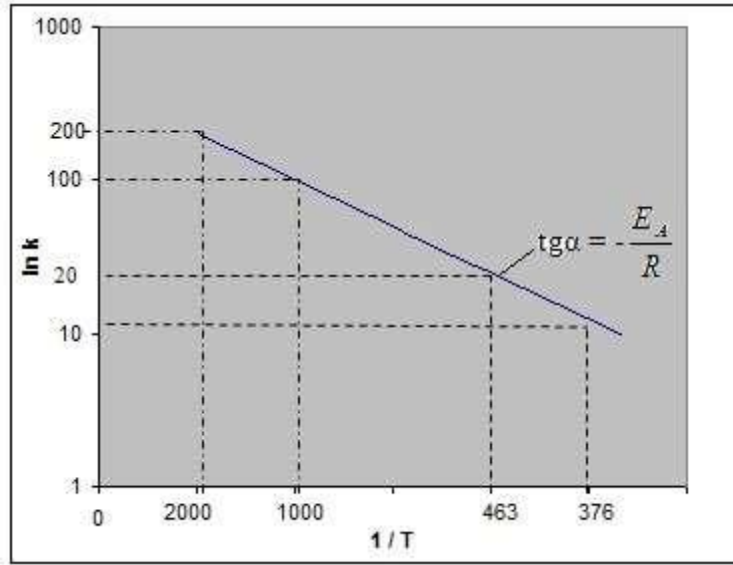
$$k = A \cdot e^{-EA/RT} \quad (14)$$

Bu denklemden E_A aktivasyon enerjisidir. Aktivasyon enerjisini belirlemek için en az iki sıcaklık için k hız sabitlerinin belirlenmiş olması gereklidir. Bağıntıdaki A frekans (sıklık) faktörü, R gaz sabitidir ($R = 8.314 \text{ J/mol K}$). Arrhenius eşitliğinden görüldüğü gibi reaksiyon hızı sıcaklığa üssel fonksiyon olarak bağlıdır. Sıcaklıktaki küçük bir değişim hız sabitini çok fazla arttırmaktadır. Denklemden her iki tarafın logaritması alınır aşağıdaki

$$\ln k = \ln A - \frac{E_A}{RT} \quad (15)$$

bağıntı elde edilir.

Aktivasyon enerjisini hesaplamak için $\ln k - 1/T$ değişiminin grafiği çizildiğinde elde edilen doğrunun eğimi ($-E_A / R$) değerine eşittir (Şekil 2).



Şekil 4.2 Reaksiyon hızının sıcaklıkla değişimi

Reaksiyonlar bir veya birden fazla faz arasında gerçekleştirmelerine göre sırasıyla homojen ve heterojen reaksiyonlar olarak adlandırılırlar. Demir oksitli hammaddelerin indirgenmesi heterojen reaksiyondur. Heterojen reaksiyonlar birden fazla faz arasında gerçekleşen reaksiyonlardır ve reaktanlar arasında bir arayüzey varlığı ile karakterize edilirler. Örneğin bir katı-gaz reaksiyonunda arayüzey katının gaz ile temastaki dış yüzeyidir. Bu durumda bütün heterojen reaksiyonları arayüzeylerine bağlı olarak beş grupta toplayabiliriz: Katı-Gaz, Katı- Sıvı, Katı-Katı, Gaz-Sıvı, Sıvı-Sıvı [10-13].

Heterojen reaksiyonların birden fazla faz arasında gerçekleşmesi aşağıdaki şekilde olmaktadır [10,11]:

1. İndirgeyici gazın reaksiyon arayüzeyine taşınması (difüzyonu)
2. Arayüzey reaksiyonları.
 - a) İndirgeyici gazın reaksiyon arayüzeyine adsorblanması.
 2. b) Arayüzeyde kimyasal reaksiyon.
 3. c) Reaksiyon sonucu oluşan reaksiyon ürünlerinin desorbsiyonu.
3. Reaksiyon sonucu oluşan reaksiyon ürünlerinin arayüzeyden taşınması (difüzyonu)

Genellikle yukarıda sıralanan adımlardan birinin hız sabiti diğerlerine göre oldukça düşük olur. Bu durumda bu adım hızı kontrol eden adımdır ve bu adımın hızı da toplam reaksiyon hızını belirler. Heterojen reaksiyonlar, en yavaş adıma bağlı olarak:

- **Difüzyon Kontrollü**

- **Kimyasal Reaksiyon Kontrollü**

Bu iki adımın hız sabitlerinin eşit olması durumunda ise;

- **Karışık Kontrollü** olarak gelişir.

Heterojen reaksiyonlarda ara yüzey alanı, reaksiyona giren maddelerin bir fazdan diğerine taşınmasında taşınan madde miktarı ara yüzey alanına bağlı olduğu için, son derece önemlidir. Katı madde ile

gerçekleştirilen reaksiyonlarda küçük taneli katılar büyük yüzey alanına sahip olduklarından büyük tanelilerden daha hızlı reaksiyon verirler [10-13].

Sıvı veya gaz ile reaksiyona giren katı maddenin geometrik şekli, ilgili reaksiyonların hızını belirlemede önemli rol oynar. Katı madde disk veya plaka biçimli ise, yüzey alanının reaksiyon boyunca sabit kaldığı varsayılır. Çünkü disk ve plakada reaksiyon, yüzeyden derine yüzey alanını koruyarak ilerler. Fakat eğer katı madde küre veya pelet biçimli ise, reaksiyon kürenin dış yüzeyinden içeriye doğru ilerler. Bu durumda reaksiyon yüzeyinin oluşturduğu çap küçüleceğinden, yüzey alanı reaksiyon boyunca devamlı değişir ve bu nedenle de reaksiyon hızı azalır. Reaksiyona giren katılar genellikle küre olarak kabul edildiğinden heterojen reaksiyonda kimyasal reaksiyon için hız sabiti ve reaksiyonun gerçekleşme oranı arasındaki ilişki aşağıdaki gibi verilmektedir:

$$1 - (1 - R)^{1/3} = kt \quad (16)$$

$R = \text{Reaksiyonun Gerçekleşme oranı (n, x, F, L harfleri ile gösterilebilir.)}$

$W_o = \text{İlk ağırlık}$

$$R = \frac{W - W_o}{W_o} \quad (17)$$

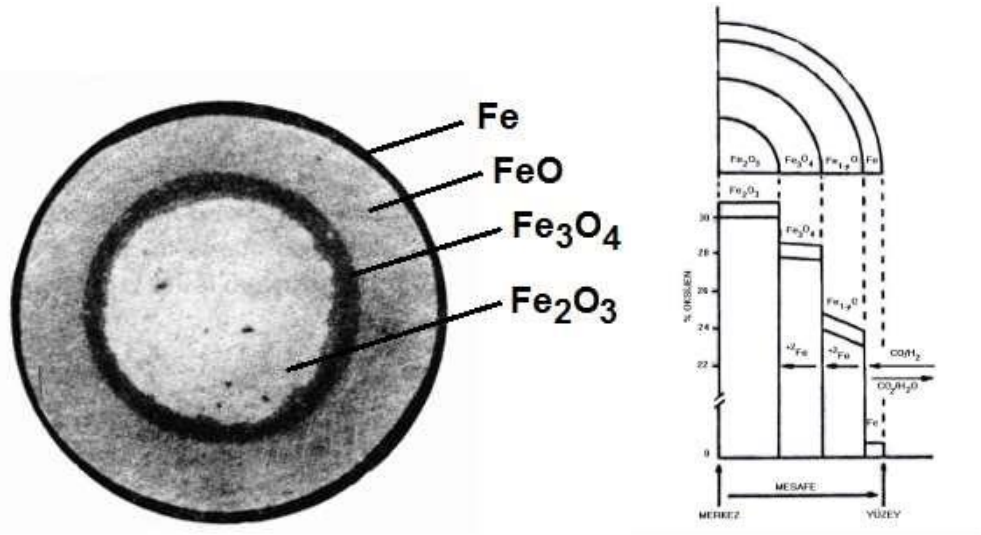
$W = \text{Son ağırlık}$

$k = \text{Hız sabiti}$

$t = \text{Süre}$

Küresel şekilli katı maddelerle gerçekleştirilen reaksiyonlarda reaksiyon arayüzeyi oldukça belirgindir. Reaksiyonun ilerlemesi ile reaksiyon arayüzeyi parçanın dış yüzeyinden merkezine doğru ilerler ve reaksiyona girmiş ve girmemiş kısım arasında kesin bir sınır oluşur. Bu model reaksiyon topokimyasal model veya küçülen çekirdek (shrinking core) olarak isimlendirilir (Şekil 3).

Oluşan reaksiyon ürünleri çevre fazda çözünüyorlarsa zamanla yüzey alanı azalacaktır. Bu duruma tipik örnek karbonun havayla yanması veya bir katının sıvıda çözünmesi verilebilir. Bu reaksiyon modelinde de reaksiyon hızını kontrol eden adım kimyasal reaksiyon veya difüzyon olacaktır.



Şekil 4.3 Hematit parçacığının indirgenmesinin şematik gösterilişi ve indirgenmedeki topokimyasallık [5, 6, 8].



Reaksiyon ürünleri, metallerin veya metalsülfürlerin oksidasyonu veya oksitlerin gazlarla indirgenmesinde olduğu gibi, orjinal katı madde ile reaksiyona giren gazlar arasında bir tabaka oluştururlarsa reaksiyonun ilerleyebilmesi için moleküllerin bu tabakadan difüzyonla taşınması gerekir. Katılarla gerçekleşen reaksiyonlarda oluşan reaksiyon ürününün gözenekli veya gözeneksiz oluşumuna bağlı olarak reaksiyonun kinetiği de farklı olacaktır [10-13].

3. DENEYDE KULLANILAN MALZEME VE CİHAZLAR

- 1) Demir cevheri peletleri ve kömür (kok veya linyit tozu)
- 2) Tüp fırın
- 3) Hassas terazi
- 4) Grafit kayıkçık şarj kabı ve çubuğu
- 5) Pens ve maşa

4. DENEYİN YAPILIŞI

- 1) İndirgenme davranışının gözlemlenmesi amacıyla hazır demir cevheri konsantrelerinden üretilen peletlerden birbirine eş peletler seçilir ve tartılarak ağırlıkları tespit edilir.
- 2) Toplam redüksiyon reaksiyonu kullanılarak, bu peletlerin redüksiyonu için gerekli olan karbon miktarı ve buna bağlı olarak kullanılacak kömür miktarı hesaplanır. Toplam pelet ağırlığına göre hesaplanan teorik kömür miktarından % 150 fazlası kullanılacak şekilde tartım yapılır.
- 3) Tüp fırın 800 ve 1000°C'ye ulaştığında, peletler grafit kayıkçık olan şarj kabında hazırlanan kok yatağının içine gömülür ve şarj çubuğu ile fırına şarj edilir.
- 4) Sırasıyla 5., 10. ve 20. dakikada bir pelet fırından alınır, oda sıcaklığına soğutulur ve hassas terazide redüksiyon sonrası ağırlığı tartılır.

Deneylerde kullanılan pelet konsantrasyonu ve kok kömürünün kimyasal bileşimleri aşağıda verilmektedir.

5. İSTENENLER

	Fe ₃ O ₄	SiO ₂	Al ₂ O ₃	S	Mn	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	P	C
Pelet	94,60	2,20	0,75	0,40	0,10	0,60	0,58	0,07	0,04	-	-
Kok	-	8,26	4,30	0,54	-	1,24	0,35	0,29	0,08	0,14	80,30

Aşağıdaki formül yardımıyla peletlerin redüksiyon yüzdeleri hesaplanır:

$$\% \text{Redüksiyon} = \frac{\text{Giderilen Oksijen}}{\text{Giderilmesi Gereken Oksijen}} * 100$$

- 1) Deneyin amacı ve yapılışını yazınız.
- 2) Gerekli teorik kömür miktarını hesaplayınız.
- 3) % redüksiyon oranının süre ile değişimini çizin ve grafiği değerlendiriniz.
- 4) 10. ve 20. dakikada anlık redüklenme hızını (dR/dt) hesaplayınız.



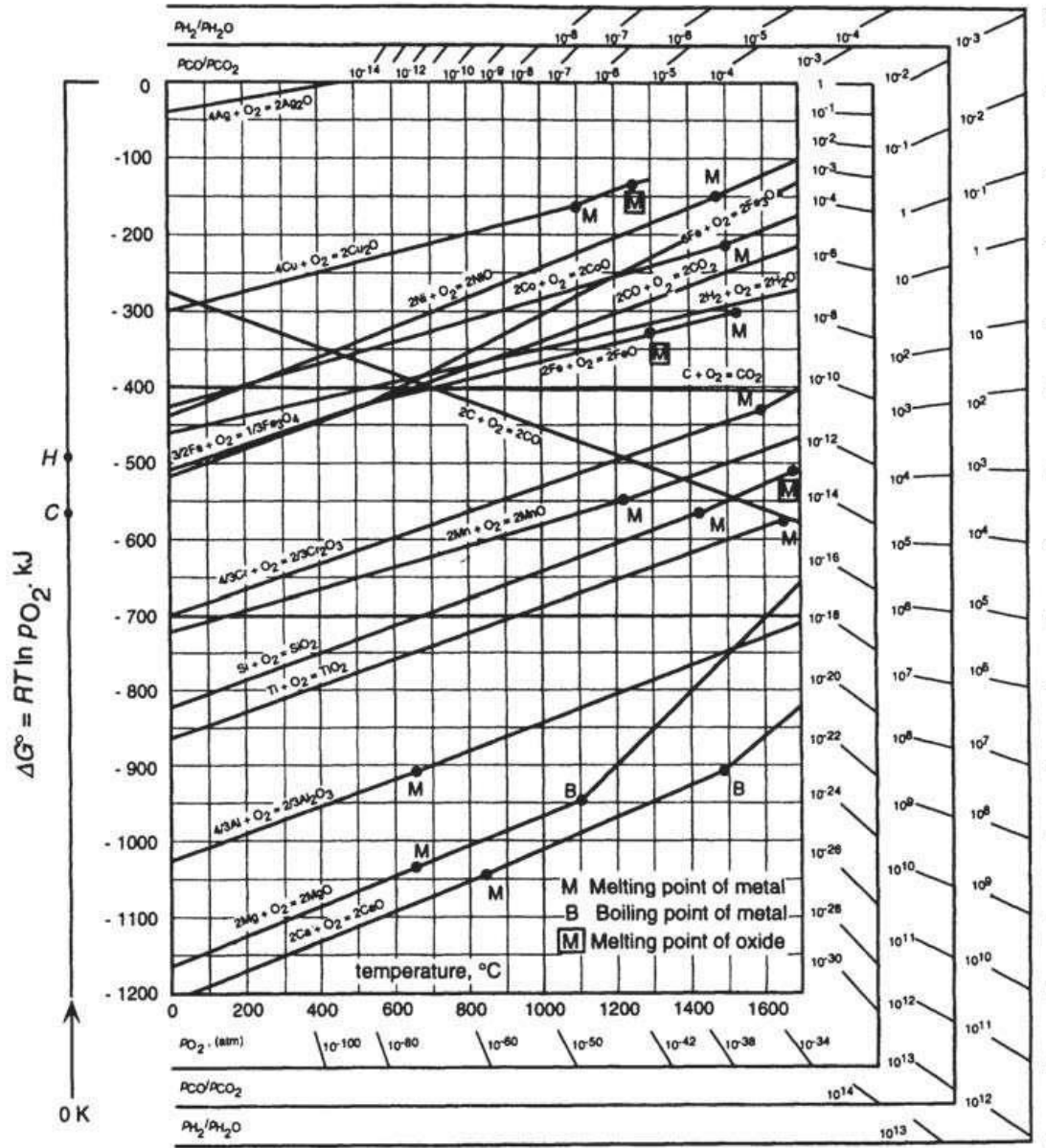
5) Demirli hammaddelerin indirgenmesinde, indirgenme kinetiği hangi şartlarda kimyasal reaksiyon, yayınma veya karışım kontrollü olur? Kısmen redüklenmiş demir oksit parçaçığında bu farkı nasıl gözlersiniz? Şematik olarak çiziniz.

6) (4) ve (5) numaralı reaksiyonları kullanarak toplam 1 atm CO + CO₂ içeren ortamda, 700, 800, 900 ve 1000 oC sıcaklıklar için %CO – sıcaklık grafiğini çizerek bölgeleri adlandırınız (Bauer-Glaesner diyagramının %CO miktarına göre çizilmiş hali).

6. KAYNAKLAR

- [1] www.worldsteel.org, Uluslararası Demir ve Çelik Enstitüsü (IISI)
- [2] www.dcu.org.tr, Demir Çelik Üreticileri Derneği
- [3] Doğu Akdeniz Kalkınma Ajansı Demir Çelik Sektör Raporu 2014.
- [4] BISWAS, A.K., Principles of Blast Furnace Ironmaking, Cootha Publish House, Brisbane, Australia, 1981.
- [5] ROSENQVİST, T., "Principles of Extractive Metallurgy", Mc Graw-Hill Book Co., 2nd Ed. 1983.
- [6] BOR, F.Y., "Ekstraktif Metalurji Prensipleri" Kısım I ve II, İTÜ, 1985.
- [7] www.midrex.com, Midrex Technologies, Inc.
- [8] ERSUNDU, A.E., "Yerli Demir Cevherlerinin Sünger Demir Üretimine Uygunluğunun Araştırılması", İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2007.
- [9] BİROL B., "Divriği Pelet Konsantresinden Kompozit Pelet ve Demir Tanesi Üretimi", YTÜ, Fen Bilimleri İstanbul, 2007.
- [10] HABASHI, F., Kinetics of Metallurgical Processes, Métallurgie Extractive Québec, Sainte-Foy, Québec, 1999.
- [11] AYDIN, S., Metalurji Kinetiği Ders Notu, 1994.
- [12] ŞEŞEN, K., Metalurjik Süreçlerin Kinetiği, İTÜ Kimya Metalurji Fakültesi Ofset Atölyesi, İstanbul, 1998.
- [13] RAY, H.S., Kinetics of Metallurgical Reactions, Oxford, New Delhi, 1993.

EK: A





11. POLİMER DENEYİ

Amaç: Termoset polimerlerde reaksiyon bileşenlerinin çapraz bağlanma (sertleşme, curing) hızı üzerindeki etkisini incelemek, doymamış polyester reçineden dekoratif malzeme yapmak.

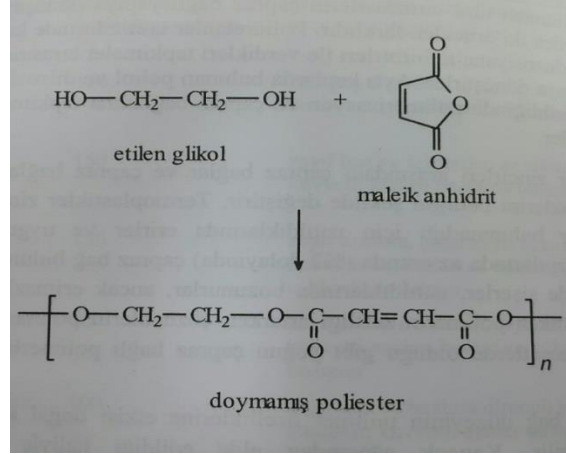
Teori:

Polimerler, ısıya karşı gösterdikleri davranış bakımından termoplastikler ve termosetler olmak üzere iki gruba ayrılırlar.

Termoplastikler, zincirleri arasında çapraz bağlar bulunmayan doğrusal ve/veya dallanmış zincirli polimerlerdir. Bu özellikleri nedeniyle uygun çözücülerde çözünürler, ısıtıldıklarında erirler ve soğutulduklarında sertleşirler. Bu plastikler, özelliklerinde önemli değişiklikler olmadan defalarca ısıtılıp soğutulabilirler. Isı ve basınç altında yumuşayarak akarlar ve böylece çeşitli formlarda şekillendirilebilirler. Ayrıca uygun çözücülerde çözünebilirler ve bu şekilde kalıplanarak çeşitli şekiller alabilirler. Polietilen (PE), polipropilen (PP), poli(vinil klorür) (PVC) ve polistiren (PS) yaygın kullanılan termoplastik polimerlerden bazılarıdır.

Termosetler, zincirleri arasında yoğun çapraz bağlar (ağ-yapı) bulunan polimerlerdir. Çapraz bağlardan dolayı hiçbir çözücüde çözünmezler, ısıtıldıklarında erimezler, yeterince yüksek sıcaklıklara ısıtıldıklarında bozunurlar. Termosetler kalıcı bir biçimde şekillendirilip kimyasal bir tepkimeyle sertleştirildikten sonra ısıtılarak yeniden yumuşatılamazlar ve başka bir şekle sokulamazlar. Bu nedenle kısmen polimerleşmiş durumdayken ısı etkisiyle veya ısıyla basıncın birlikte etkisiyle kalıplanırlar. Isıl işlemin yanı sıra, sadece oda sıcaklığındaki kimyasal tepkimeyle sertleşen veya olgunlaşan birçok polimer de vardır. Kalıplama sırasında polimerleşme ilerleyerek plastik çapraz bağlanmaya geçer ve polimer akma özelliğini kaybeder. Bu yüzden termosetler, termoplastikler gibi yeniden üretim sürecine girmezler yani geri dönüşümleri yoktur. Fenol-formaldehit, melamin-formaldehit, epoksi reçineler ve doymamış polyesterler en yaygın kullanılan termoset polimerlere örnek gösterilebilir.

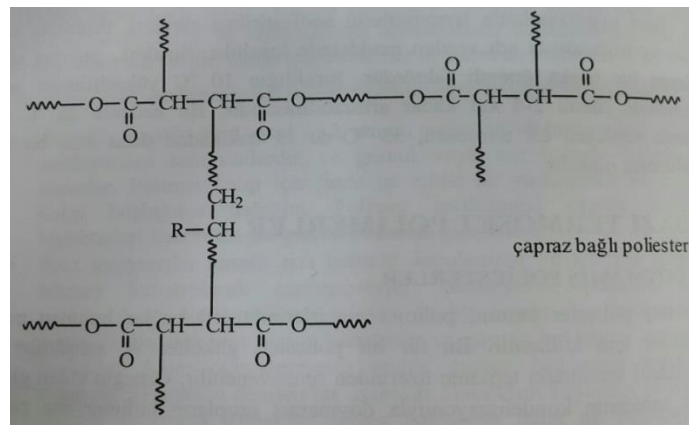
Doymamış polyester tanımı, polimer zincirlerinde çift bağlar (doymamışlık) bulunan polyester polimerleri için kullanılır. Bu tür bir polyester reçine, glikol (iki —OH grubu olan alkol) ve buna eşdeğer miktarda çift karbon-karbon bağı içeren bir anhidrit (veya anhidritin yerini tutan bir diasit, iki —COOH grubu) arasındaki kondenzasyon reaksiyonu üzerinden sentezlenebilir (Şekil 1). Ticari reçinelerde belirli özellikler, farklı diol ve diasit karışımlarıyla elde edilebilir. Kondenzasyon reaksiyonu sırasında anhidritin çifte bağı reaksiyona girmez ve doğrusal polyester zincirleri üzerinde kalır. Bu aşamada elde edilen doymamış polyester ön-polimeri, ısıtıldığında yumuşayıp akışkan hale gelirken soğutulduğunda tekrar sertleşebilen termoplastik özellik gösterir.



Şekil 1. Doymamış poliester eldesi.

İkinci aşamada; doymamış poliester, uygun bir başlatıcı varlığında polyesteri çözebilen stiren gibi bir vinil monomeri (CH₂ = CHR) ile başlatıcının bozunma sıcaklığına kadar ısıtıldığında, doğrusal poliester zincirlerindeki çifte bağlar açılır ve radikalik mekanizma üzerinden stiren molekülleri ile çapraz bağlanma (curing, sertleşme, donma) gerçekleştirirler. Bu durumda, doğrusal ve doymamış poliester zincirleri stiren gibi bir monomerle kopolimerize olarak çapraz bağlı ağ yapıya dönüşürler ve bunun sonucunda da ısıtılınca erimeyen, tekrar şekillendirilemeyen ve yüksek sıcaklıklarda yanarak bozulan bir **termoset yapı** oluşur (Şekil 2). Bu termoset yapının kalitesi, çapraz bağ yoğunluğuna yakından bağlıdır. Çapraz bağ yoğunluğu arttıkça polimerin elastik modülü ve ısıl kararlılığı yükselir, buna karşın darbe dayanımı düşer. Çapraz bağ yoğunluğu, poliesterin sentezinde kullanılan girdilerin oranı (doymamışlık noktalarının sayısı) ayarlanarak kontrol edilir.

Ticari uygulamalarda *vinil monomeri* miktarı, monomer-doymamış poliester karışımının ağırlıkça %30-50'si arasında değişir. Vinil monomeri, doymamış poliesterin zincirlerini birbirine bağlamanın yanında ön-polimeri çözme görevi yapar, ayrıca elde edilecek termoset yapının özelliklerini de etkiler. Doymamış poliester için iyi bir çözücü olması, düşük viskozite ve düşük fiyata sahip olması nedeniyle stiren en yaygın kullanılan monomerdır. Stirenin kaynama noktası yüksektir ve polyestere ilave edilirken buharlaşma kaybı az olur. Buna karşın yanıcıdır ve sağlık açısından zararlıdır. Poliester reçine içindeki stiren azaltıldığında doymamış poliester zincirleri arasındaki hacim artar ve termoset polimerin sertliği azalır. Daha fazla stiren kullanıldığında ise, polistiren özelliklerinin baskın olduğu çapraz bağlı bir poliester elde edilir. Metil metakrilat, viniltoluen, dialil fitalat ve α-metil stiren doymamış poliester reçinelerinde çapraz bağlanma amacıyla kullanılan diğer monomerlerdir.



Şekil 2. Vinil monomeri ile sertleştirilmiş çapraz bağlı poliester.



Başlatıcı olarak benzoil peroksit, kümen hidroperoksit veya azobisisobütironitril kullanılabilir. Çoğunlukla oda sıcaklığında sertleştirilen polyesterler için ise metil etil keton (MEK) peroksit kullanılır. Tepkime genel olarak az miktarda kobalt naftanatla etkinleştirilir. Kobalt naftanat, başlatıcı peroksitlerin bozunma hızını arttıran bir hızlandırıcı görevindedir. Genellikle hızlandırıcı önceden reçineye karıştırılır ve son anda, hızla başlatıcı ilave edilerek kalıba dökülür. Hızlandırıcı ile başlatıcının önceden birbirine karıştırılması patlamaya sebep olabilir. Kopolimerizasyon reaksiyonu ekzotermik bir reaksiyondur. Başlatıcı ve hızlandırıcı konsantrasyonları, reaksiyon sıcaklığının ulaşacağı değeri ve sertleşme süresini doğrudan etkiler. Sıcaklığın ve başlatıcı ve hızlandırıcı konsantrasyonlarının arttırılması sertleşme süresini kısaltır ancak üründe hava kabarcıkları, yüzey bozuklukları ve kalıba göre aşırı boyut küçülmesi gibi istenmeyen sonuçları da beraberinde getirir.

Doymamış polyesterler birçok yöntemle işlenebilmekle birlikte, çoğunlukla farklı şekillerde kalıplanırlar. Açık kalıba döşemek veya püskürtmeyle kalıba doldurmak küçük hacimli parçaların birçoğu için kullanılan yöntemdir. Otomobil panelleri gibi büyük hacimli parçalarda çoğunlukla basınçlı döküm kullanılır.

Doymamış polyesterler; kolay işlenme, uçucu yan ürün oluşturmama, hızlı çapraz bağlanma, açık renk, boyutsal kararlılık gibi avantajlara sahiptirler. Fiziksel ve elektriksel özellikleri iyidir. Kimyasal maddelerden fazla etkilenmezler. Alevlenmeye, kimyasallara ve yaşlanmaya karşı dirençleri, reçine karışımının bileşimi ayarlanarak iyileştirilebilir. Bu reçineler, elektrik ve elektronik aletlerin değişik parçalarının yapımında, sandalye, valiz, olta çubuğu, servis tepsi gibi eşyaların yapımında ve kompozitlerde matris malzemesi olarak kullanılırlar.

Konuyla ilgili detaylı bilgi için:

- <https://www.youtube.com/watch?v=HiEzIDLlcu4>
- https://www.youtube.com/watch?v=O_rINqV3JY&t=43s
- <https://www.youtube.com/watch?v=LawOeMvCg6I>

Cam elyaf takviyeli doymamış polyester reçineler (kompozit), en yaygın kullanılan güçlendirilmiş doymamış polyester reçine türüdür. Sertleştirme işlemi öncesi ürün, doğrusal bir polimer ile sıvı bir monomer karışımından ibarettir. Düşük viskoziteye sahip bir sıvı oluşu sayesinde yüksek miktarda dolgu maddeleri ile karıştırılabilme ve cam elyafı iyice ıslatabilme olanağı sunar. Doymamış polyesterler %80'e varan miktarlarda cam elyaf ile güçlendirilebilirler. Bu güçlendirilmiş, doymamış polyesterler sertleştirildiklerinde (çapraz bağlanmayı tamamladıklarında) 172-344 MPa dayanıma, iyi darbe dayanımına ve kimyasal dirence sahip olurlar. Cam elyafı güçlendirilmiş doymamış polyesterler, otomobil panellerinin ve gövde parçalarının yapımının yanı sıra küçük tekne gövdelerinin, bina panellerinin, banyo parçalarının, yüksek aşınma dayanımı istenen boruların, su depolarının ve yakıt tanklarının yapımında kullanılırlar.

Kullanılacak kimyasal maddeler ve ekipmanlar:

Reçine: Doymamış polyester/stiren karışımı

Başlatıcı: Metil etil keton (MEK) peroksit

Hızlandırıcı: Kobalt naftanat

Diğer malzemeler: Kalıplar, plastik bardak, tahta spatula, karıştırıcı, termometre, kronometre ve plastik damlalık.



Deneyin Yapılışı:

1) Jelleşme süresi tayini: 5 adet plastik bardak 1'den 5'e kadar numaralandırıp içlerine 10'ar gram reçine konur. İlk 3 bardağa reçinenin ağırlıkça %1'i kadar, 4. ve 5. bardaklara ise reçinenin ağırlıkça %2 ve %4'ü kadar kobalt naftanat damlatılır ve iyice karıştırılır. Sonrasında bardaklardaki karışıma sırasıyla %0,5, %1, %2, %1, %1 metil etil keton (MEK) peroksit ilave edilir ve kronometre çalıştırılır. Bir dakika karıştırılır ve spatula çıkarılır. Sonra her 60 s'de bir 10 s karıştırılır. Reçinenin spatulaya yapışmaya başladığı an kronometre durdurulur. Farklı oranlarda başlatıcı ve hızlandırıcı eklenmiş reçinelerin jelleşme süresi kaydedilir.

2) Dekoratif obje hazırlama: Plastik bir kapta 50 g reçine tartılır ve üzerine reçinenin ağırlıkça % 0,5'i kadar kobalt naftanat ilave edilerek karıştırılır. Bu karışımın yarısı alınır, üzerine reçinenin ağırlıkça %1'i kadar metil etil keton (MEK) peroksit hızlıca eklenir, hızlıca karıştırılır ve son karışım kalıba dökülür. Reaksiyonun tamamlanması beklenir. Kalan reçineye yine ağırlıkça %1'i kadar metil etil keton (MEK) peroksit eklenir ve kalıba gömülecek dekoratif cisim reçine içine daldırılıp ıslatıldıktan sonra kalıbın içine yerleştirilir ve reçine üzerine dökülür. Üzeri polyester veya asetat kağıdı ile örtülür ve sertleşme tamamlanınca kalıptan çıkartılır.

Sonuçlar ve Tartışma:

1) 1. deney basamağında belirlediğiniz jelleşme süresi nedir? Jelleşme süresine reaksiyon koşulları ve çevresel faktörlerin etkileri neler olabilir, tartışınız.

2) 1. deney basamağında belirlediğiniz değişen hızlandırıcı konsantrasyonuna karşı jelleşme süresi eğrisini çiziniz, eğri davranışını belirleyiniz.

3) 1. deney basamağında belirlediğiniz değişen başlatıcı konsantrasyonuna karşı jelleşme süresi eğrisini çiziniz, eğri davranışını belirleyiniz.

4) Doymamış polyester reçinesinin sertleştirilmesi deneyinin tüm basamaklarındaki gözlemlerinizi ve deneysel sonuçları yorumlayınız.

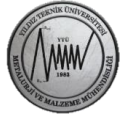
Kaynakça

Bilyeu, B., Brostow, W., & Menard, K. Epoxy Thermosets and Their Applications I: Chemical Structures and Applications. *Journal of Materials Education*, 21(5&6), 281-286.

Saçak, M. (2012). *Polimer Kimyası*. Ankara: Gazi Kitabevi.

Saçak, M. (2012). *Polimer Teknolojisi*. Ankara: Gazi Kitabevi.

Stickney, K., Burnell, J., & Wyeth, J. (2019). Synthesis of a Crosslinked Epoxy Resin Medallion in the Organic Chemistry Laboratory. *World Journal of Chemical Education*, 7(4), 232-241.



NOTLAR