



**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ**

**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ  
BÖLÜMÜ**

**MEM3952 LABORATUVAR II**

**DENEY FÖYÜ**

**2023-2024**

**BAHAR**

## İÇİNDEKİLER

<b>Önemli Bilgiler</b> .....	3
<b>Deney 1: Sol-Jel Yöntemi</b> .....	4
<b>Deney 2: Jominy Sertleşebilirlik Deneyi</b> .....	10
<b>Deney 3: Metalografi</b> .....	15
<b>Deney 4: Toz Metalurjisi ile Parça Üretimi ve Arşimet Prensibi ile Yoğunluk Ölçümü</b> .....	19
<b>Deney 5: Polimer Matris Kompozit Üretimi</b> .....	23
<b>Deney 6: Cevher Hazırlama</b> .....	27
<b>Deney 7: Yeniden Kristalleşme</b> .....	33
<b>Deney 8: Cam Deneyi</b> .....	36
<b>Deney 9: Döküm ve Geri Dönüşüm</b> .....	41
<b>Deney 10: Seramik Çamurun Alçı Kalıba Dökümü ve Yoğrulma Suyu,% Kuruma, Pişme ve Toplu Küçülmelerin Saptanması Deneyi</b> .....	49

## ÖNEMLİ BİLGİLER

- 1) Dönem boyunca 10 adet deney yapılacaktır.
- 2) **Sadece bir hafta deneye katılmama durumunda telafi deneyine katılabilecektir. İki haftadan fazla deneye gelmeyen öğrenci devamsız sayılacaktır.**
- 3) Vize haftasında deney yapılmayacaktır.
- 4) Girilmeyen deneyler **sıfır** olarak değerlendirilecektir.
- 5) Her hafta belirlenen gruplar için farklı deneyler gerçekleştirilecektir ve tüm öğrencilerin bölüm sayfasında paylaşılan laboratuvar programında öğrenci numaralarının olduğu grup deneylerine katılması gerekmektedir.
- 6) Deneyler yüz yüze ve her deney konusunun ilgili olduğu laboratuvarda yapılacaktır.
- 7) Deney öncesi **kısa sınav (Quiz)** yapılacaktır. Bu sebeple deney föylerinizdeki deneyin amacı, deney prosesi, deneyde kullanılacak ekipmanlar ve kimyasallar kısımlarına bakmanız beklenmektedir.
- 8) Deneyden önce yapılacak olan **kısa sınavdan 50 ve üzeri not alamayan öğrenciler deneye alınmayacak ve yok yazılacaktır.** Bu sebeple deneye gelmeden önce ilgili deneyin föyüne bakarak deney hakkında bilgi sahibi olmanız beklenmektedir.
- 9) Deney sonrası deney süresince gözlemlenen, tartışılan ve öğrenilen konu üzerine belirtilen **yenı formatta deney raporu** yazmanız gerekmektedir. Deney raporu formatınız bölüm sayfasında yayınlandığı gibi olmalıdır. Deney raporu, deneyin ilgili olduğu eğitime zamanında teslim edilmesi gerekmektedir.
- 10) Yapılan deneylerin raporu bireysel olarak ve sizlerle paylaşılan formata göre hazırlanacaktır. Formata uygun hazırlanmamış raporlar değerlendirilmeye alınmayacaktır. **Benzer raporlar "SIFIR" olarak değerlendirilecektir.**
- 11) Deneylere katılımcı olmanız gerekmektedir. Derse ve deneylere katılımınız performansınızı belirleyecektir.
- 12) Deneylere gelirken **laboratuvar önlüğü, latex eldiven, laboratuvar gözlüğü ve maskeyi** kendiniz getirmanız gerekmektedir. Deneye katılabilmemiz için laboratuvar güvenlik ekipmanlarınız mutlaka yanınızda olmalıdır.
- 13) **Laboratuvar önlüğü yanında bulunmayan öğrenciler deneye alınmayacak ve yok yazılacaktır.**

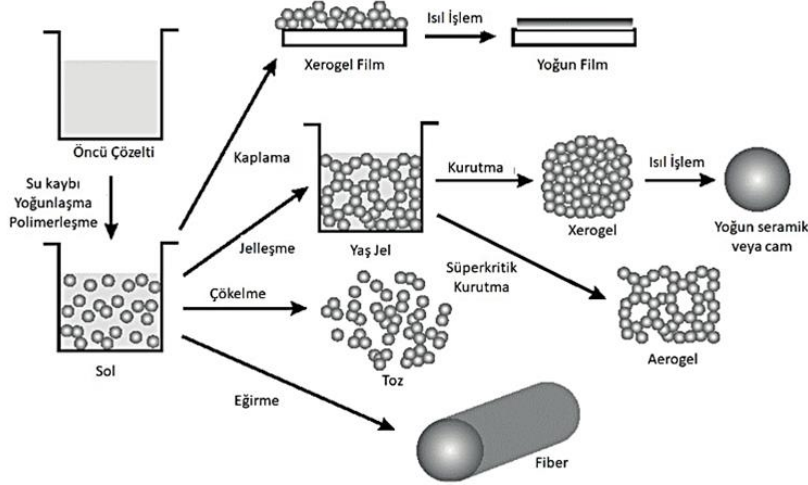
## DENEY 1: SOL-JEL YÖNTEMİ

### 1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı, sol-jel tekniği hakkında profesyonel bilgi edinmek ve sol-jel tekniği ile malzeme imalatında uygulamalı deneyim kazanmaktır. Deney kapsamında sol-jel tekniği anlatılıp edinilen bilgilerle seramik esaslı nano toz sentezi ve üretilen tozun analizi yapılacaktır.

### 2. TEORİK BİLGİ

Sol jel yöntemi; gözenekli veya yoğun seramikler başta olmak üzere ince ve kalın filmler, fiberler, nano tozlar, organik-inorganik hibritler, yarı iletkenler, nano dokulu malzemelerin üretiminde kullanılan kimyasal bir prosestir. Sol jel yöntemiyle ileri teknolojik seramik üretiminde kullanılan malzemelerin mikron altı boyutta, saf reaktif ve düşük sıcaklıklarda sinterlenebilir olması istenmektedir. Sol jel yöntemi ile Şekil 1'de gösterilen nano boyutlu seramik tozu sentezi, ince film seramik kaplamalar, seramik esaslı malzemeler ve fiberler üretilebilir [1-3].



Şekil 1. Sol-Jel teknolojisi ve ürünler [2].

#### *Sol-Jel Nedir?*

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

#### *Sol Nedir?*

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

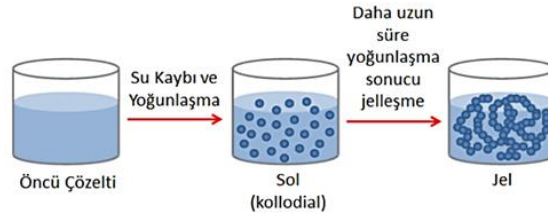
#### *Jel Nedir?*

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

#### *Sol Üretimi:*

Solün hazırlanması için genel olarak iki yöntem mevcuttur:

- Sıvı içerisinde çözülmüş olan moleküller sıvıların karıştırılması sonunda daha büyük boyutlu moleküllere dönüşür. Oluşan makromoleküller, daha sonra, nanoboyutlarda katı partikülleri haline gelir. Örnek  $\text{SiO}_2$  (silica) esaslı nanosol.
- Nanopartiküller (karbon nanotüpler ve kuantum noktaları gibi) özel yöntemler kullanılarak oluşturulur. Daha sonra nanopartiküller, sıvı faz içerisinde çözündürülür. Homojen dağılımın sağlanması için surfektant adı verilen yüzey modifiye ediciler (polimerler, sabunlar vb) kullanılır.



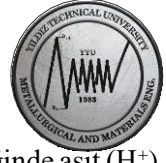
Şekil 2. Sol ve Jelin şematik gösterimi [3].

### Jelleşme:

Solün, jele dönüşümü için, sol içerisinde dağılmış olan katı nanoparçacıkların bir araya gelerek ağ yapısı oluşturmaları gerekir. Ağ yapısının oluşabilmesi için yapıda bulunan katı parçacıkların sıvı içerisinde **“Brownian Motion”** adı verilen ve moleküllerin sıcaklık etkisiyle rastlantısal olarak hareketleri sonucunda çarpışmaları ve çarpışma sonunda yapışmaları gereklidir. Yapışma işlemi yüzeylerinde reaktif gruplar bulunan katı partiküller için çok daha kolaydır. Çünkü çarpışma sonrasında reaktif gruplar bir araya gelerek bağ oluşturabilirler. Yüzeylerinde reaktif grup bulunmayan katı parçacıklar için yapışma gerçekleşmeyeceği için bu tür nanoparçacıkların yüzeylerinin katkı malzemesiyle (Additive) veya yüzeyin soyularak reaktif hale getirilmesi işlemlerinden geçmesi gerekir. Sonuç olarak reaktif olmayan parçacıklar, çarpışma sonunda oluşacak bağ yapısı veya elektrostatik kuvvetlerle bir araya gelecek (reaktif) hale getirilir. Sol jele dönüşürken yapının viskozitesi artar ve jelleşme noktasında yapı akamayacak hale gelir. Jelleşme noktasında parçacıkların oluşturduğu ağısı yapı sıvının tüm hacmi içerisinde yayılmış olduğundan sıvının akma kabiliyeti son bulur. Solün içine jelleştiricinin karıştırılmasından sonra jel oluşumu sonuna kadar geçen süreye **“jelleşme süresi”** adı verilir [2].

### Sol Jel Kimyasını Etkileyen Faktörler:

- **pH:** Solun pH'ı öncül maddenin hidroliz hızını etkiler. Silika jellerin oluşumunda, silikanın hidrolizi sonucunda silanol grupları oluşur. Silanol grupları daha sonra silika nanoparçacıklarının oluşumunu ve ağ yapının gelişmesini sağlar. Farklı pH koşulları, nihai seramik nanopartiküllerin boyutunda, gözenekliliğinde ve kristallliğinde değişikliklere yol açar.
- **Çözücü sıvı (solvent):** Öncül çözünürlüğünün, jelleşme kinetiğinin ve jelin son yapısının kontrol edilmesinde rol oynar. Farklı polaritelere ve kaynama noktalarına sahip solventler, reaksiyon hızlarını ve jeldeki parçacıkların dağılımını etkiler.
- **Sıcaklık:** Daha yüksek sıcaklıklar genellikle daha hızlı reaksiyonları teşvik eder ancak aynı zamanda istenmeyen yan reaksiyonlara veya faz dönüşümlerine de yol açar. Sıcaklığın çok düşük olması jelleşme süresini artırırken çok yüksek olması nanoparçacıkların aglomere olarak aşırı büyümesine ve ağ yapısını oluşturmadan çökelmelerine sebep olur.
- **Reaksiyon Türü:** Sol içerisinde oluşan nanoparçacıkların oluşumu ve ağ yapısının meydana gelmesi kimyasal reaksiyonları sırasında açığa çıkan ısı, reaksiyonların daha hızlanmasına sebep olur.
- **Zaman:** Jelleşme basamakları farklı zamanlarda meydana gelir. Daha yavaş oluşan sol jel reaksiyonu sonucunda meydana gelen ürünün özellikleri daha üstündür. Özellikle jelleşme aşamasında reaksiyon ne kadar yavaş ise oluşan jelin iç yapısı daha uniformdur. Bu da daha yüksek mukavemetli ve ışıkgeçirgen (transparant) özellikte jelin eldesine imkan sağlar.
- **Additives, Katalizör ve Stabilizatörler:** Parçacık boyutunu değiştirmek, stabiliteyi arttırmak veya jelleşme sürecini kontrol etmek için sol'a ek kimyasallar eklenebilir. Bu katkı maddeleri,



elde edilen seramik malzemenin morfolojisini ve özelliklerini etkiler. Sol jel tekniğinde asit ( $H^+$ ) ve bazlar ( $OH^-$ ) katalizör olarak kullanılırlar. Katalitik etki asitler ve bazlar için farklı mekanizmalar aracılığı ile sağlandığından, sol jel metodu pH'a karşı duyarlıdır. Katalizör malzeme çok az miktarda kullanılmasına karşın ( $mg/mL$ ), jelleşme süresini haftalardan dakikalara çeker.

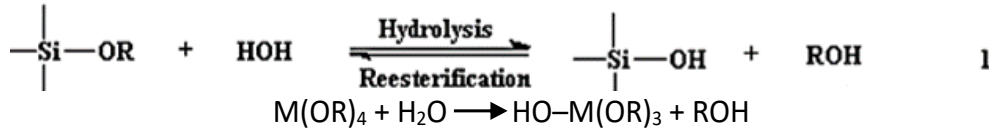
- **Karıştırma:** Sol jel tekniğinde sol'un karıştırılması, kimyasal reaksiyonun uniform bir şekilde oluşması ve sol içerisindeki her bir molekülün reaksiyon için gerekli kimyasala erişebilmesi açısından önemlidir. Bununla birlikte jelleşme aşaması başladıktan sonra karıştırmanın devam etmesi mikro ve makro seviyelerde yarı jelleşmiş ağır parçalanmasına sebep olabilir. Tüm yapının jelleşmesi sonunda gerçekleşse bile jelleşme süresi uzamış olur.

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

**Sol jel yönteminin basamakları:** Alkoksit hidrolizi, Polimerizasyon (Peptitleşme), Jel eldesi, Kalsinasyon/Sinterleme.

### I. Alkoksit Hidrolizi

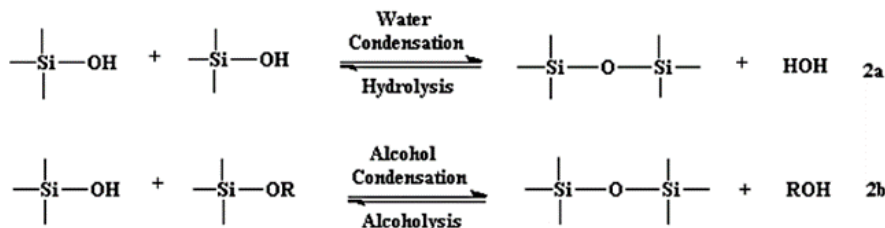
Alkoksitler, sol oluşturmak için başlangıç maddesi olarak kullanılır.  $M(OR)_n$  formülü ile gösterilirler. M; kaplanacak metal malzemeyi, R;  $CH_3$  (metil),  $C_2H_5$  (etil) gibi alkil grubunu, n; metalin değerine göre değişen değerliğini gösterir. İçerdikleri yüksek elektronegatif OR grubu sebebiyle, metal alkoksitler yüksek reaktif özellik gösterir. OR'deki alkali grupları değiştirmekle fiziksel özelliklerin kontrolü sağlanır. Su miktarı, katalizör tipi, çözücü derişimi, sıcaklık faktörleri hidroliz hızını etkiler. Asit katalizörler, polimerleri hafif bağlarla bağlarken, baz (alkali) katalizörler kuvvetli bağlarla bağlarlar. Distile su ile sıcak ortamda ( $>80^\circ C$ ) çalışıldığında daha kararlı bir kolloid yapı oluşur [1, 5]. Hidroliz reaksiyonu sırasında, sudaki OH iyonu ile alkoksitteki OR iyonu yer değiştirirler (Reaksiyon 1).

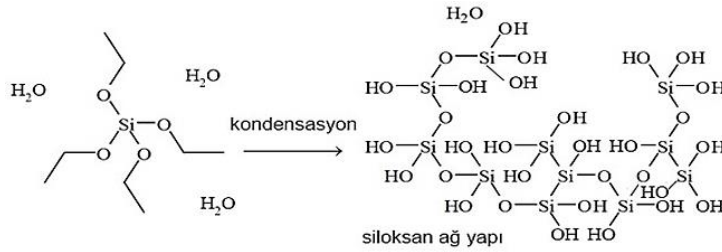
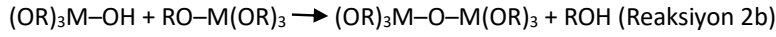
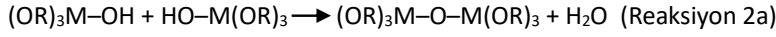
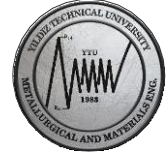


**Reaksiyon 1.** Hidroliz Reaksiyonu [8].

### II. Polimerizasyon (peptitleşme)

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





### Reaksiyon 2. Kondenzasyon (Polikondenzasyon) Reaksiyonları [8].

Polimerizasyon işleminde çöktürülen bir çözücü etkisiyle dağıtılması ile sol hazırlanır. Polimerleşmede kullanılan elektrolitler, taneciklere belli bir yük verir. Yüklemenin nedeni, koloidal taneciklerin ancak yüklü oldukları zaman kararlı halde bulunmasıdır. Kullanılacak asit miktarı ise ortamın pH değeri ile ayarlanır [6]. Polimerizasyon bir dekoagülasyon olayıdır. (Koagülasyon; koloidal taneciklerin elektrik yükünün sıfır olması sonucu büyüyen çökmesidir.) Bir çözelti, negatif yüklü bir koloidal çözelti oluşturuyorsa, OH<sup>-</sup> iyonları ile (bazlarla), pozitif yüklü bir koloidal çözelti oluşturuyorsa, H<sup>+</sup> iyonları ile (asitlerle) polimerleştirilir. Çözeltiye verilen elektrolit gereğinden az veya çok olursa, peptidleşme meydana gelmez. Yüksek derişimdeki elektrolit, taneleri yüksüz bırakarak peptidleşmeyi önler. Az miktarda kullanıldığında ise verdiği yük yeterli olmayacağından çökelti durumu devam eder [5-6]. Seçilen asit cinsi peptidleşmeyi etkileyen önemli faktörlerden biridir. Asit konsantrasyonu çok düşük olduğunda, elektrik yükü etkisinin sağlanamaz. Bu şart birkaç kuvvetli asidin dışında hemen hemen tüm diğer organik asitlerin sol-jel prosesinde kullanımını imkansız kılar.

### III. Jelleşme

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

### IV. Kalsinasyon ve Sinterleme

Jel kurutulduktan sonra, yoğun seramik malzemesi eldesi için ısı işleminden geçirilir. Jelin yapısına ve oluşum şartlarına göre, ısı işlem esnasında *tuzların dekompozisyonu, karbonizasyon veya atık organik yanması, kimyasal sıvının uzaklaşması, mikro gözeneklerin kaybolması ve yoğunlaşma* reaksiyonları meydana gelir. Jelleşen yapı her malzeme grubuna göre ergime olmaksızın belli sıcaklıkta ısıtılarak kalsine edilir. Malzemede taneler arası boşluklar azalır. Kalsinasyon ve sinterleme ile malzemenin mekanik özellikleri de artmış olur.

### Sol Jel Yönteminin Avantajları ve Dezavantajları

Avantajlar	Dezavantajlar
Yüksek yüzey alanı ve serbest enerjiye sahip katıların daha düşük sıcaklıkta sinterlenmesini sağlar.	Üretilen tozların maliyeti yüksektir.
Metal-alkoksit solüsyonlarının kullanımı ile fiber üretimi gerçekleşir.	Süreç uzundur ve işlem esnasında büzülme miktarı yüksektir.
Sıvı fazdan soğutma ile elde edilemeyen amorf yapıdaki katı cam malzemelerin üretimi gerçekleşir.	İnce gözenekler yapıda yer alabilir.
Cam üzerinde ince SiO <sub>2</sub> ve TiO <sub>2</sub> (≤1μ) kaplamaların üretimi gerçekleşir.	Yapıda kalıntı hidroksit, kalıntı karbon oluşabilir [3].
Kontrol edilebilir şekil ve boyutlarda toz üretimi gerçekleşir.	
İkinci fazların ana faz içinde homojen dağılması sağlanır.	



### 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

#### 3.1 Kullanılan Alet, Cihaz ve Malzemeler

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

#### 3.2 Deneyin Yapılışı

Öncelikle sol üretimi gerçekleştirilir. Solün hazırlanmasında 3 mL TEOS ile 5 mL etanol (çeker ocak içerisinde) beherde manyetik karıştırıcı ve manyetik balık kullanılarak karıştırılır (I.Solüsyon). Daha sonra 5 mL etanol içerisinde 3 mL su çözülür (II. Solüsyon). Solün oluşturulması için iki farklı katalizörden oluşan solüsyon (Stok Solüsyonu) kullanılır. Stoğun hazırlanması için 1,9 g amonyum florür tuzu ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) ve 23 mL amonyum hidroksit ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) çözeltisi, 100 mL saf suda çözülür. Stok çözeltisinden alınacak 10 damla II. Solüsyona ilave edilir. Son olarak karışmaya devam eden I. Solüsyona, II. Solüsyon yavaş bir şekilde ilave edilir. II. Solüsyonun ilavesi sırasında, transparant olan I. Solüsyon giderek beyazımsı ve opak bir hale gelir. Bu soldeki molekülerin polimerizasyonu sonucunda büyümesi ve nanopartiküllerin oluşması sebebiyledir. Polimerizasyon işlemi sonrasında solüsyona tutulan ışığın bir kısmı nanoparçacıklar tarafından yansıtıldığı için (*Tyndall Effect*) yapı opak (sütümsü) olarak görünür. Solün hazırlanmasında kullanılan TEOS;  $\text{SiO}_2$  (silika) kaynağıdır, su kaybı sağlarken, etanol; TEOS ve suyun karışmasına yardımcı olan solventtir. Hidroliz reaksiyonu sırasında, baz (alkali) esaslı amonyum hidroksit ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ), katalizör olarak davranarak Si-OH bağlarının oluşumunu hızlandırır. Amonyum florit tuzu, kullanılmaması durumunda da hidroliz işlemi gerçekleşmesine karşın, amonyum floritte bulunan florit iyonu ile reaksiyon hızı daha da artırılır. Polimerizasyon miktarı arttıkça solüsyonun viskozitesi artar.

#### **Jelin Kurutulması ve Kalsinasyonu ile Nanoboyutlu Toz Üretimi:**

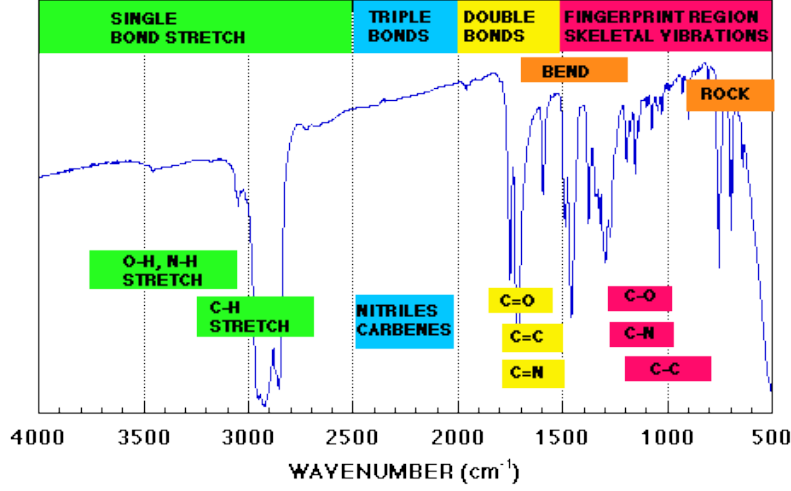
Son olarak kalıba dökülen sol/jel 15 dakika sonunda tamamen jelleşir. Jelin kurutulması (yan ürün olan su veya alkolün uzaklaştırılması) ve kalsinasyonu ile nanoboyutlu  $\text{SiO}_2$  tozu elde edilmiş olur. Kalsinasyon işlemi sonunda fırından alınan toz havanda öğütülerek nihai toz ürün elde edilmiş olur.

#### **Fourier Dönüşümü Kızılötesi (FTIR) spektroskopisi**

Absorbsiyon spektroskopisi tekniklerinin (FTIR, ultraviyole görünür ("UV-vis") spektroskopisi vb.) amacı, bir numunenin her dalga boyunda ne kadar ışık emdiğini ölçmektir. Kimyasal bağlar kızılötesi (IR) enerjiyi belirli frekanslarda (dalga boylarında) emdiğinden, bileşiklerin temel yapısı IR emilimlerinin spektral konumlarına göre belirlenebilir. Bir bileşiğin IR iletiminin frekansa karşı grafiği, referans spektrumlarıyla karşılaştırıldığında malzemeyi tanımlayan "parmak izidir" (*Şekil 3*)[9]. IR spektroskopisi, IR ışığının madde ile etkileşiminin incelenmesidir. IR ışığı, atomlar arasındaki moleküler bağlara ve bağların sonunda bulunan atom türlerine bağlı olarak belirli frekanslarda moleküller tarafından emilir. IR bölgesindeki foton enerjileri, kovalent bağlı atomların titreşimsel uyarılmasına neden olur. Yüksek enerjili orta IR radyasyonu, enerji moleküller tarafından emildiğinde temel titreşimleri harekete geçirir ve onları temel durumdan ilk titreşim durumuna yükseltir. IR ve FTIR arasındaki fark, ikincisinin ham sinyal olarak bir interferogramdan oluşturulmuş olmasıdır. Bu, ışık yoğunluğunu dalga boyunun bir fonksiyonu olarak değil (dağıtıcı cihazlarda olduğu gibi), interferometre



içindeki aynanın konumunun bir fonksiyonu olarak temsil eder. Bu “FT”dir. Dalga sayısının bir fonksiyonu olarak yoğunluğun üretilmesi için sinyalin öncelikle Fourier dönüştürülmüş (FT) olması gerekir [10].



Şekil 3. Dalga boylarına göre numunede bulunan organik ve inorganik kimyasal bağların sahip olduğu spesifik pik aralıkları [9].

#### 4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Kurutma ve kalsinasyon öncesinde jel ürün tartılır. Kurutma ve kalsinasyon sonunda tekrar tartılır. Böylece numunede oluşan ağırlık kaybı, *% Ağırlık Kaybı olarak hesaplanır*. Deney sonunda soldan başlayarak jel üretimi sağlanmalıdır. Daha sonra elde edilen jelin kurutulması ve kalsinasyonu ile oksit esaslı nanotoz elde edilmelidir. Deneyde kullanılan ham maddelerin, jelleşen solüsyonun ve nano tozun Fourier Dönüşümü Kızılötesi (FTIR) spektroskopisi analizi yapılacak ve yorumlanması öğrenilecektir.

Deney sonunda öğrenciler aşağıda sıralanan pratik ve teorik çıktıları öğrenmiş olacaklardır:

- ✓ Kolloidal sistemler
- ✓ Sol Jel tekniğinin temel prensipleri
- ✓ Sol Jel tekniği ile nano toz sentezi
- ✓ Sol Jel yönteminde elde edilen son ürünün akademik olarak analizi ve yorumlanması
- ✓ Deney sonuç raporunun hazırlanması (teorik bilgi, deneysel çalışma, sonuçlar, referanslar)

#### 5. KAYNAKLAR

1. İnternet kaynağı: URL: <http://www.aerogel.org>
2. İnternet kaynağı: URL: <http://www.psrc.usm.edu/mauritz/solgel.html>
3. Yrd.Doc. Dr. Atilla EVCİN, Sol Jel Prosesleri Ders Notları, [www2.aku.edu.tr/~evcin/](http://www2.aku.edu.tr/~evcin/)
4. James S. REED, Principles of Ceramics Processing, 2nd edition. 1995. Wiley Publishing, ISBN 978-0-471-59721-6
5. Pierro Alain C., 1998, Introduction to Sol Gel Processing. Springer Publishing, ISBN-978-0- 7923-8121-1
6. John. D. Wright, Nico A. J. M. Sommerdijk, Sol Gel Materials Chemistry and Applications. Taylor and Francis Group, ISBN 978-90-5699-3269
7. ODTÜ Laboratuvar “MetE-215 Materials Processing Laboratory” Deney Föyü
8. İnternet kaynağı: URL: <https://bilsenbesergil.blogspot.com/p/sol-jel-proses-sol-gel-process.html>
9. İnternet kaynağı: URL: <https://www.technologynetworks.com/analysis/articles/ir-spectroscopy-and-ftir-spectroscopy>
10. İnternet kaynağı: URL: <https://photometrics.net/fourier-transform-infrared-ftir-spectroscopy/>

## DENEY 2: JOMINY SERTLEŞEBİLİRLİK DENEYİ

### 1. DENEYİN AMACI

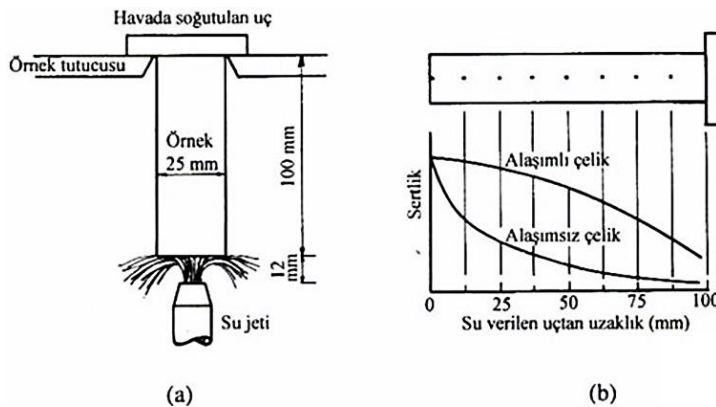
Jominy deneyi vasıtasıyla, incelenen çelik alaşımının su verme davranışı belirlenmektedir. Bunlardan ilki, su verme sonrası elde edilebilecek maksimum sertlik değeri olup, ikincisi ise, sertleşme derinliğidir (sertleşme kabiliyeti).

### 2. TEORİK BİLGİ

#### *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 ısı işlem özelliklerinin değişmesine neden olur. Malzeme seçiminde en önemli özellik mekanik dayanım olduğundan, malzemelerin sertleşme kabiliyetlerine göre sınıflandırılması daha yararlı ve ekonomik olur. Bu nedenle, çeliklerin sertleşme kabiliyetini, standart bir deney yöntemi ile belirlemek gerekir. Malzemelerin sertleşme kabiliyetini belirlemek için en yaygın olarak uygulanan yöntem Jominy deneyidir. Bu deneye uçtan su verme yöntemi de denilir. Çeliklerin yüzeyden derinlere kadar martenzite dönüştürülebilmeye yatkınlığı, malzemenin sertleşebilirliği olarak adlandırılır. Malzemede derinlerde martenzit elde edilebildikçe, o malzemenin sertleşebilirliğinin yüksek olduğundan söz edilebilir.

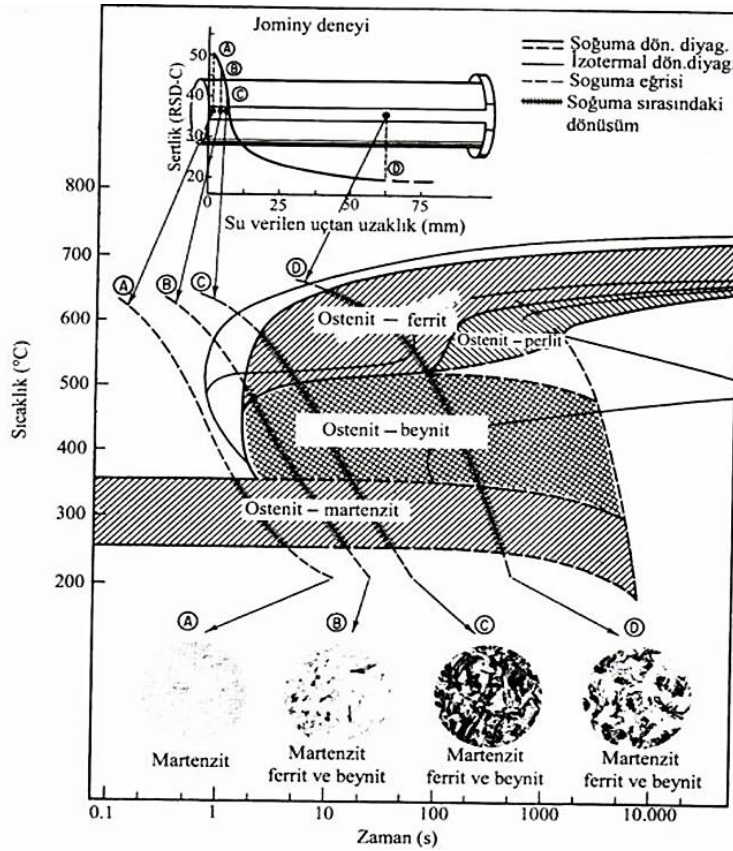
ASTM, SAE ve AISI tarafından standartlaştırılmış olan bu deney için çapı 25 mm ve uzunluğu 100 mm olan silindirik çubuk biçimindeki bir numune, östenitleştirme sıcaklığına ısıtılarak tavlınır. Fırından alınan numuneye, bir ucundan, özel bir su püskürtme aletiyle su verilir. Su vermek için kullanılan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



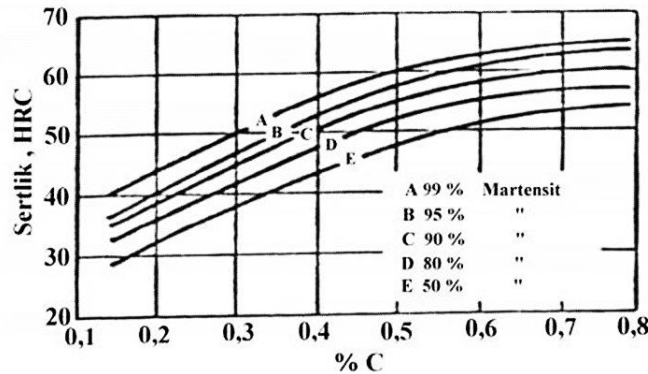
**Şekil 1.** Jominy deneyi: (a) Deneyin yapılışı, (b) alaşımlı ve alaşımsız çeliklerin sertliklerinin su verilen uçtan mesafeye bağlı olarak değişimini gösteren eğriler.

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 beynit bölgelerindeki dönüşüm süresini uzattıkları ve daha düşük soğuma hızlarında martenzit oluşumunu kolaylaştırdıkları için sertleşme kabiliyetini artırır.

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



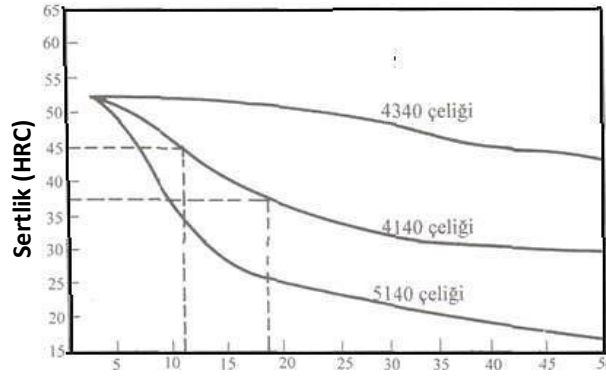
**Şekil 2.** AISI 8630 çeliği için Jominy deneyinden elde edilen verilerle CCT ve TTT (zaman-sıcaklık- dönüşüm) arasındaki ilişkilerin gösterimi.



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

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

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



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

Çeliklerin sertleşme yeteneği ya istenilen mesafedeki maksimum ve minimum sertlik değerlerine ya da istenilen sertliğe karşı gelen maksimum ve minimum mesafeye göre belirlenir. Bu derinlik, martenzit miktarının yüzeyden itibaren yarıya indiği ya da % 50 martenzit ve beynitin var olduğu mesafe olarak ifade edilmektedir. Yüksek sertleşebilirliğe sahip bir çeliğin karakteristik özelliği, yüksek sertleşme derinliği göstermesi veya büyük parçalar halindeyken bile tam olarak sertleşebilmesidir. Sertleşebilirlik ile sertlik farklı kavramlardır. Maksimum sertlik, çeliğin karbon miktarına bağlıdır. Sertleşebilirlik ise çeliğin kimyasal bileşimine (karbon ve alaşım elementleri) ve su verme sırasında östenit tane boyutuna bağlıdır. Çelik parçanın boyutları arttığı zaman soğuma hızı düşer ve çekirdek sertliği, ferrit ve perlit gibi fazların oluşumuna bağlı olarak azalır. Soğuma eğrisi, kritik soğuma hızının sağına kaydığında ise yüzey sertliğinde de azalma olur. Temel sertleşebilirlik verileri çelik tüketicileri ve ısıl işlemciler için önemlidir. Bu nedenle sertleşebilirliğin saptanabileceği çok sayıda basit yöntem geliştirilmiştir.

Bunlardan biri Grossman sertleşebilirlik deneyi diğeri ise Jominy uçtan su verme deneyidir. Çeliklerin sertleşebilirliklerinin ölçülmesinde Jominy uçtan su verme deneyi Grossman deneyine göre daha pratik ve daha az maliyetlidir.

#### **Sertleşebilirliğe Etki Eden Faktörler:**

Alaşım elementlerinden sertleşebilirliği en fazla C, B, Cr, Mn, Mo, Si ve Ni etkiler. Karbon, martenzitin sertliğini kontrol eder. Çelikte % 0,6'ya kadar C içeriği arttığında çeliğin sertliği artar. Daha yüksek seviyelerdeki karbon içeriği olduğu durumda, östenitten martenzite dönüşüm tamamlanamaz. Bu da yapıda kalıntı östenit bulunmasına sebep olur. Bu durumda yapıda martenzitin yanında östenit bulunacağından sertlik daha düşük seviyelerde kalır. Karbon miktarının yüksek olması malzemenin daha

gevrek bir davranış göstermesine neden olur ve daha sonra yapılacak olan işlemlerde sorunlar yaratabilir. Bu yüzden % 0,4 C'a kadar olan çeliklerde sertleşebilirlik kontrolü daha kolaydır. Bor, % 0,002 - 0,003 oranında çeliğe ilave edildiğinde % 0,5 Mo ilavesindeki etkiyi gösterir. Bor düşük karbonlu çeliklere ilave edildiğinde sertleşebilirlikte en büyük etkiyi gösterir. Cr, Mo, Mn, Si, Ni ilaveleri çelikte östenitten ferrit ve perlitte dönüşümü geciktirir. Bu elementler ara yüzeyde tane büyümesini engelleyerek sertleşebilirliği artırırlar. Östenit tane boyutunun artması ile sertleşebilirlik artar. Ferrit ve perlitin çekirdeklenmesi, östenit tane sınırında heterojen çekirdeklenme ile gerçekleşir. Östenit tane boyutunun artması çekirdeklenme için gereken bölgenin daha az olmasını sağlar ve faz dönüşümü gecikir. Bu yüzden östenitleme sıcaklığı yüksek seçilerek tane boyutunun büyük olması sağlanabilir. Bu durumda mikro yapı bir miktar kabalaşır, tokluk düşer.

### **Jominy Eğrilerinin Pratik Uygulamaları:**

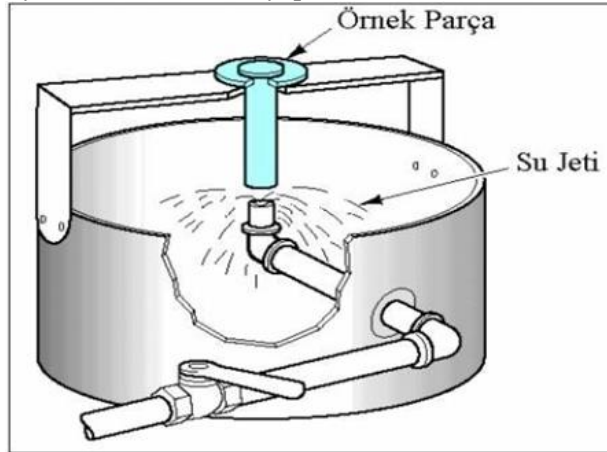
Jominy eğrileri, kalite kontrolde farklı sınıf çeliklerin sertleşebilme derinliklerini (yüzeyin altında istenen sertlik değerinin elde edilebileceği mesafe) kıyaslamak için kullanılır. Örneğin, bir tasarımda yüzeyin altından 2 mm mesafede sertlik değerinin 40 HRC olduğu bir çelik kullanılmak istendiğinde,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

Sertleşebilirlik, soğutma ortamına olduğu kadar malzemenin çapına ya da kesit kalınlığına da bağlıdır. Dolayısıyla, aynı sınıf çeliğe ait farklı çaplarda hazırlanmış deney numuneleri kullanılarak, numune çapı-Jominy mesafesi-sertlik arasındaki ilişkinin belirlenmesi de mümkündür. Örneğin, 39 mm çapındaki bir numunenin merkezindeki sertliğin, 50 mm çaplı numunede yüzeyden sadece 10 mm derinlikteki sertliğe ve son olarak 75 mm çaplı numunede yüzeyden 2 mm derinlikteki sertlikle aynı olması için Jominy eşdeğer soğuma (soğuma hızını) mesafelerinin (merkezde, 10 mm ve 2 mm derinlikteki) aynı olması gereklidir. Böyle bir durumun geçerli olabilmesi için, doğal olarak tüm numunelerin aynı ortamda sertleştirilmiş olması zorunludur. Jominy deneyi ile bir çelik için elde edilebilecek maksimum sertlik değeri ve sertleşme kabiliyeti (derinliği) sayısal olarak belirlenebilir. Çapa bağlı olarak su verme ortamındaki soğuma hızlarının bilinmesi durumunda, malzemeye ait Jominy eğrileri kullanılarak parçanın farklı derinliklerde alacağı sertlik değerleri de saptanabilir.

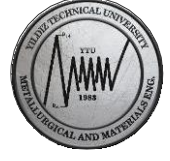
## **3. DENEYSSEL ÇALIŞMALAR**

### **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.



#### 4. DENEY RAPORUNDA İSTENİLENLER:

- 1040, 1060, 4140 çeliklerinin su verilmiş uçtan mesafeye bağlı olarak değişen sertliklerini çizin ve değişimleri 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.

#### 5. KAYNAKLAR

1. Honeycombe R W K and Bhadeshia H K D H, Steels: Microstructure and Properties, Edward Arnold, 1995.
2. Thelning, Karl-Erik, Steel and its Heat Treatment, Butterworths, 1975.
3. Llewellyn D T and Hudd R C, Steels: Metallurgy and Applications, 3rd Edition, Reed Educational and Professional Publishing, 1998.
4. ASM Handbook, Volume 4: Heat Treating, ASM International, 1991.

## DENEY 3: METALOGRAFİ

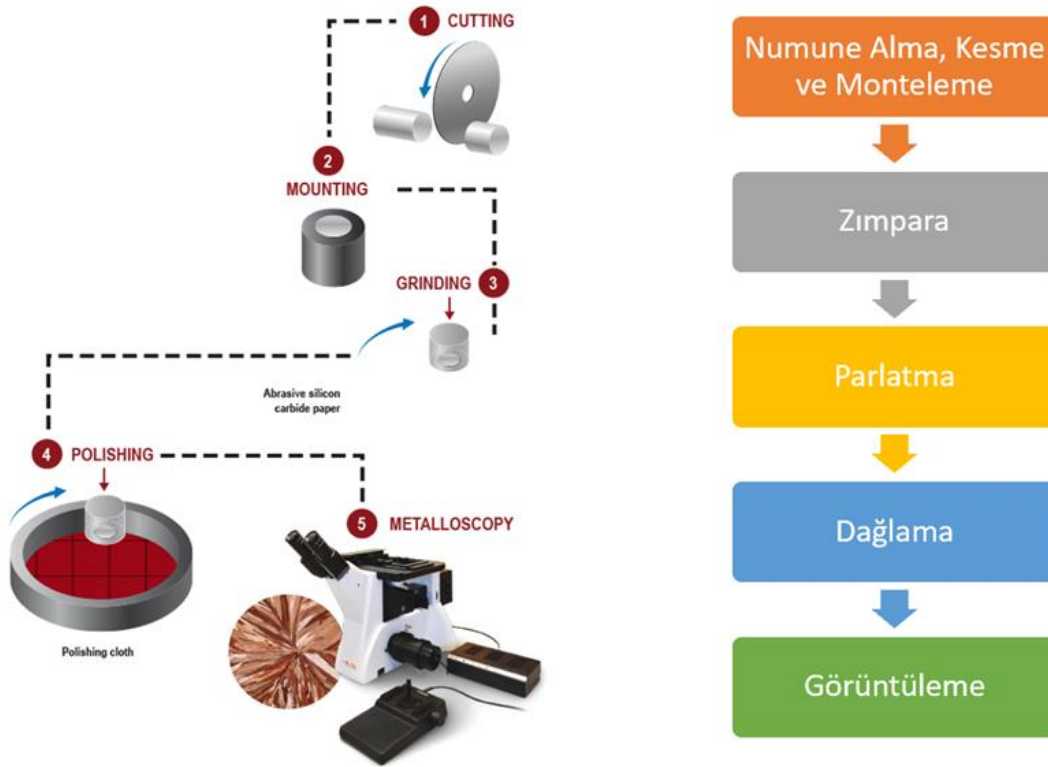
### 1. DENEYİN AMACI

Metalografi, metal ve alaşımlarının mikroyapısını inceleyen bir bilim dalıdır. Metalografinin temel amacı, bir metal veya alaşımın iç yapısını mikroskop altında detaylı bir şekilde inceleyerek malzemenin mekanik özellikleri, dayanıklılığı, termal davranışı ve işlenebilirliği gibi özelliklerini anlamaktır. Metalografi deneyi, mikroskopik inceleme için numune hazırlanması, zımpara, parlatma ve dağlama tekniklerinin öğrenilmesini hedeflemektedir [1].

Metalografik inceleme, malzemenin iç yapısını çeşitli aşamalarda (örneğin, döküm, ısıl işlem, deformasyon) gözlemleyerek, malzemenin performansını etkileyen faktörleri anlamak için kullanılır. Bu deney, mikroyapının grafiğini çıkarmak, tane boyutunu belirlemek, faz kompozisyonunu incelemek gibi adımları içerir. Elde edilen bilgiler, malzemenin üretim sürecini optimize etmek, kalite kontrolünü sağlamak ve kullanım ömrünü artırmak için kullanılır [2].

### 2. TEORİK BİLGİ

Malzemelerin yüzey topografyası veya iç yapı incelemelerinde mikroskopik inceleme öncesi numunelerin ön hazırlık işlemlerinden geçmesi gerekmektedir. Numune hazırlamadan mikroskopik incelemeye kadar metalografik çalışma yapılırken aşağıdaki aşamalar (Şekil 1) takip edilir.



Şekil 1. Numunelere uygulanan metalografik işlem basamakları.

#### I. NUMUNE ALMA, KESME ve MONTELEME

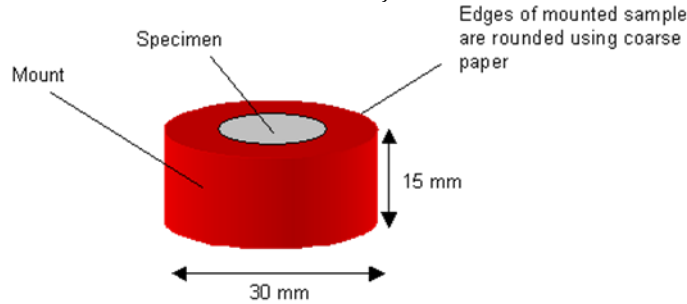
Metalografide numune alma, bir malzemenin iç yapısını incelemek amacıyla kullanılacak olan numunenin seçilmesi ve örnek alınması sürecidir. İncelenecek numune, hakkında bilgi edinilmek istenen bir bütünü temsil eder nitelikte olmalıdır. Numuneler ana parçadan kesilirken numunenin

ısınmamasına ve aşırı deforme olmamasına özen gösterilmelidir. Prensipte olarak kesme işlemi numunede en az ısınma ve en az deformasyon meydana getirmeli ve malzeme kaybını minimumda tutmalıdır (özellikle küçük parçalar için). Bu durumların meydana gelmesi mikroyapının değişmesine neden olabilir. Kesme işlemi el testeresi, torna motorlu testere gibi yöntemlerle yapılabilir. En ideal kesme yöntemlerinden biri su soğutmalı döner disk kullanımınıdır. Numune alma ve kesme aşamalarında dikkat edilmesi gerekli hususlar aşağıda verilmiştir.

- **Numune Seçimi:** Numune, malzemenin temsilcisi olacak şekilde seçilmelidir. Homojen bir yapıyı temsil etmesi, analiz sonuçlarının güvenilirliğini artırır. Numunenin alınacağı yer, malzemenin özelliklerini en iyi yansıtan bölge olmalıdır.
- **Numune Boyutu ve Şekli:** Numunenin boyutu, kullanılacak ekipman ve analiz yöntemlerine bağlı olarak uygun seçilmelidir. Numune şekli, analiz amaçlarına uygun olarak belirlenmelidir.
- **Kesme İşlemi:** Kesme işlemi, numunenin iç yapısının bozulmadan korunabilmesi için dikkatlice yapılmalıdır. Kesme sırasında kullanılacak malzeme, numunenin özelliklerini etkilememeli ve zarar vermemelidir.
- **Soğutma Yöntemi:** Kesme işlemi sırasında kullanılan soğutma yöntemi, numunenin termal deformasyonunu önlemek amacıyla önemlidir. Soğutma sıvısı veya soğuk hava kullanılabilir.
- **Numune Kenarları:** Numunenin kenarları, kesildikten sonra düzgün bir şekilde işlenmelidir. Kesim sırasında oluşabilecek deformasyonları en aza indirmek için kenarlar düzeltilir.
- **Temizlik ve Kontaminasyon:** Numune temiz olmalı ve dış etkenlerden korunmalıdır. Ayrıca, numunenin temizliği, analiz sonuçlarını doğru bir şekilde yorumlamak için çok önemlidir.

### Monteleme (Sıcak Monteleme/Soğuk Monteleme)

Metalografik numune hazırlama işlem basamaklarında (örneğin, zımparalama, parlatma gibi) elle tutulamayan numunelerin daha kolay tutulabilmesini sağlamak amacıyla uygulanmaktadır. Sıcak monteleme için, hazneye yerleştirilen numune ve bakalit tozları yaklaşık 150-190 °C sıcaklık ve belirli bir basınçta belirli bir süre bekletildikten sonra soğutulur ve dışarı alınır. Sıcak kalıplama için epoksi, akrilik ve bakalit reçineler kullanılabilir. Fakat en çok kullanılan bakalit olduğu için bu işlem “bakalite alma” olarak da bilinmektedir. Sıcak montelenmiş numuneye ait gösterim Şekil 2’de sunulmuştur. Soğuk monteleme oda sıcaklığında yapılır. Dışarıdan basınç veya sıcaklık uygulanmaz. Reçine ve sertleştirici karıştırılarak kalıp içine ters konulmuş numunenin üzerine dökülür. Akrilik, polyester, epoksi reçineler kullanılabilir. Belirli bir süre sonra reçine donar ve numune kalıptan çıkartılır.

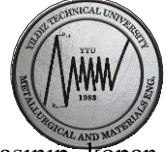


Şekil 2. Sıcak montelemeye ait gösterim.

## II. ZIMPARA

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 inç<sup>2</sup> (2,54 cm<sup>2</sup>) başına düşen aşındırıcı tanecik sayısına göre sınıflandırılır. İnç<sup>2</sup> başına düşen tanecik sayısı arttıkça zımpara numarası büyür. Numuneler, kaba zımparadan inceye doğru sırasıyla örneğin 60, 120, 180, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200, 2000 no’lu zımparalarla zımparalanabilirler. Zımparalama işlemi bir aşındırma işlemidir. Her aşındırma işleminde bir önceki işlemde yüzeyde kalan aşındırıcı izlerini giderecek şekilde zımpara büyüklüğü seçilmelidir. Böylece yüzey pürüzlülüğü giderek azaltılır. Zımparalama





işlemi eşnasında su kullanılır. Yaş zımparalama uygulanarak numune yüzeyinden aşınıp kopan parçacıklar ortamdaki uzaklaştırılır. Aksi halde kopan parçacıklar yüzeye zarar verebilir. Ek olarak, yaş zımpara numune yüzeyinin ısınmasını da engeller.

### III. PARLATMA

Parlatma, düzgün ve çiziksiz bir yüzey elde etmede en son aşamadır. İnce 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 (örneğin elmas süspansiyon) 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. Parlatmanın yeterli olup olmadığının görülmesi için gözle ve optik mikroskopta 100X büyütmede bakılır. Gözle bakıldığında ayna parlaklığında olmalı ve mikroskop ile bakıldığında çizik görülmemelidir.

### IV. DAĞLAMA

Parlatma işlemi sonucunda elde edilen yüzey bazı malzeme parametrelerinin incelenmesi açısından uygundur. Parlatılmış yüzeylerde yapılabilecek bazı inceleme türleri şunlardır: Kalıntı incelenmesi, Dökme demirlerin türünün belirlenmesi ve grafit yoğunluğu sınıflandırılması, Çatlak incelemeleri, Porozite incelemeleri, Bazı ikici fazların dağılımlarının incelenmesi, Bazı kaplamaların incelenmesi, vb. Fakat parlatılmış yüzeyler ışığı eşit miktarda yansıttığından yapının detayları gözlenemez; bunu sağlamak için yapıda kontrast oluşturmak gerekir; bunun için dağlama yapılır. Dağlamada kullanılan dağlayıcılarla metal anodik olarak çözünür. Amaç ya fazların kendi aralarında ya da değişik fazlar arasında farklı çözünme hızlarından faydalanarak ışık metal mikroskobu için gerekli optik kontrastı yaratmaktır. Dağlayıcılar alkol, saf su gliserin gibi sıvılarda veya bunların karışımında hazırlanmış organik veya inorganik asitler, alkaliler veya bunların kombinasyonudur. Her metal yapısına veya bileşimine göre uygun bir dağlayıcı ile dağlanmalıdır. Aksi halde yeterli kontrast oluşmaz ve görüntüleme istenilen sonuç elde edilemez [3], [4]. (Örneğin; nitrik asit çözeltisi: çelik numune için Nital 2 (2 ml Nitrik asit + 98 ml alkol karışımı) veya alüminyum için hidroflorik asit (HF) dağlayıcı)

### 3. DENEY MALZEMELERİ ve EKİPMANLAR

- İncelenecek numune
- Sıcak monte cihazı / Bakalit tozu
- Zımpara cihazı / Farklı numaralarda aşındırıcı zımpara kağıtları
- Parlatma cihazı / Parlatma çuhası / Parlatma solüsyonu
- Dağlama için incelenecek numuneye uygun dağlayıcı
- Görüntüleme için ışık metal mikroskobu

### 4. DENEYİN YAPILIŞI

İncelenecek numune elle tutulabilirliğini kolaylaştırmak amacıyla sıcak monte ile kalıplama (bakalite alma) işlemi gerçekleştirilecektir. Ardından numune kaba zımparadan ince zımparaya doğru olacak şekilde zımparalanacaktır. Bu işlemde her zımpara kâğıdı değişiminde numune 90° döndürülerek yüzey pürüzlülüğünün giderek azaltılması sağlanmalıdır. Zımparadan sonra numune yüzeyine ayna parlaklığı kazandırmak için parlatma işlemi uygulanacaktır. Daha sonra incelenecek numuneye uygun olarak hazırlanmış dağlayıcı ajan numune yüzeyine uygulanacaktır. Son aşamada görüntülemeye uygun olarak hazırlanmış numune ışık mikroskobu altında görüntülenerek inceleme yapılacaktır.

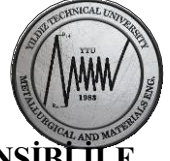
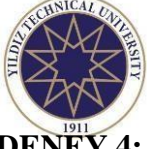


## 5. DENEY RAPORUNDA İSTENENLER

- **Kapak Sayfası:** Formata uygun olarak; Amblem, Ders Bilgileri, Deney Sorumlusu, Öğrenci Ad-Soyad/Öğrenci Numarası Bilgileri ve Grup Numarası İçeren
- **Teorik Bilgi:** Deney süresince ilgili konu hakkında aktarılmış olan bilginin öğrenci tarafından hazırlanmış özgün bir özeti
- **Deneyel Kısım:** Deneyde kullanılan malzeme ve donanımlar; Deneyin uygulama koşulları ve deney sırasına uygun olarak açıklanmış işlem basamakları (neden ve sonuçları ile birlikte)
- **Değerlendirme:** Deney sonunda elde ettiğiniz numune görüntüsünün öğrenci tarafından yorumlanması, mevcut literatürdeki verilerin araştırılarak deney kapsamında elde edilen sonuçlar ile kıyaslanması

## 6. KAYNAKLAR

- [1] Di Gianfrancesco, A. (2017). Technologies for chemical analyses, microstructural and inspection investigations. In *Materials for ultra-supercritical and advanced ultra-supercritical power plants* (pp. 197-245). Woodhead Publishing.
- [2] Song, B., Wen, S., Yan, C., Wei, Q., & Shi, Y. (2020). *Selective Laser Melting for Metal and Metal Matrix Composites-Materials Characterization*. Academic Press.
- [3] Mandal, M., Aashranth, B., Samantaray, D., & Vasudevan, M. (2023). Improvements in the Metallography of Ferritic–Martensitic Steels Through a Color Etching Procedure. *Metallography, Microstructure, and Analysis*, 12(1), 49-61.
- [4] Ashkenazi, D. (2023). Short Discussion Concerning the Metallography, Microstructure, and Analysis (MMA) 2023 Special Issue on Archaeometallurgy. *Metallography, Microstructure, and Analysis*, 12(5), 738-741.



## DENEY 4: TOZ METALURJİSİ İLE PARÇA ÜRETİMİ VE ARŞİMET PRENSİBİ İLE YOĞUNLUK ÖLÇÜMÜ

### 1. DENEYİN AMACI

Metal ve metalsel alaşımların tozlarını ergitmeden, basınç ve sıcaklık yardımıyla, dayanıklı cisimler haline getirilmesidir. Sinterleme denilen bu ısıl işlem, ergitmenin yerini tutmakta ve kullanılan metal tozunun ergime noktasının altındaki bir sıcaklıkta yapılmaktadır. Tek bileşenli tozların sinterlenmesinde, sinterleme sıcaklığı malzemenin ergime sıcaklığının altında (yaklaşık olarak ergime sıcaklığının %80'i) bir sıcaklık alınabilir. Çok bileşenli sistemlerde ise sinterleme sıcaklığı, bileşenlerden ergime sıcaklığı en düşük olanın ergime sıcaklığının hemen altında seçilebilir. Bu tür sinterleme işlemlerine katı faz sinterlemesi denir. Ayrıca çok bileşenli sistemlerde sinterleme sıcaklığı bileşenlerden en az birisinin ergime sıcaklığının üstünde alınabilir, bu tür sinterleme işlemlerine de sıvı faz sinterlemesi denir.

### 2. TEORİK BİLGİ

#### *Neden Toz Metalurjisi İmalat Yöntemi?*

T/M ile imal edilen parçalar bu yöntemin tercih edilmiş sebebine bağlı olarak iki ana grupta incelenebilirler.

1.Grup: Başka yöntemlerle de imal edilebildikleri halde T/M yönteminin daha ekonomik olduğu parçalar.

2.Grup: Başka yöntemlerle imalatı mümkün olmayıp T/M'nin tek alternatif olduğu parçalar.

#### *Toz Metalurjisi Süreçleri*

Toz metalurjisi tekniği temel olarak 3 kademedен oluşmaktadır.

1. Toz üretimi,
2. Presleme (Toz partiküllerini çeşitli işlemlerle tek parça komponent haline getirilmesi),
3. Sinterleme ve gerekiyorsa ikincil işlemler ile nihai parça üretimi

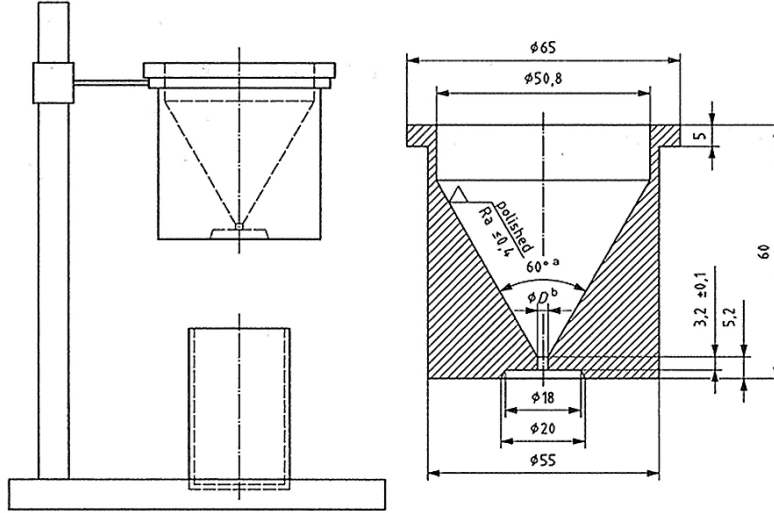
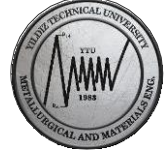
## BÖLÜM 1.1 GÖRÜNEN YOĞUNLUK (YAŞ YOĞUNLUK)

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

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

### **1.1.3 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 düşümle 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 deneyle ilgili bütün koşullar ve deneyin yapılışı TS EN ISO 3923-1 standardında belirlenmiştir. *Şekil 1.1*'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 1.1 Yığma Yoğunluğunun Ölçülmesi.

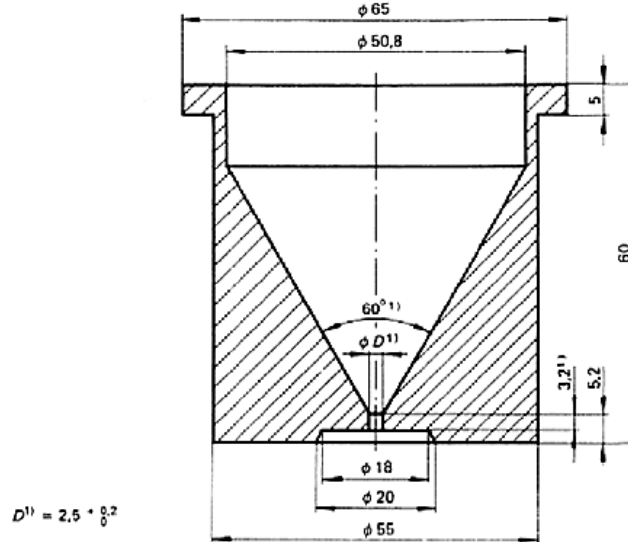
## **BÖLÜM 1.2: AKICILIK TESTİ**

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

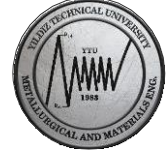
**1.2.2 KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER:** Terazi, metal tozu, standart deney tertibatı, kronometre.

### **1.2.3 TEORİK BİLGİ VE DENEYİN YAPILIŞI:**

Bu testin amacı toz 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 (TS EN 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 boyutu düştükçe akıcılık da artar.



Şekil 1.2 Akıcılığı Saptamaya Yarayan Bir Deney Hunisi Şematik Olarak Verilmiştir.



## **BÖLÜM 1.3: PRESLEME**

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

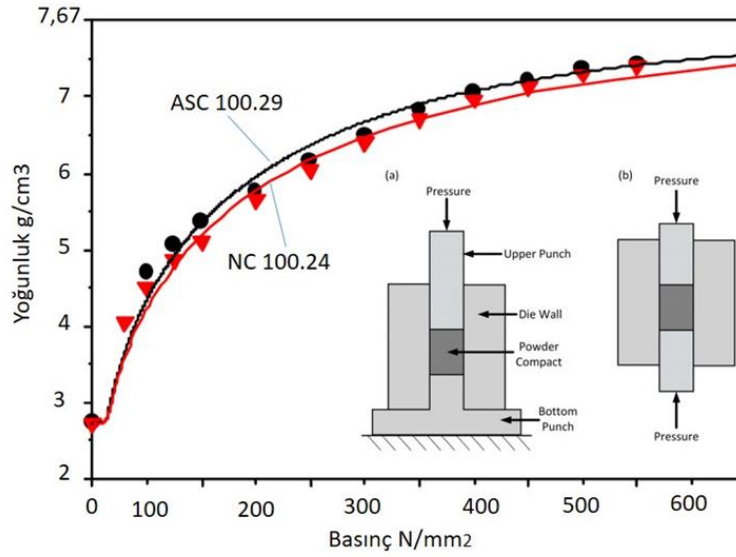
**1.3.2 KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER:** Metal tozu, kalıp, pres.

**1.3.3 TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI:**

Toz Metalurjisinde yoğunlaştırma ikinci önemli prosestir. 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 çoğunlukla 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 1.3 İki ticari demir tozu için yoğunluk-basınç ilişkisi.

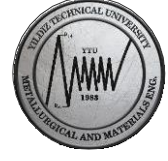
- \* Basınç ↑ , Yoğunluk ↑ , Gözenek ↓
- \* Gözenek ↑ , Yoğunluk ↓
- \* Gözenek ↑ , Dayanım ↓
- \* Gözenek ↑ , Yağlama yeteneği ↑

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

## **BÖLÜM 1.4: PRESLENEBİLİRLİK (GREEN DENSITY)**

**1.4.1 DENEYİN AMACI:** Tozun presleme sonrası ve teorik yoğunluğunun tespiti.

**1.4.2 KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER:** Terazi, metal tozu, pres, kumpas, kalıp.



### 1.4.3 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

$$6,65 \text{ gr/cm}^3 \text{ ise, Fe:}7,87 \text{ gr/cm}^3 \\ (6,65 : 7,87) \times 100 = \% 84,5 \rightarrow \% \text{ Teorik yoğunluğu verir.} \\ \% 84,5 \text{ Dolu} \\ \% 15,5 \text{ Gözenek}$$

## **BÖLÜM 1.5: METAL TOZLARINA UYGULANAN SİNERLEME PROSESLERİ**

**1.5.1 DENEYİN AMACI:** Sinterleme proses koşullarının yapı ve özelliklere etkisi.

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

### 1.5.3 TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI:

Sinterleme; preslenmiş toz malzemenin şeklini bozmadan yapılan ısıl işlemdir. 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.

**Çizelge 1.1** 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

## 3. KAYNAKLAR:

- [1] Toz Metalurjisi Ders Notları, Adem BAKKALOĞLU, 2015.
- [2] Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Randall M. GERMAN, 2007
- [3] Höganäs Handbook For Sintered Components, 1997.
- [4] Powder Metallurgy Science, Randall M. GERMAN, 1994.
- [5] ASM Handbook Volume 7, Powder Metallurgy, 1993.
- [6] TS EN ISO 3923-1 Metal tozlar- Görünür yoğunluk tayini- Bölüm 1: Huni metodu
- [7] TS EN ISO 4490 Metalik tozlar-Kalibre edilmiş huni vasıtası ile akış süresinin tayini (hall flowmetre) ölçme metotları

## DENEY 5: POLİMER KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ

### 1. DENEYİN AMACI

Plastik matrisli E-Camı takviyeli kompozit plakaların üretilmesi ve bu plakalardan alınan numunelere darbe deneyi yapılarak kırılma analizi yapılması.

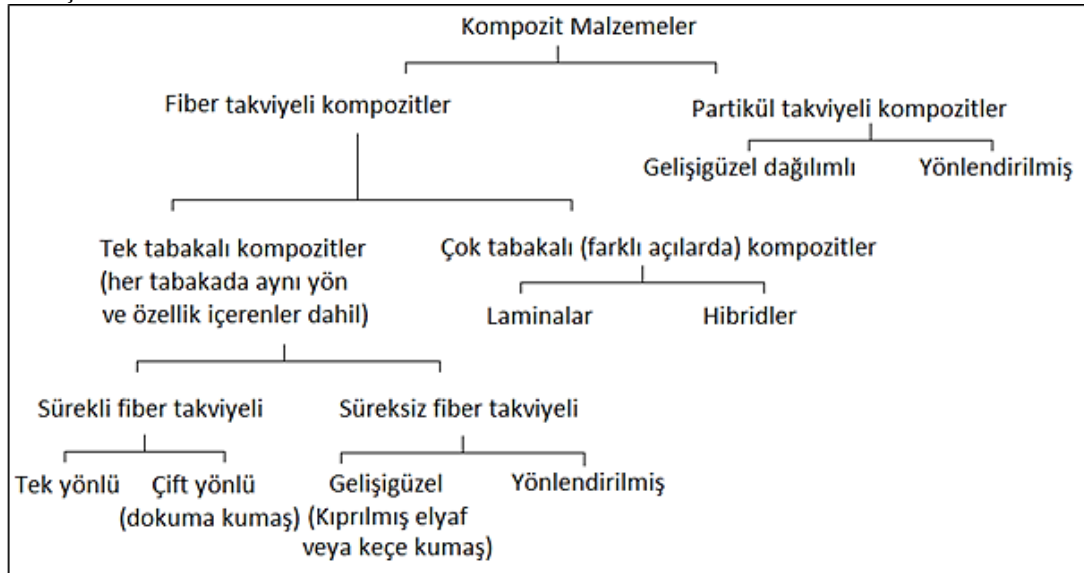
### 2. TEORİK BİLGİ

#### 2.1. Deney Prensipleri

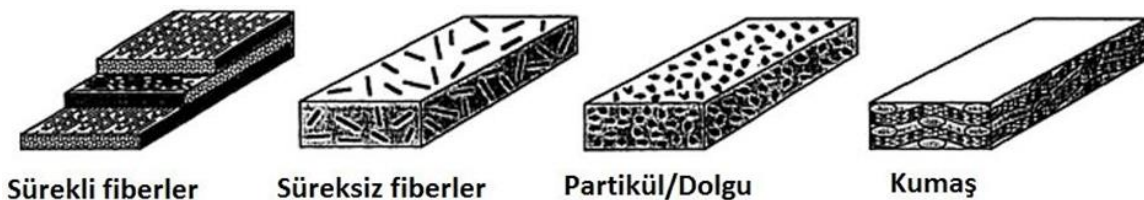
Birbirinden farklı en az iki malzemenin aralarında bir ara yüzey oluşturarak, kimyasal bağ yapmaksızın oluşturdukları yeni malzeme grubuna kompozit denir. Temel olarak kompozit malzemelerin iki ana bileşeni vardır.

Matris fazı kompozit malzemenin ana bileşenini oluşturur. Temel görevi takviye (fiber) bileşeninin etrafını sararak yapıyı kararlı bir şekilde bir arada tutmaktır. Bir diğer görevi ise, uygulanan herhangi bir kuvveti, tahribata uğramadan, ara yüzey bağı vasıtasıyla takviye fazına iletmek ve dağıtmaktır. İdeal bir matris malzemesi, elyafları uygun şekilde çevreleyerek çok iyi kaplayabilmelidir.

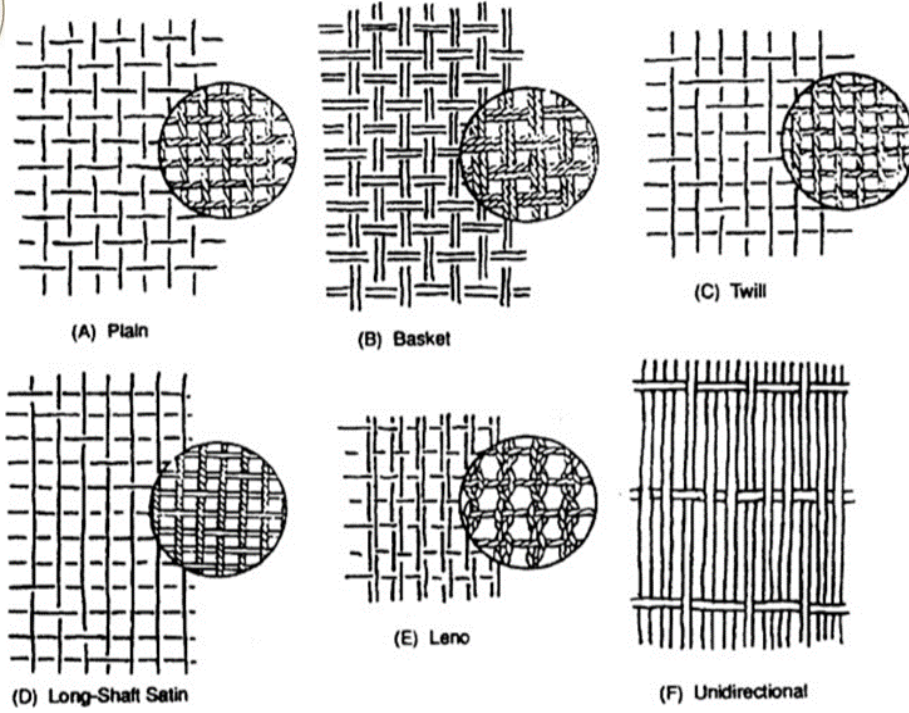
Kompozitlerde yük taşıyıcı ana eleman takviye fiberlerdir. En yaygın kullanılan ve maliyeti en ucuz olan takviye türü cam elyaflardır. Aramid ve karbon elyafları ise hem mekanik özellikleri hem de maliyeti yüksek olan takviye türleridir. Takviyeler farklı şekillerde de bulunmaktadır. Şekil 1'de kompozitlerin takviye şekil ve dağılımlarına göre sınıflandırılması görülmektedir. Şekil 2'de ise bu türlerin yapı içerisindeki durumları örneklendirilmiştir. Son olarak Şekil 3'te de farklı dokuma türleri gösterilmiştir.



Şekil 1. Kompozitlerin takviye şekil ve dağılımlarına göre sınıflandırılması.



Şekil 2. Farklı takviye türleri.



Şekil 3. Çeşitli dokuma kumaş türleri.

## 2.2. Kompozit Malzemelerin Matrislerine Göre Gruplandırılması

- **Plastik Matrisli Kompozitler (PMCs):** Günümüzde en yaygın olarak kullanılan kompozit türüdür. Tüm kompozitlerin içinde yaklaşık % 97 kullanım oranına sahiptir. Sürekli veya süreksiz tarzda fiberlerle desteklenebildiği gibi partikül ile de takviyelendirilebilirler.
- **Metal Matrisli Kompozitler (MMCs):** Plastik matrisli kompozitlerinden sonra en çok kullanım alanına sahip gruptur. Genellikle partikül takviyeli olarak kullanılan metal matrisler aşınma dayanımı gerektiren yerlerde kullanılmaktadır. Ayrıca alüminyumdan üretilen bal peteği yapısı da bu grupta yer almaktadır.
- **Seramik Matrisli Kompozitler (CMCs):** Çok yaygın bir kullanıma sahip değillerdir. Diğer grupların aksine gevrek bir matrise sahiptir. Bu gruptaki kompozitler sünek liflerle takviye edilerek gevrek matrisin tokluğu artırılmaktadır.

## 2.3. Plastik Matrisli Kompozitler

Plastik matris, sağladığı pek çok avantajla en çok kullanılan kompozit türüdür. Bu yüzden kompozitin özelliklerini öğrenmek için plastiğin tanımak önemlidir. Plastikler; karbon, hidrojen, oksijen, azot ve diğer organik ya da inorganik elementler ile oluşturduğu monomer adı verilen, basit yapıdaki moleküllü gruplardaki bağın koparılarak, polimer adı verilen uzun ve zincirli bir yapıya dönüştürülmesi ile elde edilen malzemelerdir. Plastik matris genel olarak iki gruba ayrılır:

**a) Termosetler:** Epoksi, polyester, vinilester, fenolik reçineler

**b) Termoplastikler:** PE (polietilen), PP (polipropilen), PS (polistiren), PET (polietilen tereftalat), PBT (polibütilen tereftalat), PA (poliamid), PPS (polifenilen sülfid), PEEK (polieter eter keton),...

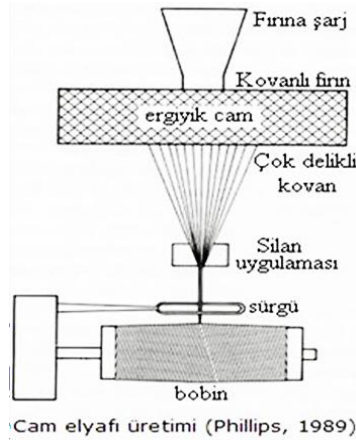
İçerdikleri takviyeye göre ise aşağıdaki gibi bir sınıflandırma yapılabilir:

- Plastik-Plastik Kompozitler
- Plastik-Metal Kompozitler
- Plastik-Seramik Kompozitler
- Plastik-Köpük Kompozitler



## 2.4. Plastik Matrisli Kompozitlerin Üretim Yöntemleri

Cam elyafı, silika, kolemanit, alüminyum oksit, soda, magnezyum oksit gibi geleneksel cam üretim hammaddelerinden üretilmektedir. Hammadde çok ince öğütülerek, homojen bir karışım elde etmek üzere karıştırılır ve yaklaşık 1600 °C sıcaklıkta çalışan bir ergitme fırınına beslenir. Burada karışım yavaşça sıvı hale geçer. Prosese uygun olarak yerleştirilmiş bir sarma sistemi ile 50-70 m/sn gibi yüksek bir hız ile daha sonraki uygulama türüne bağlı olarak 5-20 mikron çapında çekilen cam lifleri mandrel üzerine sarılarak bir bobin üzerinde toplanır. Cam lifleri, demet haline getirilmeden önce, bağlayıcı adı verilen bir kimyasal bileşim ile kaplanır. Bağlayıcı cinsi, kompozit malzeme içinde cam elyafının performansını etkileyen en önemli faktörlerden birisidir. Kompozitin mukavemeti, reçine-cam bağının kuvveti ile orantılıdır. Bu bağın kuvveti, kullanılan bağlayıcı içindeki bağlama gruplarının cinsine bağlıdır. Bağlayıcı, "film oluşturuvcu", "bağlama grupları", "antistatik katkı", "plastifiyan", "lübrikant" malzemelerin karışımından oluşmaktadır.



Cam elyafı üretimi (Phillips, 1989)

Şekil 4. Cam elyaf üretimi.

## 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 3.1. Kullanılan Aletler ve Cihazlar

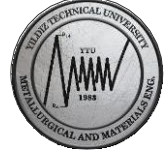
- Deney standartlarına uygun fiber takviyeli kompozit numuneler
- Dijital kumpas
- Darbe cihazı

### 3.2. Kullanılan Standartlar ve Metotlar

- TS EN ISO 527-4: Plâstikler – Çekme özelliklerinin tayini – Bölüm 4: İzotropik ve ortotropik elyaf takviyeli plâstik kompozitler için deney şartları
- TS EN ISO 14125: Plastik kompozitler - elyaf takviyeli – eğilme özelliklerinin tayini
- TS EN ISO 179-1: Plastikler – Charpy darbe özelliklerinin tayini-Bölüm 1: Ölçü aletsiz darbe deneyi

### 3.3. Kullanılan Malzemeler

- Takviye elemanı: E-camı dokuma veya keçe kumaşı
- Matris malzemesi: Ortoftalik bazlı doymamış polyester reçine
- Reçine hızlandırıcı ajanı: Kobalt oktoat
- Reçine başlatıcı ajanı (Dondurucu): Metil Etil Keton (MEK) Peroksit
- Dozajlama pipetleri (Pasteur Pipetleri)
- Reçine karıştırma kabı
- Karıştırıcı
- Kalıp
- Katı ve sıvı kalıp ayırıcılar
- Fırça
- Aseton veya tiner
- Plastik eldiven



### 3.4. Deneyin Yapılışı

- I. Kalıba kalıp ayırıcı sürülerek kurumaya bırakılır.
- II. Kullanılacak takviye malzemesi kalıba uygun boyutlarda kesilir ve ağırlığı ölçülür.
- III. Ölçülen takviye malzemesinin dört katı kadar reçine bir kap içinde gerekli oranlarda önce hızlandırıcı ajanla ardından başlatıcı ajanla karıştırarak hazırlanır. (Hızlandırıcı ve başlatıcıyı birbirleri ile şiddetli kimyasal tepkime verdiği için aynı anda konulmamalıdır!)
- IV. Kuruyan kalıp ayırıcı üzerine bir miktar reçine fırça ile sürülür.
- V. Üzerine bir kat takviye kumaş yerleştirilir.
- VI. Reçine, fırça ile takviye kumaşın üzerine hafif baskı uygulayarak yedirilir.
- VII. İkinci tabaka takviye kumaş yerleştirilip, işlemler yeterli kalınlığa gelene kadar tekrarlanır.
- VIII. Reçine kürleninceye kadar beklenir.
- IX. Aseton ile fırça, kap ve pipetler temizlenir.

### 3.5. Numune Hazırlama ve Darbe Deneyinin Yapılışı

Farklı katman kalınlıklarındaki numunelerinin boyutları ölçülecek, üç ölçümden minimum değer alınarak kesit alanı hesaplanacak. Bu aşamayı her öğrenci dijital kumpası kullanarak yapacaktır. Numune darbe cihazına yerleştirilerek deney gerçekleştirilecektir. Darbe enerjisi ölçülecek, numuneler kıyaslanacak ve kopma şekilleri incelenecektir.

## 4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

### 4.1. Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

Kompozit parça üretim kademeleri detaylı olarak gözlenecektir. Farklı katman kalınlıklarındaki malzemeler kıyaslanacaktır. Deneyler sonucu numunelerde kırık analizleri yapılacak. Numune kırık kesitlerinde yapılan incelemeler sonucu kompozitlerin temel hasar sebeplerinden fiber sıyırılması (fiber pull-out) ve delaminasyon problemleri gözlenecektir.

### 4.2. Hesaplamalar ve Ödevler

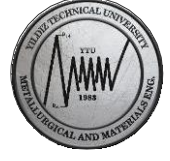
Darbe enerjisi Joule (J) cinsinden cihaz üzerinden okunacak, numune kesit alanına bölünerek darbe dayancı bulunacaktır.

### 4.3 Deney Raporunda İstenilen Bilgiler

- Kompozit malzemelerin tanımı, sınıflandırılması, çeşitleri ve örnekleri.
- Matris malzemesi olarak kullanılan plastik malzemeler hakkında genel bilgi, çeşitleri, örnekleri.
- Plastik matrisli kompozit malzeme üretim yöntemleri hakkında özet bilgi.
- Fiber malzemesi olarak kullanılan cam fiberler hakkında genel bilgi.
- Kullanılan malzemelerin tanımlanması.
- Kompozit üretiminin uygulanışı.
- Darbe dayancının hesaplanması
- Numunelerin sonuçlarının kıyaslanması.
- Kırık kesit analizi.
- Kullanılan kaynakların rapor sonunda belirtilmesi.

## 5. KAYNAKLAR

- 1) Autar K. Kaw, Mechanics of Composite Materials, Taylor & Francis Group, 2006
- 2) Robert M. Jones, Mechanics of Composite Materials (2. Edition), Taylor & Francis, 1999
- 3) Sanjay K. Mazumdar, Composites Manufacturing: Materials, Product, and Process Engineering, CRC PRESS, 2001
- 4) Alan Baker, Stuart Dutton, and Donald Kelly, Composite Materials for Aircraft Structures Second Edition, American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2004
- 5) Peters, S.T., Handbook of Composites (2nd Edition), Kluwer Academic Publishers, 1998
- 6) A.R. Horrocks & S.C. Anand, Handbook of Technical Textiles, Woodhead Publishing Limited, 2000
- 7) Hull, Derek, An Introduction to Composite Materials, The Press Syndicate of the University of Cambridge, 1981 www.camelyaf.com



## DENEY 6: CEVHER HAZIRLAMA

### 1. DENEYİN AMACI

Bu deney kapsamında kırma, öğütme ve boyuta göre ayırma kademelerinin incelenmesi, proses parametrelerinin saptanması ve cevher zenginleştirme işlemlerinden biri olan flotasyon işleminin incelenmesi amaçlanmaktadır.

### 2. TEORİK BİLGİLER

#### 2.1 CEVHER HAZIRLAMADA GENEL TERİMLER

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

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

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

**Tenör:** Bir cevher içerisindeki metal yüzdesidir.

#### 2.2 CEVHER HAZIRLAMA VE ZENGİNLEŞTİRME

Doğada bulunan düşük tenörlü cevherin içerisindeki ana metal mineralinin yüzdesinin yükseltilmesi işlemdir. Ana metal minerali ile gang minerallerinin farklı özelliklerinden yararlanılarak mineraller birbirinden kısmen ayrılarak cevher hazırlama veya zenginleştirme işlemi ile gerçekleştirilir (*Şekil 1*). Cevher hazırlama ekonomik ve teknolojik sebeplerden dolayı uygulanır.

##### a) Cevher Hazırlamayı Gerektiren Teknolojik Nedenler

Bazı cevherlerin, teknolojik olarak üretilebilmesi için belli koşulları (tane boyutu, tenör ve element içeriği) sağlaması gerekmektedir. Örneğin, pik demir üretiminde kullanılan demir cevherinin tane boyutu 10-100 mm olmalıdır. Bunun için kırma, öğütme ve sinterleme-peletleme uygulanmaktadır. Ayrıca %P ve %Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O<%0,1 olmalıdır.

##### b) Cevher Hazırlamayı Gerektiren Ekonomik Nedenler

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

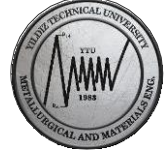
#### 2.2.1 CEVHER HAZIRLAMA İŞLEMLERİ

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

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

**Eleme:** Elekler yardımı ile yapılan boyut tasnifidir.

**Zenginleştirme:** Minerallerin yoğunluk, manyetik, elektriksel ve yüzey özelliklerinden yararlanılarak kısmen birbirinden ayrılmasıdır.



### **2.2.1.1 KIRMA**

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

Kırmada uygulanan kuvvetler; darbe, sıkıştırma veya ezme, kesme ve sürtünme kuvvetleridir. Kırma işlemi için kullanılan cihazlar kırıcı olarak adlandırılır. Çok çeşitli şekil, yapı ve boyutlarda makinalar cevher hazırlama işlemlerinde kullanılmaktadır. Kırma 200-0,5 cm arasındaki tane boyutlarına uygulanmaktadır. 200-10 cm arasında yapılan kırmaya iri kırma; 10-0,5 cm arasında yapılan kırmaya ise ince kırma adı verilmektedir. Çeneli, konili ve **çekimli kırıcılar** cevher hazırlama tesislerinde en yaygın olarak kullanılan kırıcı tipleridir.

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

### **2.2.1.2 ÖĞÜTME**

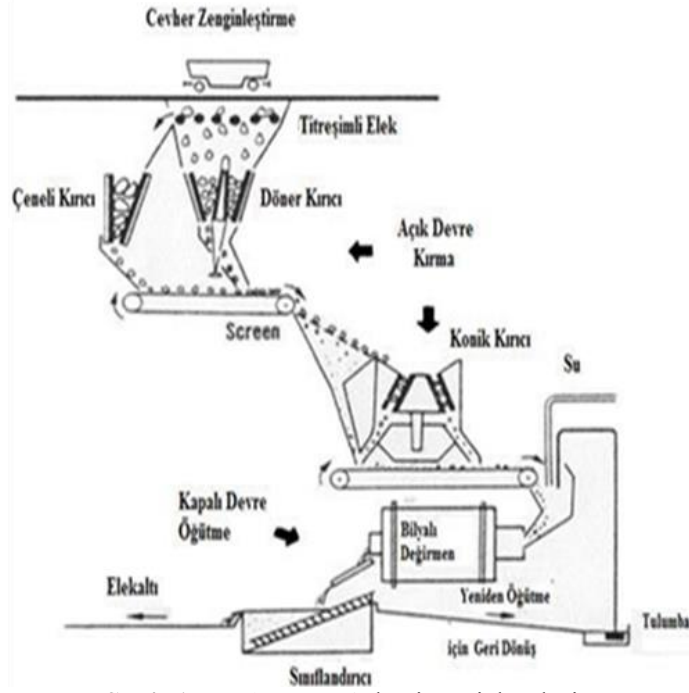
Öğütme, kırma sonrası boyut küçültme işleminin son aşamasıdır. Cevherin içerdiği farklı minerallerin birini diğerinden serbest hale getirmek, prosese uygun boyut ya da yüzey alanı veya kullanım amacına uygun boyut sağlamak amacı ile yapılmaktadır. Öğütmede uygulanan kuvvetler; **darbe, sıkıştırma veya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

Öğütme işlemi için kullanılan cihazlar **değirmen** olarak adlandırılır. Değirmenler, öğütme devrelerinde, öğütülecek cevhere ve öğütme sonrası istenilen ürünün boyutuna göre seçilir. **Bilyalı ve çubuklu değirmenler** cevher hazırlama tesislerinde en yaygın olarak kullanılanlarıdır. Öğütme, prosesin akışına ve cevherin durumuna göre **yaş** ya da **kuru** olarak yapılır. Öğütme şekline göre, sistemdeki sınıflandırıcı ve diğer proses makinaları seçilir. Kuru öğütme, yaş öğütme ile karşılaştırıldığında yaklaşık 1,3 kat daha fazla güç gerektirir. İstenilen boyuta öğütülmüş malzemenin öğütme devrelerinden alınması ya da malzemenin boyutuna göre sınıflandırılmasında; uygulanan prosese, cevherin yapısına, boyutuna, fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre değişik sınıflandırıcılar kullanılır. Bunlar; **hidrosiklonlar, mekanik sınıflandırıcılar (spiral sınıflandırıcılar, taraklı sınıflandırıcılar, katı merkezkaç sınıflandırıcılar), havalı sınıflandırıcılar** olarak bilinmektedirler.

### **2.2.1.3 ELEME**

Eleme katı bir malzeme karışımını elekler kullanarak farklı boyutlardaki bileşenlerine ayırma işlemidir. Eleme işleminde kullanılan elekler büyüklüklerine göre sınıflandırılırken "mesh numarası" kavramı kullanılır. Mesh numarası bir elekte birim alan (inç<sup>2</sup> veya mm<sup>2</sup>) başına düşen delik sayısını göstermektedir. Eleme ile elek altı ve elek üstü olmak üzere iki ürün elde edilir. Endüstriyel elekler eleminin yapıldığı yüzeyin sabit veya hareketli olmasına göre "sabit elekler" ve "hareketli elekler" olmak üzere iki ana bölüme ayrılır. Sabit eleklerin en basit şekli ızgaralardır.

Izgaralar büyük boyutlu malzemelere en uygun olan tiptir. Genellikle eğik olarak yapılırlar ve üzerlerindeki malzemenin aşağı doğru inerken ızgara aralıklarından düşen parçaların ızgara üstünde kalandan ayrılmasını sağlarlar. Hareketli eleklerde tıkanmayı azaltmak amacıyla ızgaralara çeşitli hareketler verilmektedir. Bu hareketler ile malzeme hem bir yöne doğru itilir hem de eleme kolaylaştırılmış olur.



Şekil 1. Cevher zenginleştirme işlemleri.

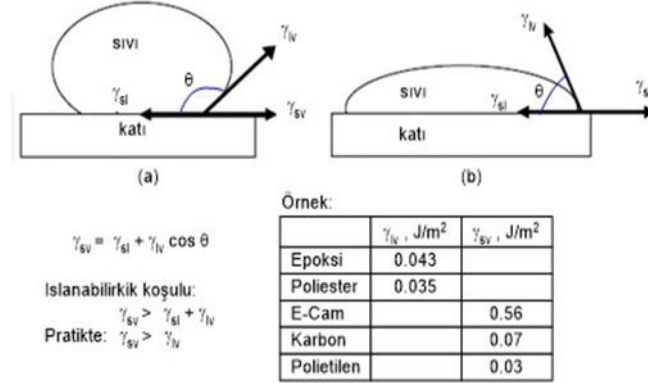
## 2.2.2 FLOTASYON

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

Partiküllerin ıslanabilmesi, flotasyon, aglomerasyon, katı-sıvı ayrımı ve tozun bastırılması gibi pek çok teknolojik prosesi etkileyen önemli parametrelerden biri olduğu bilinmektedir. Katı, sıvı ve gaz fazlarından oluşan flotasyon sisteminde katı faz, sıvıya göre gaz fazını tercih ediyorsa, katıya sıvıyı sevmeyen (hidrofobik), gaza göre sıvı fazı tercih ediyorsa, sıvıyı seven (hidrofilik) denir. Hidrofobik mineraller düşük yüzey enerjili minerallerdir (kömür, grafit, kükürt, talk vb.). Katıların ıslanabilirliği/hidrofobluğu ve yüzebilirliği katı-su ve katı-su buharı ara yüzeyleri, kimyasal bağlar, bulk özellikleri, katıların kristal yapısı ve katının su ile reaksiyona girebilmesi gibi özellikler açısından incelenmiştir. Katı, sıvı ve hava üçlü sisteminde yüksek temas açısı ( $\theta$ ) katının sıvı tarafından ıslatılmasının minimum olduğu anlamına gelir. Katı, sıvı, hava üçlü sistemindeki kuvvetler Şekil 2’de görüldüğü gibidir. Üçlü fazın dengede olduğu durum Young Eşitliği ile ifade edilmektedir. Minerallerin veya katıların ıslanma ve yüzebilme karakterlerini deneysel ve ampirik olmak üzere pek çok yöntemle tayin etmek mümkündür. Bu tekniklerden elde edilen sayısal değere sahip parametre “kritik ıslanma yüzey gerilimi,  $\gamma_c$ ’dir. Bu  $\gamma_c$  değerinden düşük sıvı yüzey gerilimlerinde mineral bu çözelti tarafından tamamiyle ıslanmak suretiyle hidrofobluk veya yüzebilirlik özelliğini kaybeder. İyi bir temas açısının (katı-sıvı-hava ara yüzeyleri arasında), yani  $\theta > 0$  olması için kullanılan sıvının yüzey geriliminin ( $\gamma_{SH}$ ) mineralin  $\gamma_c$  değerinden büyük olması gerekmektedir. Bu da flotasyonun başarılı olmasını gerektiren koşullardan birincisidir.

Düşük yüzey enerjili mineraller ( $\gamma_c < 72$  din/cm), Kritik Islanma Yüzey Enerjilerinden ( $\gamma_c$ ) daha düşük yüzey enerjili sıvılar tarafından ıslatılırlar. Flotasyon sisteminde iki katının selektif olarak ayrılması katılardan birinin flotasyon çözeltisi tarafından kısmen ıslatılırken veya hiç ıslanmazken diğer katının çözelti tarafından tamamen ıslatılmasına dayanır ( $\theta = 0$  hali). Kısmen ıslanan katı, hava kabarcığına tutunarak yüzer. Minerallerin veya katıların hidrofobluğunu, dolayısıyla ıslanmadığını ve iyi flotasyonu tayin eden  $\gamma_c$  değerinin eldesi için kullanılan birçok teknikten en çok kullanılan iki tanesi

"temas açısı ölçümü yöntemi" ve "flotasyon yöntemidir". Flotasyonun cevher hazırlamada uygulama alanları; Metalik cevherlerin flotasyonu, Metalik olmayan cevherlerin flotasyonu, Katı yakıtların temizlenmesidir.



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

Flotasyonun avantajları; çok ince taneli cevherlerin zenginleştirilebilmesi, kompleks cevherlerin zenginleştirilmesi, sonuç ürün tenörünün istenildiği gibi kontrol edilmesi ve minerallerin yoğunluk farkının önemli olmamasıdır. Flotasyonun dezavantajları ise; gravite ve manyetik ayırma yöntemlerine göre pahalı olması, bazen cevheri aşırı öğütmek gerektiği için şlamda metal kaybının fazla olması nedeniyle öğütme giderlerinin artması ve çevre kirliliğine neden olmasıdır.

### 2.2.2.1. Flotasyonda Kullanılan Reaktifler

Flotasyonda istenilen minerali veya minerallerin yüzdürülmesi veya bastırılması amacıyla flotasyon ortamına çeşitli reaktifler eklenir. Bu reaktifleri aşağıdaki gibi sıralamak mümkündür. Kollektörler (Toplayıcılar): Yüzdürülmesi istenen mineral veya minerallerin yüzeylerine adsorplanmak suretiyle yüzey özelliklerini değiştirerek onlara hidrofobik (suyu sevmeyen) özellik kazandıran kimyasal maddelerdir.

- **Köpürtücüler:** Flotasyon devrelerinde özel olarak köpük meydana getiren kimyasal maddelerdir. Köpükleştiricilerin temel hedefi yeterli hacim ve dayanıklılıkta bir köpük oluşturabilmektir. Flotasyon hücresinden çıktıktan sonra ise kolayca patlayabilmelidir.
- **Kontrol Reaktifleri:** Flotasyon şartlarını ayarlamakta kullanılan reaktiflerdir.

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

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

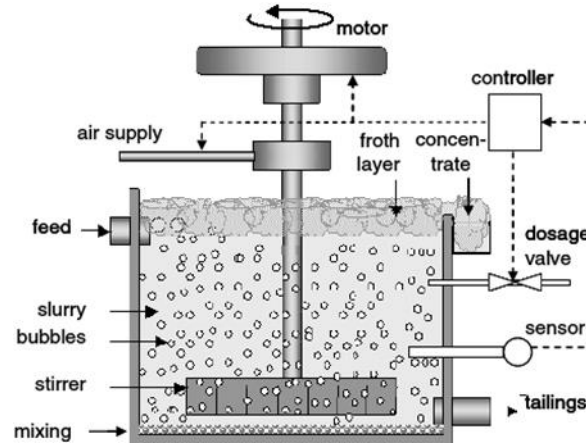
**iii) Diğer Kontrol Reaktifleri:** Bu gruptaki reaktifler; suyun sertliğini gideren, flotasyona zararlı iyonları bağlayan, pülp içinde bazı minerallerin flokülasyonunu ve bazı minerallerin de dispersiyonunu sağlayan reaktiflerdir.

### 2.2.2.2. Flotasyon Makineleri

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

- Kendi kendine havalandırılmalı mekanik hücre (Ajitasyon)
- Hava üflemlisi mekanik karıştırılmalı hücre (Sub-aerasyon)
- Hava üflemlisi, hava ile karıştırılmalı hücre (Pnömatik)

Bu özellikler, değişik tipteki hücrelerin yapımında esas alınmaktadır. Günümüzde endüstride en çok kullanılan hücre tipleri Denver (Şekil 3), Fagergren, Humboldt, Massco gibi firmaların imal ettiği kendi kendine havalandırılmalı mekanik hücre tipleridir.



Şekil 3. Denver flotasyon makinesi.

### 3. DENEYDE KULLANILAN MALZEME VE CİHAZLAR

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

### 4. DENEYİN YAPILIŞI

#### 4.1 Cevher Hazırlama Deneyi

- Parçacık boyut dağılımı incelenecek karışımı tartılır ve ağırlığı kaydedilir. Tartılan karışım kırıcıya beslenir ve kırıcı çalıştırılarak kırma işlemi gerçekleştirilir. Kırılan parçacıklar kırıcıdan çıkarıldıktan sonra tekrar tartılır ve ağırlıkları kaydedilir.
- Elekler, mesh numaralarına göre büyükten küçüğe doğru üst üste sıralanır ve eleme cihazına yerleştirilir. Ardından elek setinin en üstündeki eleğe kırılmış olan cevher beslenir.
- Elek setinin vidaları sıkıştırılır ve cihaz on dakika süreyle çalıştırarak, eleme işlemi gerçekleştirilir.
- Elek seti makinadan alınarak, her elekte kalan malzeme miktarı ve toplam elenmiş madde miktarı *Tablo 1'e* kaydedilir.
- Elekler ve deney düzeneği temizlenir.

#### 4.2 Flotasyon Deneyi

- 200 µm tane boyutundaki 200 g galen cevheri tartılıp, flotasyon selülünün hacmine bağlı olarak %20 katı oranı olacak şekilde ayarlanır. Selül, flotasyon makinesine yerleştirilerek makine çalıştırılır ve pülpe karıştırılır. Pülpe 5 dakika boyunca karıştırma işlemi yapılarak kondisyon verilir.
- Galen cevheri için kullanılan uygun kollektör, pülpe 1-2 damla eklenir ve karıştırma işlemine 5 dakika daha devam edilir.
- Yüzeyleri hidrofobik hale gelmiş minerallerin yüzdürülmesi için ortama köpük oluşumunu sağlayan köpük yapıcı, 1 damla eklenir. Köpük yapıcı eklendikten sonra 1-2 dakika daha kondisyon verilir.
- Son kondisyon süresi sona erdikten sonra flotasyon cihazının hava giriş musluğu açılarak



pülpe hava verilir. Yüzeyi hidrofobik hale gelmiş olan mineral veya mineraller hava kabarcığına yapışarak köpük halinde yüzeyde toplanırlar.

- Köpükler yüzeyden sıyrılarak ayrı bir kaptaki konsantr olarak toplanır ve yüzdürülecek mineralin yeteri kadarı yüzdürüldükten sonra işlem sonlandırılır.

## 5. İSTENENLER VE ÖDEVLER

- Deneyin amacı ve yapılışını yazınız (10 puan).
- Her bir elek analizinin sonuçlarını Tablo 1'e kaydediniz (25 puan).
- Yapılan elek analizlerinden faydalanarak giriş ve çıkış ürünlerinin elek analizi çizelgelerini oluşturunuz, toplam elek altı ile toplam elek üstü eğrilerini çizin ve doğruların kesişim noktasından ortalama tane boyutunu tespit ediniz (25 puan).
- Teorik ortalama tane boyutunu Denklem 1 ile hesaplayıp, doğruların kesişim noktasından bulunan ve teorik olarak hesaplanan ortalama tane boyutlarını kıyaslayınız (20 puan).
- Flotasyon öncesi öğütülmüş cevher ile flotasyon sonrası konsantr ve artık ağırlıklarını belirleyerek zenginleştirme oranını (Z) hesaplayınız ( $Z = \frac{\text{Beslenen Cevher}}{\text{Konsantr}}$ ) (20 puan).

$$\frac{\Sigma(X \cdot M)}{100} \quad (X = \text{Elek açıklığı veya çapı, } M = \% \text{ tane sınıf ağırlığı}) \quad (1)$$

**Tablo 1:** Elek analizi verileri ve hesaplamaları.

Elek çapı (mm)	Ağırlık		Kümülatif Elek üstü (%)	Kümülatif Elek altı (%)
	g	%		
<b>Toplam</b>				

## 6. KAYNAKLAR

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



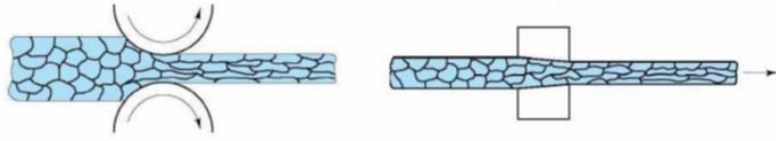
## DENEY 7: YENİDEN KRİSTALLEŞME

### 1. DENEYİN AMACI

Soğuk şekillendirilmiş malzemelere uygulanan yeniden kristalleşme tavrının, malzemelerin tane yapısı ve mekanik özelliklerinde meydana getirebileceği değişikliklerin gözlenmesi. Deformasyon oranı, tav süresi ve sıcaklığının yeniden kristalleşme prosesi üzerindeki etkilerinin incelenmesi.

### 2. TEORİK BİLGİ

Soğuk işlem, malzemeye uygulanan bir plastik deformasyon prosesi (haddeleme, tel çekme, derin çekme vb.) sonucunda oluşan dislokasyonların hareketi yardımıyla gerçekleştirilen bir şekillendirme yöntemidir. Soğuk işlem görmüş metalin kristal tane yapısı bozulur ve taneler *Şekil 1*'de görüldüğü üzere şekillendirme doğrultusunda uzar.



**Şekil 1.** Plastik deformasyon esnasında tane yapısında meydana gelen bozulma [1].

Bir metale soğuk şekil verme işlemi uygulandığında, metalin dislokasyon yoğunluğu ve buna bağlı olarak mukavemeti artarken, sünekliliği ve tokluğu ise azalır. Bu olaya pekleşme adı verilir. Plastik deformasyon sırasında atomlar arası boşlukların oluşması ve bu boşlukların konsantrasyonunun artan deformasyon miktarı ile giderek artması, malzemede çatlakların oluşumuna ve yırtılmalara sebep olabilmektedir. Bu nedenle, malzemeye pekleşme ile verilebilecek deformasyon oranı sınırlıdır. Ayrıca, pekleşme ile ulaşılan yüksek sertlik ve mukavemet değerleri belirli uygulamalarda yararlı olsa da, daha sonraki şekillendirme işlemleri için malzemenin genellikle orijinal durumuna döndürülmesi gerekmektedir. Soğuk işlem sonucunda artan dislokasyon yoğunluğu, kafeste önemli bir gerinim enerjisinin depolanmasına yol açar. Sonuç olarak, soğuk işleme maruz bırakılan malzemeler termodinamik olarak kararsızdır ve daha düşük bir serbest enerji durumuna dönme eğilimindedir. Bu nedenle malzemeye dışarıdan bir enerji (ısı) verilmesi durumunda, malzeme eski kararlı haline ulaşır. Bu olaya yeniden kristalleşme adı verilir. Yeniden kristalleşme, plastik deformasyon esnasında şekil değiştirme yönünde uzayarak lifsi hale gelmiş tanelerin, eş eksenli bir formda tekrar oluştuğu bir süreçtir.

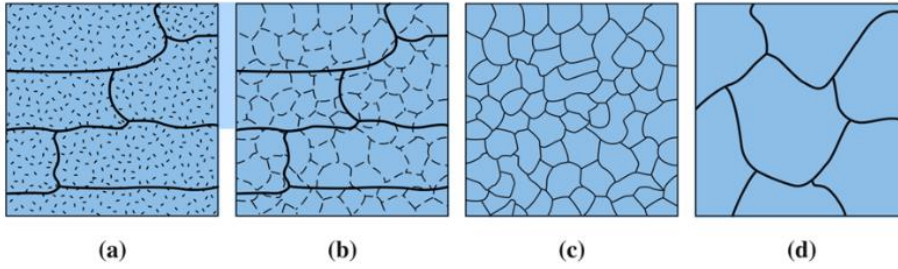
Bir metalin belirli bir sıcaklıkta yeniden kristalleşme gösterebilmesi için belirli bir oranda deformasyona uğratılmış olması gerekir. Bu değere, kritik deformasyon oranı adı verilir. Artan deformasyon miktarı ile malzemede depolanan enerjinin artması sonucunda çekirdekleşme kolaylaşır. Böylece aynı sıcaklıkta tavlandığında daha fazla soğuk deformasyon gören metal daha hızlı yeniden kristalleşmektedir. Ayrıca malzemede mevcut alaşım elementleri, bu elementlerin dağılımı (katı çözelti veya ikincil faz) ve malzemenin proses öncesi tane boyutu yeniden kristalleşme karakteristiklerini etkileyen parametrelerdir. Soğuk işlem görmüş malzemeye uygulanan tavlama işlemi toparlanma, yeniden kristalleşme ve tane büyümesi adımlarından oluşur [2], [3].

**Toparlanma:** Soğuk işlem sonrası malzeme mikroyapısı yoğun miktarda dislokasyon içeren, deforme olmuş tanelerden meydana gelir. Artan sıcaklıkla birlikte açığa çıkan termal enerji, dislokasyonların hareket etmesini ve poligonize olmuş bir alt tane yapısını oluşturmalarını sağlar (*Şekil 2b*). Toparlanma sonucunda malzemenin dislokasyon yoğunluğu, dolayısıyla mekanik özelliklerinde radikal bir değişim olmaz. Dislokasyonların daha düzenli bir yapıda dizilmeleri sonucunda plastik şekil verme sonucu açığa çıkan kalıntı gerilmeler giderilir. Bu nedenle toparlanma işlemi genellikle gerilim giderme tavlama olarak bilinmektedir. Ayrıca, toparlanma sonucunda malzemenin elektriksel iletkenliği ve korozyon direnci artar.

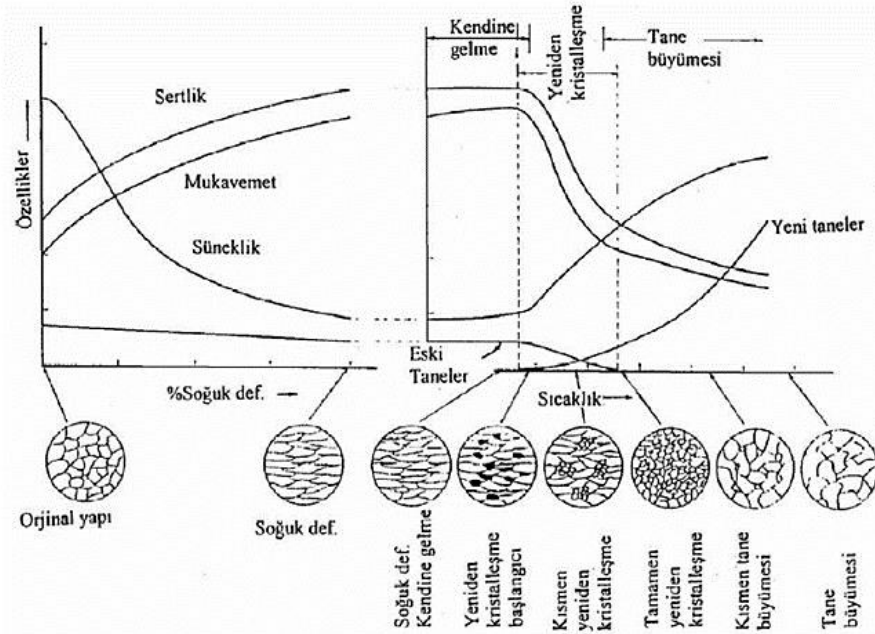
**Yeniden Kristalleşme:** Soğuk işlem görmüş bir metalik malzeme, belirli bir sıcaklığa ulaştığında toparlanma sonucu poligonize olmuş yapının hücre sınırlarında yeni eş eksenli ve iç gerilmesiz taneler oluşur ve dislokasyonlar giderilir (Şekil 2c). Böylece malzemenin mukavemeti azalırken, sünekliği ise artmış olur. Soğuk şekillendirilmiş malzemede yeni tanelerin oluşması yeniden kristalleşme olarak adlandırılır. Yeniden kristalleşmenin itici gücü, soğuk işlem görmüş malzeme ile yeniden kristallenmiş malzemenin iç enerjileri arasındaki farktır. Yeniden kristalleşme sıcaklığı, soğuk deformasyona uğratılmış malzemede 1 saat içerisinde yeniden kristalleşmenin %50'sinin tamamlandığı sıcaklıktır. Bu değer genellikle malzemenin ergime sıcaklığının %40'ına tekabül etmekle birlikte, aşağıda verilen parametrelere bağlı olarak önemli ölçüde değişebilmektedir.

- Yeniden kristalleşme sıcaklığı artan deformasyon oranıyla azalır. Deformasyon oranının artması, malzemenin iç enerjisini artırır ve yeni tanelerin çekirdeklenmesini kolaylaştırır.
- Soğuk işlem sonrası malzemenin tane boyutu yeniden kristalleşme sıcaklığını önemli ölçüde etkiler. Daha küçük tane boyutu, yeni tanelerin çekirdeklenebileceği bölge sayısını artırır, böylece yeniden kristalleşme, daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşir.
- Saf metallerin yeniden kristalleşme sıcaklığı, alaşımlardan daha düşüktür.
- Tavlama süresinin artması ile yeni tanelerin çekirdeklenme ve büyümesi için daha fazla zaman olduğundan yeniden kristalleşme daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşebilir.

**Tane Büyümesi:** Malzemenin yeniden kristalleşme sıcaklığının üstünde bir sıcaklıkta tutulması yeni oluşan tanelerin büyümesine neden olur (Şekil 2d). Tane büyümesinin itici gücü toplam tane sınırı alanının azaltılıp iç enerjinin düşürülmesi eğilimidir. Tane büyümesi, malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemesi sebebiyle genellikle istenmeyen bir durumdur.



Şekil 2. Metalik bir malzemenin; (a) soğuk işlem sonrası, (b) toparlanma sonrası, (c) yeniden kristalleşme sonrası (d) tane büyümesi sonrası mikroyapı görüntüleri [1].



Şekil 3: Soğuk deformasyon ve tavlama sonucunda malzeme yapısı ve özelliklerinde meydana gelen değişimlerin şematik gösterimi [2].



### 3. DENEYSSEL ÇALIŞMALAR

#### 3.1 Kullanılan Alet, Cihaz ve Malzemeler

- Haddelenmiş Al numuneleri (1xxx serisi)
- Etüv
- Optik mikroskop
- Brinell sertlik ölçüm cihazı

#### 3.2 Deneyin Yapılışı

- Haddelendirme prosesi ile farklı oranlarda soğuk deforme edilen numuneler metalografik olarak hazırlanır.
- Numunelerin mikroyapıları incelenir, tane boyutu ve sertlik değerleri belirlenir.
- Numunelere, farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde yeniden kristalleşme tavlama uygulanır.
- Tavlama işlemi sonrasında metalografik olarak hazırlanan numunelerin mikroyapıları incelenir, tane boyutu ve sertlik değerleri belirlenir.

### 4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Yapılan deneyler sonucunda, yeniden kristalleşme tavlama sürecinin soğuk işlem görmüş malzemenin tane yapısı ve sertlik değerlerinde meydana getirdiği değişimler incelenmiş, ayrıca deformasyon yüzdesi, tavlama süresi ve sıcaklık gibi parametrelerin proses üzerindeki etkileri belirlenmiş olur.

### 5. DENEY RAPORUNDA İSTENEN BİLGİLER

- Yeniden kristalleşme sıcaklığına malzeme içerisindeki empüritelerin ve alaşım elementlerinin yüksek oranda etki etmesini sebebi nedir?
- Yeniden kristalleşmeyi hangi faktörler etkilemektedir?
- Malzeme hangi amaçlarla soğuk deformasyona uğratılmaktadır? Cevapları açıklayınız.
- Deformasyon oranı – yeniden kristalleşme sıcaklığı grafiğini çiziniz.

### 6. KAYNAKLAR

- [1] D. Askeland, *Essentials of Materials Science and Engineering*, 2nd ed. 2010.
- [2] “Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi Malzeme Laboratuvarı Deney Föyü,” 2014.
- [3] R. E. Smallman and A. H. W. Ngan, *Modern Physical Metallurgy*. Elsevier, 2014. doi: 10.1016/C2011-0-05565-5.
- [4] Z. Huda, *Metallurgy for Physicists and Engineers: Fundamentals, Applications, and Calculations*, 1st ed. CRC Press, Taylor & Francis Group LLC., 2020.



## DENEY 8: CAM DENEYİ

### 1. DENEYİN AMACI

Cam üretimi deneyinin amacı, cam harmanı hazırlanması, ergitme döküm yöntemi ile cam üretimi, kalıba döküm yöntemi ile camın şekillendirilmesidir.

### 2. TEORİK BİLGİ

#### 2.1. Cam Sektörü

Ürünleriyle inşaat, otomotiv, enerji, beyaz eşya, gıda, içki, meşrubat, ilaç, kozmetik, turizm, mobilya, boru, elektrik ve elektronik gibi birçok sektöre girdi veren cam sektörü temel sanayi alanlarından biri olup; ülke ekonomileri açısından büyük önem taşımaktadır [1]. Global ekonomiye paralel olarak yılda ortalama % 2-4 düzeyinde büyümekte olan cam sektörünün yıllık üretim miktarı yaklaşık 175 milyon ton düzeyinde olup; toplam üretimin bölgelere ve ürün tipine göre miktarsal dağılımı sırasıyla *Çizelge 1*'de görülmektedir [2].

**Çizelge 1:** Dünya cam üretiminin ürün tipine göre dağılımı.

	Kapasite (Milyon Ton)	Pay %
Düzcamlar	82	47
Cam Ambalaj	80	46
Cam Ev Eşyası	6	3
Cam Elyaf	6	4
<b>Toplam</b>	<b>175</b>	<b>100</b>

Dünya cam sıralamasında önde giden ülkelerin cam sektöründeki ihracat bilgilerine göre sıralaması *Çizelge 2*'te görülmektedir.

**Çizelge 2:** Dünya cam üreticileri.

İHRACATÇILAR	2017	2018	2019	2020	2021
DÜNYA	72.062.532	77.621.936	76.757.345	73.754.096	86.817.049
ÇİN	15.850.008	16.859.044	17.905.612	18.344.638	21.550.080
ALMANYA	6.894.165	7.784.553	7.127.434	6.622.554	7.806.736
ABD	5.829.209	5.801.333	5.545.605	4.952.161	5.634.457
FRANSA	3.306.874	3.505.072	3.366.433	3.017.999	3.500.331
HONG KONG	2.686.501	3.077.915	3.121.018	3.287.312	3.258.893
JAPONYA	3.094.292	3.274.672	3.193.822	2.975.579	3.205.925
İTALYA	2.583.372	2.799.079	2.737.149	2.512.824	3.016.349
POLONYA	1.920.084	2.291.601	2.269.277	2.154.602	2.673.887
BELÇİKA	2.137.454	2.366.771	2.307.878	1.966.395	2.514.293
KORE	1.644.706	1.795.144	1.778.227	1.979.276	2.196.190
ÇEK CUMHURİYETİ	1.882.278	1.992.954	1.886.735	1.814.433	2.134.101

Kaynak: International Trade Center, Trade Map

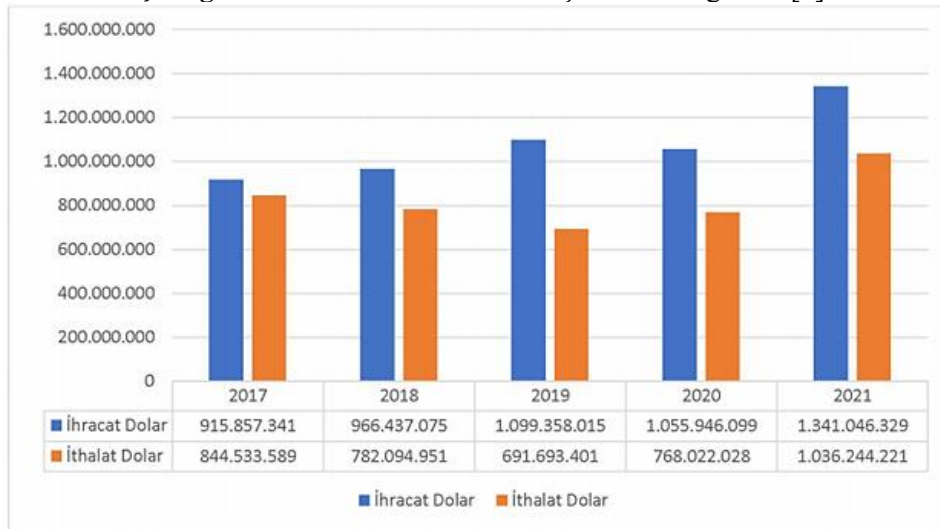
Türkiye’de ise cam sektörü, ülkenin lokomotif sektörlerine girdi veren, ülke ekonomisine net katma değer yaratan ve sürekli bir büyüme ve gelişme gösteren önemli bir sektördür. Türkiye’de cam sanayinin ana üretim alanları:



- Düzcamlar
- Düzcam (float cam, buzlu cam)
- Cam İşleme (temperli, lamine, kurşuna dayanıklı, ayna, kaplamalı ve beyaz eşya, enerji ve dekorasyona yönelik temperli)
- Cam Ev Eşyası
- Cam Ambalaj
- Cam Elyaf (cam yünü, cam keçe, fitil, iplik, kırılmış demet, vb.)
- Diğer (cam kırığı, cam bilya, cam ampuller, elektrik lambaları, katot ışın tüpleri, camdan iç gövdeler, sinyalizasyon camları ve camdan optik elemanlar, saat ve gözlük camları, cam tuğla, karo, kiremit, mozaik, camdan laboratuvar ve eczane eşyası, cam boncuk vb.) şeklinde özetlenebilir.

Türkiye Cam Sektörünün toplam üretim ve milli gelir katkısı, Türkiye Sanayi Sektörü toplam üretim değerinin yüzde 0.44'ünü oluşturmaktadır. Cam ürünlerinin dış ticaret hacmi ise 2,3 milyar dolar düzeyindedir. Ana cam ürünleri üretiminde çalışan sayısı yaklaşık 12 bin kişi olup, ikincil işlemler ve kayıt altına alınmamış faaliyet alanlarındaki istihdamla birlikte bu rakamın 50 bin düzeyinde olduğu tahmin edilmektedir. Bu da 29 milyonluk işgücünün yaklaşık binde 1'ine karşılık gelmektedir. Sektör sahip olduğu yüksek yerlilik oranıyla ise son on yılda Türkiye'de 7,6 milyar dolar yerli katma değer yaratmıştır (Çizelge 3). [2]

Çizelge 3: Cam ve Cam Ürünleri Dış Ticaret Değerleri [2]

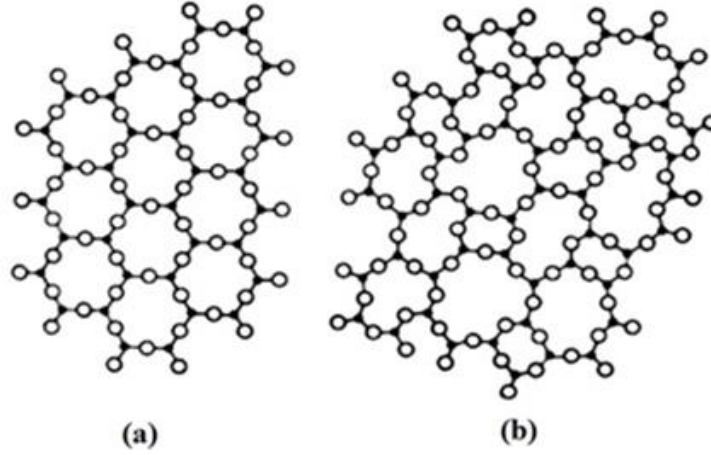


Kaynak: TÜİK verileri, HS2 70 kodlu faaliyet

Ülkemiz cam sanayinin üretim kapasitesinin %90'ı Şişecam tarafından karşılanmaktadır. Türk Cam Sanayi, Atatürk'ün İş Bankası'na Türkiye'de cam sanayini kurma ve geliştirme talimatları doğrultusunda, 1935 yılında 3 bin ton kapasiteli ilk cam tesisi olan Paşabahçe Fabrikası'nın kurulması ile başlamıştır. 80 yıllık bir geçmişe sahip olan Türk Cam Sanayi bu sürede gelişmesini ve büyümesini sürdürmüştür. Türkiye'de Şişecam dışındaki başlıca büyük üreticiler: Güral Cam, Marmara Cam, İzocam, Toprak Cam, Schott Orim, Yıldız Cam, Star Grup, Kutaş, Hatipoğlu Cam, Gürsan Cam, Olimpia, Başkent ve Dora Cam'dır [1].

## 2.2. Cam Malzeme Hakkında Teorik Bilgiler

Camlar; termodinamik olarak kararlılık göstermeyen, yüksek viskoziteye sahip, rijit yapılı, kristalizasyon olmaksızın soğutulmuş amorf malzemelerdir. Camın karakteristik özellikleri: saydamlık, sertlik, kırılma ve kimyasal kararlılık olarak özetlenebilir [4,5]. Kristalin malzemelerin aksine, camların periyodik olarak tekrarlanan düzenli bir yapıları yoktur ve kısa mesafeli düzene sahiptirler (Şekil 1) [3-6].



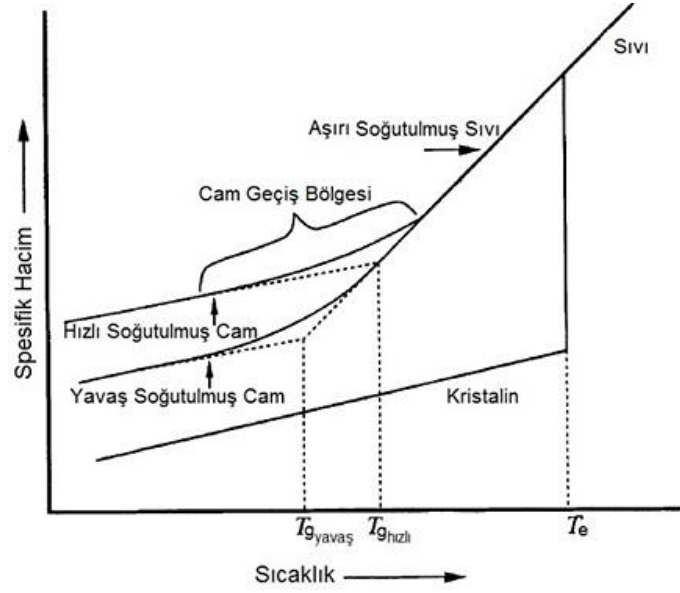
**Şekil 1.** a) Kristalin, b) Cam yapının atomal dizilişinin iki boyutlu gösterimi.

Birçok inorganik element ve bileşikler, uygun sıcaklığa ısıtıldıklarında, viskoziteleri suya yakın olan sıvılar oluştururlar (yaklaşık  $10^{-4}$  –  $10^{-3}$  Pa.s) [7]. Bu sıvılar, donma noktalarına kadar soğutulduklarında hızla kristallenerek katılaşır. Eğer kristallenme hızı yeterince yavaşsa, eriyiği donma noktasının altına kadar kristallenmeden soğutmak mümkün olabilir. Soğudukça viskozitesi artan bu malzemenin mekanik özellikleri elastik bir katınkine benzer ve malzeme cam adını alır. Yani, camı yapının oluşabilmesi için malzemenin ergime sıcaklığının altına hızlı bir şekilde soğutulup aşırı soğumuş sıvının kristalizasyonunun önlenmesi gerekir. Kristalizasyon hızı cam oluşumunu kontrol eden faktördür Camın mekanik özellikleri elastik bir katıya benzerken; yapısal özellikleri viskoz bir sıvınıninki gibidir [3,8].

Cam yapıcılarının Şekil 2’de görülen spesifik hacim- sıcaklık ilişkisi grafiğinde, sıvı eriyiğin soğuma hızına bağlı olarak oluşturduğu cam ve kristalin yapılar gösterilmektedir. Şekil 2’de görüldüğü gibi, soğuma süresince sıvının hacminde düzenli bir azalış meydana gelmektedir. Soğutma hızının az olduğu durumlarda,  $T_e$  olarak gösterilen donma noktasında sıvı kristallenir ve hacminde hızlı bir azalış meydana gelir. Yavaş soğutulmuş kristalin hale gelen malzemenin hacmi azalan sıcaklıkla azalmaya devam eder. Soğutma hızının yeterince yüksek olduğu durumda ise, ergime sıcaklığında ( $T_e$ ) kristalizasyon gerçekleşmez ve cam geçiş sıcaklığına ( $T_g$ ) ulaşıldığında aşırı soğumuş sıvının spesifik hacim - sıcaklık eğrisinin eğiminde bir değişim meydana gelerek eğim kristalin malzemenin eğimine paralel hale gelir. Cam geçiş ve donma sıcaklıkları arasındaki bölgede aşırı soğutulmuş sıvı olarak adlandırılan malzeme, cam geçiş sıcaklığının altında yaklaşık  $10^{12}$  Pa.s viskozite değerlerine ulaşır ve cam olarak tanımlanır. Kristalin olmayan malzemelerin toplam spesifik hacmi,  $V$ , ile işgal ettikleri spesifik hacim,  $V_0$ , arasındaki fark olan serbest hacim,  $V_f$ , camın düzenli paket yapısına geçebilmesi için gerekli olan boşluğu ifade eder ve soğutma hızına bağlı olarak değişiklik gösterir [4,5,9].

Cam geçiş sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta bekletilen bir camın hacminde azalma meydana gelmektedir. Camdaki serbest molekül hareketinin durduğu ve camın stabilizasyonunun gerçekleştiği bu bölge cam geçiş bölgesi olarak adlandırılır. Camın daha kararlı hale geçmeye çalıştığı cam geçiş bölgesi boyunca, camların özellikleri belli bir oranda soğutma hızına bağlıdır. Cam geçiş sıcaklığı da soğutma hızı ile orantılı olup; düşük soğutma hızlarında düşüktür [7,10].

Uzun mesafeli düzene sahip olmayan, kararsız yapılar olan camların serbest enerji değerleri düzenli kristalin yapılarınkine göre daha yüksektir. Düzenli ve düzensiz yapı arasındaki serbest enerji farkı camların kristalizasyon reaksiyonlarının itici gücünü oluşturmaktadır. Kristalizasyon hızı cam oluşumunu kontrol eden en önemli faktördür. Bir malzemenin cam geçiş sıcaklığından ilk kristalizasyon sıcaklığına kadar olan bölgeyi kapsayan aralık, cam kararlılık bölgesi olarak adlandırılır ve  $\Delta T$  ile gösterilir ve soğutma koşullarına bağlı olarak değişim gösterir. Cam malzemenin kullanım alanlarının belirlenmesinde, cam geçiş sıcaklığı ve cam kararlılık bölgesi genişliği önem taşımaktadır [9-11].



Şekil 2. Cam ve kristalin katıların spesifik hacim - sıcaklık değişimi.

Cam üretim adımları şu şekildedir: hammadde seçimi, harman hazırlama (bileşim hesaplama, hassas tartım ve karıştırma), ergitme, rafinasyon (ergimeyen kalıntıların ve habbelerin giderilmesi), şartlandırma, şekillendirme (üfleme, float teknolojisi, merdane ile şekillendirme, kalıba döküm, cam çekme, presleme), son işlemler (stres gidermek için ısıl işlem, termal temperleme).

Cam üretimi, yüksek saflıkta kimyasallar ya da düşük safiyette mineraller kullanılarak gerçekleştirilebilir. Çok düşük miktarlarda, AR-GE faaliyetleri ve ileri teknoloji optik uygulamalar için üretilen camlar, yüksek safiyetli kimyasallar ile üretilirken; kitlesel üretimi gerçekleştirilen ticari ürünlerin üretiminde mineraller kullanılır. Cam harmanını oluşturan bileşenler görevleri açısından, cam yapıcı, eritici, özellik değiştirici, renklendirici ve saflaştırıcılar şeklinde gruplanabilir.

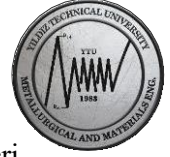
### 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

#### 3.1 KULLANILAN CİHAZ VE MALZEMELER

- Kuvars kumu ( $\text{SiO}_2$ )
- Soda ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )
- Kireç taşı ( $\text{CaCO}_3$ )
- Agat Havan
- Spatül
- Maşa
- Yüksek Sıcaklık Eldiveni
- Platin/Kuvars/Alsint Pota
- Hassas Terazî
- Etüv
- Cam Döküm Kalıbı
- Cam Ergitme Fırını
- Tavlama Fırını

#### 3.2 DENEYİN YAPILIŞI

Deneyel çalışmalarda, soda kireç silikat cam üretimi amacıyla teknik kalitede kuvars kumu ( $\text{SiO}_2$ ), soda ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) ve kireç taşı ( $\text{CaCO}_3$ ) kullanılmaktadır.  $\text{Na}_2\text{O}$  ve  $\text{CaO}$  hammaddesi olarak kullanılan karbonat bileşenler, ergitme sırasında kalsinasyona uğrayarak oksit hale dönüşmektedir. Çizelge 4'te deneysel çalışmalarda kullanılan oksit bileşenlerin genel özellikleri özetlenmiştir.



**Çizelge 4:** Deneysel çalışmalarda kullanılan oksit bileşenlerin genel özellikleri

	<b>Molekül Ağırlığı (g)</b>	<b>Yoğunluk (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Ergime Sıcaklığı (°C)</b>
<b>SiO<sub>2</sub></b>	60,08	2,648	1713
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	61,98	2,27	1132
<b>CaO</b>	56,07	3,34	2613

50g'lık 75SiO<sub>2</sub>-15Na<sub>2</sub>O-10CaO % mol bileşimine sahip camın harmanın hazırlanması amacıyla tozlar hassas terazide (10<sup>-4</sup> g hassasiyette) tartılarak, agat havan içerisinde homojen olarak karıştırıldıktan sonra, pota içerisinde 1400 °C sıcaklıktaki fırında 30 dakika bekletilir. Fırından çıkarılan cam eriyik, önceden etüvde ısıtılmış (200 °C- 30 dakika) paslanmaz çelik kalıba dökülerek cam üretimi gerçekleştirir. Homojenizasyon için bu eritme/döküm adımı cam kompozisyonuna bağlı olarak iki ya da üç kez tekrar edilebilir. Üretilen camın çatlamasına neden olabilecek iç gerilmelerin giderilmesi amacıyla paslanmaz çelik kalıba dökülen cam, önceden 450 °C'ye ısıtılmış tavlama fırınında 30 dakika bekletildikten sonra fırın içerisinde kontrollü olarak oda sıcaklığına soğutulur.

#### 4. DENEY RAPORUNDA İSTENİLENLER

- Hammadde olarak SiO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ve CaCO<sub>3</sub> kullanılarak 50g'lık 75SiO<sub>2</sub>-15Na<sub>2</sub>O-10CaO % mol bileşimine sahip soda kireç cam harmanının hazırlanması amacıyla kullanılması gereken hammadde ağırlıklarını hesaplayınız (M<sub>w</sub> CO<sub>2</sub>: 44,01 g).
- Aşağıda belirtilen ticari soda kireç camın bileşenlerinin cam yapıdaki görevlerini yazınız. SiO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>O, Li<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, CaO, MgO, PbO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaF<sub>2</sub>, Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SnO
- Öğretim elemanının belirteceği cam tipinin temel özellikleri ve kullanım alanları hakkında bilgi veriniz.
- Soğutma hızına bağlı olarak amorf ve kristalin yapı oluşumunu açıklayınız.

#### 5. KAYNAKLAR

- T.C. Bilim, Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı, Cam Sektörü Raporu (2012/2).  
T.C. Bilim, Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı, Cam Sektörü Raporu (2021).  
Doremus, R. H. (1973). *Glass science*. New York: Wiley.  
Vogel, W. (1994). *Glass Chemistry*. Berlin: Springer-Verlag.  
Carter, C. B. ve Norton, M. G. (2007). *Ceramic Materials Science and Engineering*. New York: Springer.  
Çelikkilek, M., Ersundu, A. E. ve Aydın, S. (2012). Crystallization kinetics in amorphous materials. In Yitzhak Mastai (Ed.), *Advances in Crystallization Processes*, (Chapter 6, pp. 127-162). Croatia: Intech.  
Shelby J. E. ve Stryland E. W. V. (2005). *Introduction to Glass Science and Technology*. United Kingdom: The Royal Society of Chemistry.  
Rawson, H. (1967). *Inorganic glass-forming systems*, London: Academic Press Inc.  
Allen, S. M. ve Thomas, E. L. (1998). *The Structure of Materials*. Cambridge: MIT Series.  
Jackson, K.A. (2004). *Kinetic Processes: Crystal Growth, Diffusion, and Phase Transitions in Materials*. Weinheim:Wiley-VCH.  
Schmelzer, J. W. P. ve Gutzow, I. S. (2011). *Glasses and the Glass Transition*. Weinheim:Wiley-VCH.





## DENEY 9: DÖKÜM VE GERİ DÖNÜŞÜM

### 1. DENEYİN AMACI

Kum kalıba döküm ile alüminyum parça üretimi ve sıvı metal işlemlerinin yapılması, geri dönüşüm hakkında bilgi sahibi olmak ve geri dönüşüm oranı miktarını hesaplayarak deneyin yüzdelik verimini bulmaktır.

### 2. TEORİK BİLGİ

#### **DÖKÜM TEMEL TANIMLAR**

**Döküm:** Erimiş metalin, elde edilecek parçanın şekline sahip bir kalıp boşluğuna, yerçekimi veya basınç uygulanarak doldurulup katılaştığı yöntem.

**Kalıp:** Döküm tekniğinde parçanın biçimini veren ve sıvı malzemenin içinde katılaştığı kap

**Maça:** Dökülecek parçanın boş çıkması istenen kısımları için, uygun ölçülerde hazırlanarak kalıba konan kum kütlesidir.

**Yolluk:** Ergimiş malzemeyi kalıp boşluğuna gönderen özel kanal.

**Besleyici:** Katılma sırasında parçanın büzülmesi sonucu hacim azalmasını karşılamak ve kendini çekme hasarının oluşumunu önlemek için parçanın üzerine konulan hazne.

**Çıkıcı:** Kalıp içindeki havanın ve gazların dışarı atılmasına yarayan ve kalıbın dolduğunu gösteren özel kanal.

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. Döküm sıvı metal boşlukta akışkanlıkta şekil alabildiğinden dolayı avantajlıdır ve birçok farklı şekilde dökümle parça üretilebilir. Bunlar , büyük parçalar ( Otomotiv araçları için motor blokları, silindir kafaları, piston, jant vs. ağaç yakma fırınları, makina gövdeleri, vagon tekerlekleri, borular, büyük heykeller, pompa gövdeleri, radyatör) küçük parçalar (Diş kaplamaları, mücevher, küçük heykeller, kızartma tavaları, vana, vs ) ve demir esaslı ve demir dışı tüm metal türleridir.

#### **TEMEL DÖKÜM ADIMLARI**

1. Metalin ergitilmesi
2. Kalıba dökülmesi
3. Katılaşmaya bırakılması
4. Kalıbın açılıp/bozulup parçanın alınması

#### **DÖKÜM YÖNTEMLERİ**

**A-Harcanan kalıp kullanan yöntemler:** Katılma sonrası döküm parçayı çıkarmak için dağıtılması gereken bir kalıp.

*Kalıp malzemeleri:* kum, alçı ve benzer malzemeler, ayrıca bağlayıcılar.

*Döküm çeşitleri:* kum kalıba döküm, kabuk kalıba döküm, seramik kalıba döküm, alçı kalıba döküm ve hassas dökümdür.

**B-Kalıcı kalıp kullanan yöntemler:** çok sayıda döküm üretmek için tekrar tekrar kullanılabilen bir kalıcı kalıp kullanır.

*Kalıp malzemeleri:* Metalden (veya, nadiren) seramik bir refrakter malzemedir yapılır.

*Döküm çeşitleri:* metal kalıba döküm, basınçlı döküm, merkezkaç döküm ve sürekli dökümdür. Harcanan döküm yöntemleri daha karmaşık daha büyük geometri şekilli parçalar üretimi, dizaynı ve üretimi daha kolay olduğu için daha az maliyetli olması ve daha yüksek ergime sıcaklığı olan malzemelerin dökülebilmesi açısından daha avantajlıdır. Öte yandan, çok ince taneli döküm parçalarını üretiminin zor olması ve yüksek hızlı üretim için daha maliyetli olması ise harcanan döküm yöntemlerinin kalıcı kalıp kullanılan yöntemlere göre dezavantajlarıdır. Harcanan kalıp kullanan

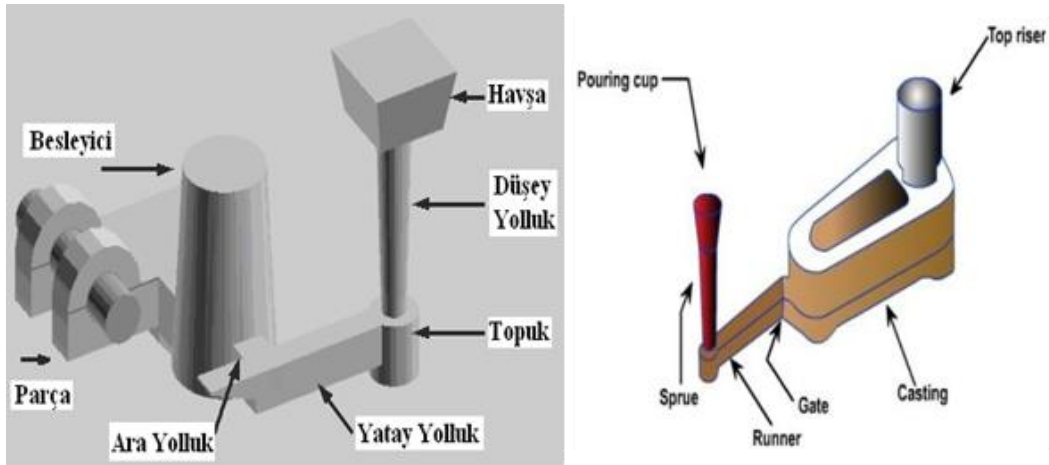
döküm yöntemleri ile parça üretimi ardışık olarak gerçekleştirilen beş temel adımdan oluşmaktadır. Bunlar i) model tasarımı ve imali, ii) kalıp ve maça hazırlama, iii) ergitme ve sıvı metal işlemleri, iv) kalıp doldurma, v) kalıp bozumu ve temizleme işlemleridir.

### **MODEL TASARIMI VE İMALATI**

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 dolun ve katılaşma 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 boyut durumu, bölme yüzeyi, maça başları ve yolluk sistemi ayarlamaları çok iyi yapılmalıdır. Özellikle, yolluk sistemi sıvı malzemenin akma süresinde katılaşmaması, akış esnasında kalıbın bozulmaması için yolluğun en uygun yere, dolayısıyla kalıp boşluğunun en alt noktasına yerleştirilmesi gerektiğinden dolayı kritiktir. Yolluklar, çıkıcılar ve besleyiciler bu sisteme ait elemanlardır. Çıkıcılar en yüksek bölgelerde olması gerekirken, yolluklar kalıp boşluğunun en alt bölgesine yerleştirilir. 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 türbülans oluşumunu engeller. Yolluk sisteminin temel elemanları aşağıdaki *Şekil 1*'de görülmektedir.

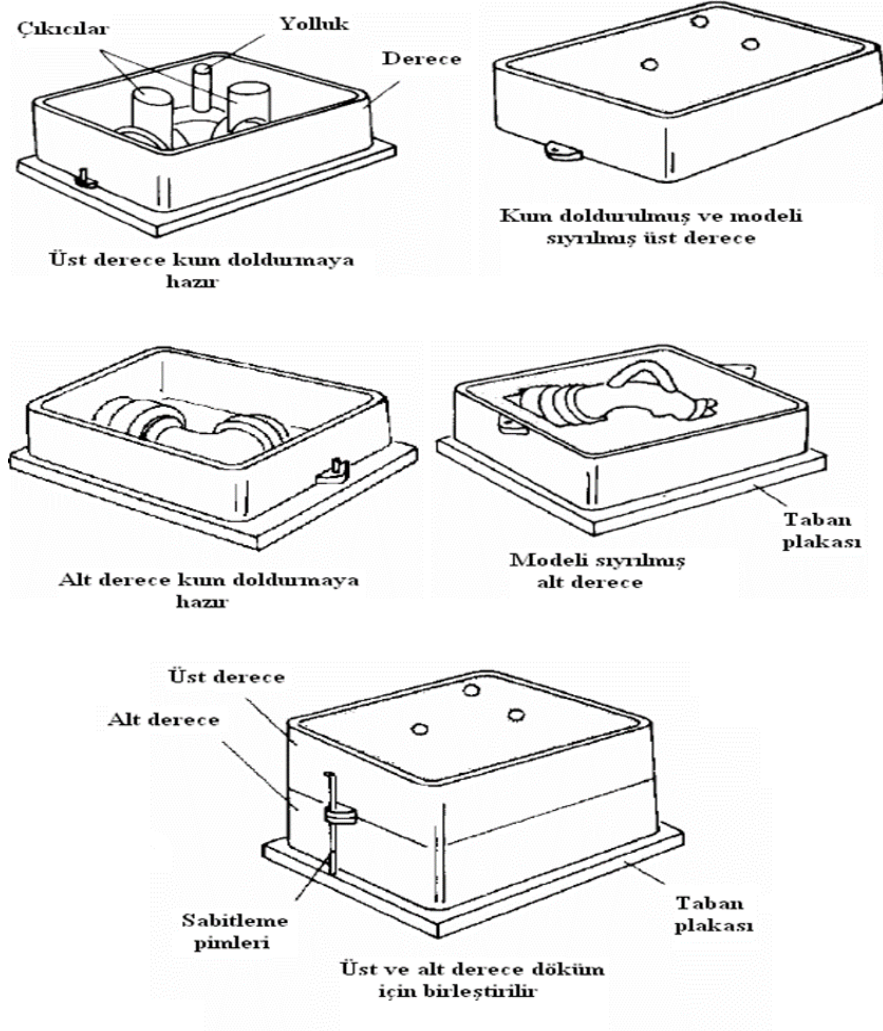


**Şekil 1.** Yolluk sisteminin temel elemanları.

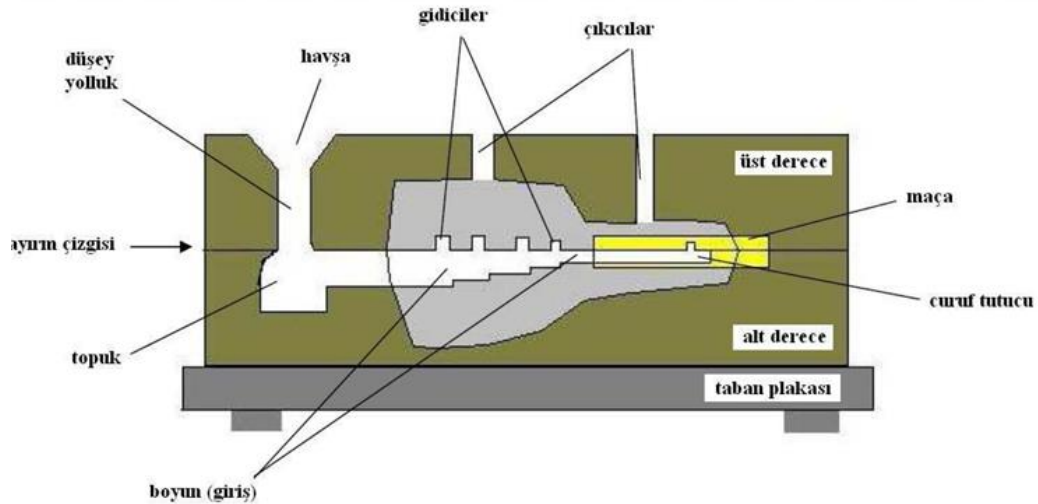
### **KALIP VE MAÇA HAZIRLAMA (KALIPLAMA)**

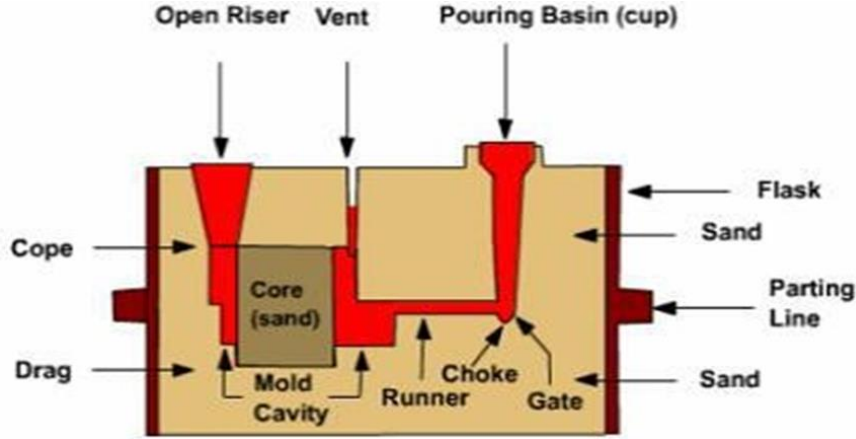
Kalıbın hazırlanması dökülecek parçanın şekline ve döküm tekniğinin gerekli şartlarına bağlıdır. Parçaların şekillendirilmesi dış görüş yanında iç görüşte dikkate alınarak yapılmalıdır. Ayrıca, kum kalıpta kullanılan alaşımın bileşiminde kalıbın hazırlanıp parçanın şekillendirilmesine etkisi vardır. Genel olarak, kum kalıp malzeme gerekli refrakter özelliği sağlayan kum taneleri, kum içinde doğal olarak bulunan veya sonradan ilave edilebilen bağlayıcı kum tanelerinin birbirine tutunmasına imkan

veren ve dolayısıyla kumu uygun bir kalıp malzemesi haline getiren su alaşım bileşiminde mutlaka bulunması gerekir. 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 yapılırlar. 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. Maça hazırlandıktan sonra, çeşitli özelliklere sahip olması gerekir. Şekil alıp şeklini koruyabilmeli, gaz geçirgenliği olmalı, ısıya dayanıklı olmalı, yaş dayanımı olmalı, kuru dayanımı olmalı, sıvı metal basıncına dayanabilmeli, esnekliği olmalıdır.

### ***KALIP MALZEMELERİ***

Kalıp ve maça hazırlama bölümünde alaşım element bileşiminden bahsedilmişti. 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 SiO<sub>2</sub> içermelidir. Kumun SiO<sub>2</sub> içeriği düştükçe refrakterlik özelliği azalır. Kumun tane boyutu dağılımı döküm parçalarının kalitesini etkilemektedir. İri boyutlu kumlar yüksek geçirgenlik sağlayarak gaz çıkışını kolaylaştırırken parçaların yüzey kalitesini düşürmektedir. İnce taneli kum kullanımı ise yüzey kalitesini artırırken geçirgenliği düşürür. Ayrıca ince taneli kumlar daha fazla bağlayıcıya gereksinim duymaktadır. Kumun tane boyut dağılımı kadar tane şeklide çok önemlidir. Köşeli, kum tanelerinin paketlenme yoğunluğu düşük, kalıplanabilirliği zayıf ve bağlayıcı gereksinimi yüksektir. Bu nedenle kalıp yapımında yuvarlak şekilli kumlar tercih edilmektedir. Günümüzde dökümcülükte doğal kumlar nadiren kullanılmaktadır. Tane şekli ve dağılımı belirlenmiş, yıkanarak içerisindeki artıklar giderilmiş, sentetik kum karışımları tercih edilmektedir. Kum tanelerini birbirine bağlamada en ilk metot kil ve su kullanımı olmuştur. Kil su ile birleşerek şişer ve kum tanelerini bir arada tutar. Yaş kum kalıplama olarak da adlandırılan bu metot günümüzde yerini giderek kimyasal bağlayıcı metotlara bırakmaktadır.

Kil bağlı kalıp kumları kaybolan suyun ve eksilen kilin yeniden katılmasıyla tekrar tekrar kullanılabilir. Dökümdeki yüksek sıcaklık nedeniyle kilin bir kısmı değişime uğrayarak bağlayıcılık özelliğini yitirir. En iyi bağlayıcı killer bentonitlerdir. Sodyum ve kalsiyum esaslılar olmak üzere iki çeşit bentonit kullanılmaktadır. Özellikle demir esaslı alaşımların dökümünde kullanılan bir diğer kalıp ilavesi pulvarize kömür tozudur. Yüzey düzgünlüğünü arttıran ve sıyrılmayı kolaylaştıran etkisi vardır. Kalıp ve maça yapımı için çok çeşitli kimyasal bağlayıcılar mevcuttur. Bunların çoğunluğu organik reçine veya sodyum silikat esaslıdır, ayrıca kimyasal bağlayıcıların ilk uygulamalarında çimento gibi inorganik bağlayıcılarla da kullanılmıştır. Kimyasal bağlayıcılar iki şekilde kullanılır. Kendiliğinden sertleşen karışımlarda (soğuk sertleşen olarak da bilinir) kum, bağlayıcı ve sertleştirici kimyasal birlikte karıştırılır. Sertleşme hemen başlar ancak kumun kalıp veya maça olarak şekillendirilmesine izin verecek kadar yavaştır, şekillendirmenin ardından sertleşme devam eder, kalıp veya maça döküme hazır hale gelir. Bu yöntem çoğunlukla büyük kalıpların yapımında kullanılır ve seri üretime uygun bir yöntemdir.



İşlemlerle sertleştirmede ise kum ve bağlayıcı karıştırılır ve şekillendirilir, bu esnada herhangi bir sertleşme reaksiyonu meydana gelmez, sertleşme ısı veya katalizör gaz uygulamasıyla kısa sürede gerçekleşir. Bu yöntem genellikle maça yapımında veya küçük parçaların kalıplanmasında kullanılır. Kendiliğinden sertleşen reçinelerden yaygın olarak kullanılanı furan tipi reçinelerdir. Sertleştirici olarak asit katalizör kullanılır. Furan reçineleri üre formaldehit, fenol formaldehit veya her ikisini karışımına furfural alkol katılmasıyla elde edilir. Sertleşme hızı asit katalizörün miktarı ve etkinliğine göre ayarlanabilir. Diğer bazı kendiliğinden sertleşen reçineler fenolik izosiyanatlar (fenolik üretanlar) ve alkalin fenolik reçinelerdir.

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

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

Parçanın dökümünde kullanılacak olan külçe, hurda ve iş formundaki metal veya alaşım uygun bir ergitme fırınında şarj edilerek ergitme işlemi gerçekleştirilir. Ergitme işleminden sonra metal veya alaşımın cinsine göre fakslama, 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 bozular, parça çıkartılır, temizlenir yolluk ve besleyici kırılarak bitirme işlemlerine hazır hale getirilir.

## **ALÜMİNYUM DÖKÜM**

Alüminyum döküm, demir ve çelikten sonra en çok kullanılan döküm yöntemidir. Alüminyum döküm farklı alanlarda çeşitli alaşımlarla birlikte dökülebilir (*Tablo 1*). Alüminyum döküm yönteminin birçok alanda kullanılmasının sebeplerinden biri de alüminyum elementinin birçok özelliğinin olmasıdır. Hafif olması, korozyona dayanıklı olması, kolay şekillendirilebilir olması, dayanıklı ve geri dönüştürülebilir olması, yüksek iletkenliğe sahip olması gibi birçok özelliği nedeniyle tercih edilmektedir ve genel olarak kokil kalıba döküm, metal enjeksiyon kalıba döküm ve kum kalıba döküm yöntemleri ile döküm süreci yapılır.

<b>Al alaşımı</b>	<b>Elementi</b>
1xxx	-
2xxx	Cu
3xxx	Mn
4xxx	Si
5xxx	Mg
6xxx	Mg ve Si
7xxx	Zn
8xxx	Li
9xxx	Yeni nesil

Tablo 1: Alüminyum döküm alaşımlarının sınıflandırılması ve içerdiği alaşım elementi

Alüminyum kum kalıba döküm yöntemi alüminyum sektöründe çok yaygın olarak kullanılmaktadır. Alüminyum kum kalıba döküm yönteminde alüminyum parçanın üretimi için ilk olarak ahşap bir model ihtiyaç vardır. Bu model ile hazırlanacak olan kum kalıplara daha sonrasında alüminyum dökümü gerçekleşir. Bu yöntem genelde diğer alüminyum döküm yöntemleriyle dökülemeyen parçalar için tercih edilir. Üretimi istenen alüminyum parçanın çok karmaşık şekilli olması nedeniyle de alüminyum kum kalıba döküm yöntemi kullanılabilir. Ayrıca az sayıda alüminyum parça döküleceği durumlarda, diğer döküm yöntemlerinde kalıp maliyeti yüksek olduğu için alüminyum kum kalıp

yöntemi tercih edilir. Yani Alüminyum kum kalıba döküm yönteminin çok karmaşık parçaların üretilmesi ve maliyetinin düşük olması gibi avantajları ve başka dezavantajları vardır.

#### ***Kum Kalıba Döküm Yönteminin Avantajları***

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

#### ***Kum Kalıba Döküm Yönteminin Dezavantajları***

- Yüzey ve boyut hassasiyeti iyi değildir.
- Dökümden elde edilen parçalar mutlaka başka işlemlere tabi tutulur.
- Kalıplama büyük zaman kaybına neden olur.
- Malzeme sarfıyatı fazladır.

### **GERİ DÖNÜŞÜM TEMEL TANIMLAR**

**Atık (Waste):** Bertaraf edilen ya da bertaraf edilmesi gerekli olan maddeler ve materyallerdir.

**Tekrar Kullanım (Reuse):** Atıkların toplama ve temizleme dışında hiçbir işleme tabi tutulmadan aynı şekli ile ekonomik ömrü doluncaya kadar defalarca kullanılmasıdır.

**Geri Dönüşüm (Recycling):** Parçanın ömrü tamamlandığında malzemelerinin tekrar hammadde olarak üretim sürecine kazandırılması işlemleridir.

**Geri Kazanım (Recovery):** Tekrar kullanım ve geri dönüşümü de kapsayan; atıkların özelliklerinden yararlanılarak içindeki bileşenlerin fiziksel, kimyasal veya biyokimyasal yöntemlerle başka ürünlere veya enerjiye çevrilmesidir.

**Geri Dönüşüm Oranı (Recycling Rate):** Geri dönüşüm işlemleri sonucunda üründen ayrılan ve geri dönüştürülme olanağı olan malzemelerin ürün ağırlığına oranıdır.

### **ALÜMİNYUM GERİ DÖNÜŞÜMÜ**

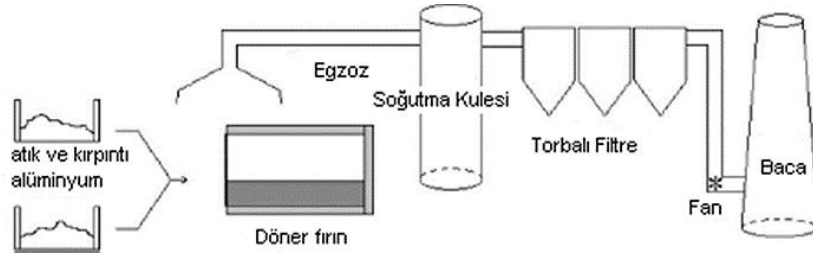
Hurdadan alüminyum eldesi için kullanılan belli başlı hurdalar şunlardır;

- ❖ İçecek kutuları,
- ❖ Folyolar, kek ve pasta kapları, bazı mutfak kapları,
- ❖ Levhalar,
- ❖ Alüminyum pencere profilleri,
- ❖ Bahçe mobilyaları ve benzeri eşyalar,
- ❖ Kablolar,
- ❖ Havacılık kaynaklı hurdalar,
- ❖ Otomotiv kaynaklı hurdalar,
- ❖ Döküm, ekstrüzyon, talaşlı işleme gibi imalat süreçlerinin iç hurdaları.



Şekil 4. Alüminyum hurdalarına örnekler.

Ayrıştırma tesislerine diğer ambalaj atıkları ile birlikte getirilen kirli ve üzeri boyalı veya kaplı kullanılmış alüminyum konveyör banda konur. Konveyör boyunca alüminyum bazı büyük miktatlardan geçirilir. Bu şekilde çelik veya diğer metaller ayrıştırılır. Diğer malzemelerden ayrıştırılan alüminyum kutular ve malzemeler ezilir ve balyalama makinesi ile balyalanır. Balyalanmış alüminyum, üretim tesisine gönderilir. Balyalamanın temel nedeni taşıma maliyetini en aza düşürmektir. Balyalanmış alüminyum aşırı nem içerebilir. Nem fırında patlamalara neden olur. Bunu önlemek için önce balyalar parçalanır. Alüminyum daha sonra üzerinde bulunan tüm boyaların, nemin ve kirliliklerin giderilmesi için sıcak fırına konur. Fırında alüminyum üzerindeki boyalar ve kaplamalar giderilinceye kadar ısıtılır. Daha sonra külçe haline getirmek için döner fırına konur ve 720 °C'ye kadar ısıtılır. Katı alüminyumun tam olarak ergimesi için karıştırılır. Oluşan gazlar güçlü fanlarla ortamdan giderilir. Gazlar önce soğutulur ve sonra torbalı filtrede parçacıklar bertaraf edilir. Arıtılmış gazlar yüksek bir bacadan atmosfere atılır. Ergiyik hale gelen alüminyum fırının tabanında toplanır ve buradan alınarak kalıplara dökülür. Çeşitli işlemlerden sonra tekrar alüminyum kutu veya diğer alüminyum malzeme üretiminde kullanılır.



Şekil 5. Alüminyum geri dönüşümünde kullanılan bir ünitenin şeması.

Kullanılmış alüminyum geri kazanılarak sadece katı madde miktarı azaltılmaz aynı zamanda boksit madeni doğal kaynağı ve enerji korunmuş olur.

Bir ton kullanılmış alüminyumdan alüminyum üretildiğinde;

- 1.300 kg boksit,
- 15.000 litre soğutma suyu,
- 860 litre proses suyu daha az kullanılır.
- 2.000 kg CO<sub>2</sub> ve 11 kg SO<sub>2</sub> emisyonu daha az oluşur.

Hurdadan alüminyum üretimi için gereken enerji, boksit madeninden üretim için gerekli enerjinin 20' de biridir. Böylece önemli oranda enerji kaynağı korunmuş olur. Kullanılmış alüminyum geri kazanılıp üretime sokulduğunda %99 oranında baca gazı kirletici emisyonu azalır. Kullanılmış alüminyum geri kazanılması demek, daha az enerji ve hammadde tüketimi demektir. Kullanılmış alüminyumdan alüminyum üretilerek sera gazı emisyonu %95 ve atık su kirlenmesi %97 oranında azaltılabilir.

### 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

#### 3.1 Deneyin Yapılışı

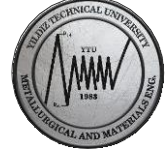
Bu deneyde yaş kum kalıp hazırlanacak, deneyden önce kalın hurda tartılacak ve hazırlanan kalıba elektrik dirençli fırında ergitilmiş alüminyum dökülecektir. Dökülen alüminyum malzeme tartılacak ve deneyin ne kadar verimle gerçekleştiği belirlenecektir.

##### I. Deneyden önce

- ✓ İlk olarak önceden belirlenen toplam ergitme miktarının çoğunluğunu oluşturacak kalın hurda tartılacak
- ✓ Ergitme potası içinde fırına yerleştirilir ve 720°C'da ergitilmek üzere yaklaşık 1 saat bekletilir

##### II. Deney sırasında

- ✓ Bu ergitme ile pota içerisinde bir sıvı metal havuzu oluşturulur.
- ✓ Kalın hurdaların ergimesi esnasında ince hurda talaşlar silindirik çelik kalıp içerisinde hidrolik pres kullanılarak briketlenir.
- ✓ Ergitme postasına yerleştirilmeden önce briketler etüvde bir süre ön ısıtma işlemine tabi tutulur.
- ✓ Ön ısıtma süresi ve sıcaklığı deney esnasında belirlenecektir.



- ✓ Sonrasında briketler pota içeresine sıvı metal havuzuna eklenir.
- ✓ Briketlerin ergime sürecinde flaksı oluşturacak toz kimyasallar hassas terazide tartılarak bir kap içinde karıştırılır.
- ✓ Sonrasında kum kalıplama belirlenmiş miktarda kum ile başlayıp 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.
- ✓ 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.
- ✓ Hazırlanan kalıp ergitme yapılan fırının önüne getirilir.
- ✓ Oluşturulan flaks karışım pota içine eklenir ve bir çubuk vasıtasıyla sıvı metale karıştırılır.
- ✓ Pota fırından çıkartılır, cüruf alınır.
- ✓ Sıvı metal kum kalıba doldurulur.
- ✓ Artan kısım hazır bulundurulmuş metal kalıba dökülür.
- ✓ Katılma ve kalıbın soğuması beklenir.
- ✓ Kalıp bozularak döküm parçası çıkartılır.

### III. *Deneyden sonra*

- ✓ Dökülen metaller (metal yüzeyde olan ve kum kalıpta olan) tartılarak toplam ergitme ve geri dönüşüm verimi hesaplanacaktır.

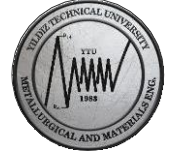
## 4. DENEY RAPORUNDA İSTENEN BİLGİLER

- Kum kalıba dökümle üretilen parçalara örnekler
- Kum kalıp kaynaklı döküm hataları
- Kalıp kumu ve karışımında kontrol edilen özellikler nelerdir.
- Alüminyum alaşımlarında kullanılan tane küçültücüleri açıklayınız ve hangi oranlarda kullanıldığını belirtiniz.
- Alüminyum alaşımlarında kullanılan modifikasyon ajanları hakkında bilgi veriniz.
- Geri dönüşümde alüminyum metallinin yerini araştırınız
- Deneyde ulaşılan verimi nasıl artırabiliriz araştırınız.

## 5. KAYNAKLAR

- [1] Ergin Çavuşoğlu, “Döküm Teknolojisi”, İTÜ Yayınları, 1981.  
[2] Mustafa Çiğdem, “İmal Usulleri”, Çağlayan Kitabevi, 1996.  
[3] Kimyaevi, <http://www.kimyaevi.org/TR/Genel/BelgeGoster.aspx?F6E10F8892433CFF8007620E7D5602E8B856E08843ECBADB>, 2020.  
[4] ŞİRVANLI A.Ş., <https://www.sirvanli.com/tr/aluminyum-dokum-nedir,2024>.  
[5] Turgut Gülmez, MAK351 İMAL USULLERİ DÖKÜM, [https://web.itu.edu.tr/gulmezt/IMAL%20USULLERİ/ch10Dokum%20Tekniğinin%20Esasları.ppt](https://web.itu.edu.tr/gulmezt/IMAL%20USULLERI/ch10Dokum%20Tekniğinin%20Esasları.ppt).  
[6] Kalıpkumları, <https://cdn.bartın.edu.tr/metalurji/d7ee7cd9-f063-4669-8e1c-393503ed6ffb/dokum-teknolojisi-4.-hafta.pdf>.





## DENEY 10: SERAMİK ÇAMURUN ALÇI KALIBA DÖKÜMÜ VE YOĞRULMA SUYU,% KURUMA, PIŞME VE TOPLU KÜÇÜLMELERİN SAPTANMASI DENEYİ

### 1. DENEYİN AMACI

Hazırlanan seramik çamurunun slip döküm yöntemini öğrenmek, alçı kalıba dökümde tekniğine uygun şekillendirme yapabilmek ve dökülen seramik kalıplarının % kuruma, pişme ve toplu küçülmelerinin belirlenmesi.

### 2. TEORİK BİLGİ

Geleneksel seramikler kapsamına giren ürünlerin hammaddeleri; özlü ve özsüz olmak iki gruba ayrılmaktadır. Bunlardan özlü olanlar; kil, kaolin vb., özsüz olanlar ise; feldspat ve kuvarstır. Bu inorganik endüstriyel hammaddelerin belirli oranlarda karıştırılıp şekillendirildikten sonra pişirilerek sinterlenmesi suretiyle seramik üretilmektedir.

**Kil:** Doğal olarak oluşmuş, başlıca ince taneli minerallerden meydana gelmiş, yeterli miktarda su katılınca genellikle plastikleşen ve kuruma ve pişmeyle sertleşebilen malzemedir. Sertlikleri azdır, tırnak ile çizilebilirler. Seramik ürünlerin şekillendirilmesinde kolaylık sağlar ve gerekli olan ham mukavemeti verir.

**Kuvars:** Plastik olmayan sert bir hammaddedir. Bileşimi  $SiO_2$  olup, bütün minerallerin içinde en fazla saf kimyasal bileşim ve fiziksel özellikler gösteren minerallerdir. Yapıyı yüksek sıcaklıkta ayakta tutar, yapının kuruma küçülmesini azaltır ve pişme esnasında deformasyon olmaksızın gaz çıkışına izin verir.

**Feldspatlar:** İçinde alkali bulunduran alümina silikat mineralleridir. Saf olarak bulunmazlar. Seramik ürünlerinin oluşumunda, içeriğindeki alkali oranına bağlı olarak sinterleşmeyi sağlar ve yapıda sinterleşme sonucu camsı fazı oluşturduğu gibi eriticilik özelliği de gösterirler.

**Kaolin:** Feldspatik kayaçların tabii şartlar nedeniyle bozulmasıyla oluşan alümina silikatlarıdır. Kaolinler genelde beyaz renktedirler. Seramik bünyesinin ana hammaddelerindedir ve bünyeye beyazlık verirler. Kaolin içerisindeki  $Al_2O_3$  yüzdesi arttıkça pişme sıcaklığı ve mukavemeti artar.

Alçı kalıba döküm yöntemi, katı-sıvı karışımı halinde hazırlanan süspansiyonun; katının sıvı içinde homojen dağıtıldığı, asıltı durumunda tutulduğu ve akışkanlığı da sağlanarak elde edilen seramik çamurunun (slip) alçı kalıplara dökümünü kapsamaktadır.

Çamurdaki su, gözenekli alçı kalıp tarafından emilmektedir. Slip döküm çamuru elde etmek için; kil, kaolin gibi özlü (hidrofilik, suyu seven) seramik hammaddeleri ile feldspat ve kuvars gibi özsüz (hidrofobik, suyu sevmeyen) seramik hammaddeleri, önce bilyalı değirmenlerde hem öğütülmeleri hem de açılması sağlanarak homojen karışım sağlamak amacıyla su ile karıştırılmaktadır. Bilyalı değirmen hacminin 1/3'ünü katı hammaddeleri, 1/3'ünü su ve geri kalan 1/3'ünü ise öğütücü alümina bilyeler oluşturmaktadır. Yeteri derecede bilyalı öğütme işleminden sonra elekten geçirilerek iri parçacıklar ayıklanır ve daha sonra mekanik karıştırıcılarda döküme hazır çamur (slip) oluşturmak üzere mekanik karıştırıcılar altında karıştırılır. Nihai çamur alçı kalıba döküme hazır hale gelir.

İyi bir döküm çamuru şu özelliklere sahip olmalıdır:

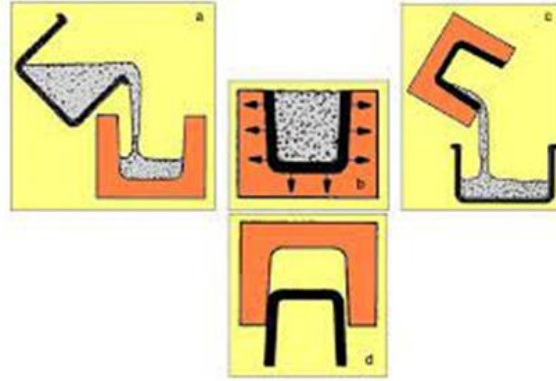
- Alçı kalıp içerisinde kolaylıkla yayılabilmesi için düşük vizkoziteli olmalı
- Katı maddeler çökmemeli
- Dökümden sonra kalıptan kolayca çıkarılabilmeli
- Döküm sonrası mukavemeti yüksek olmalı
- Kuru çekme az olmalı

Alçı kalıba döküm yöntemi genellikle büyük hacimli ve karmaşık şekilli ürünlerin üretiminde tercih edilen bir şekillendirme yöntemidir. Bu yöntem, simetrik olmayan ürünler, bazı özel ateş tuğlaları, sofa

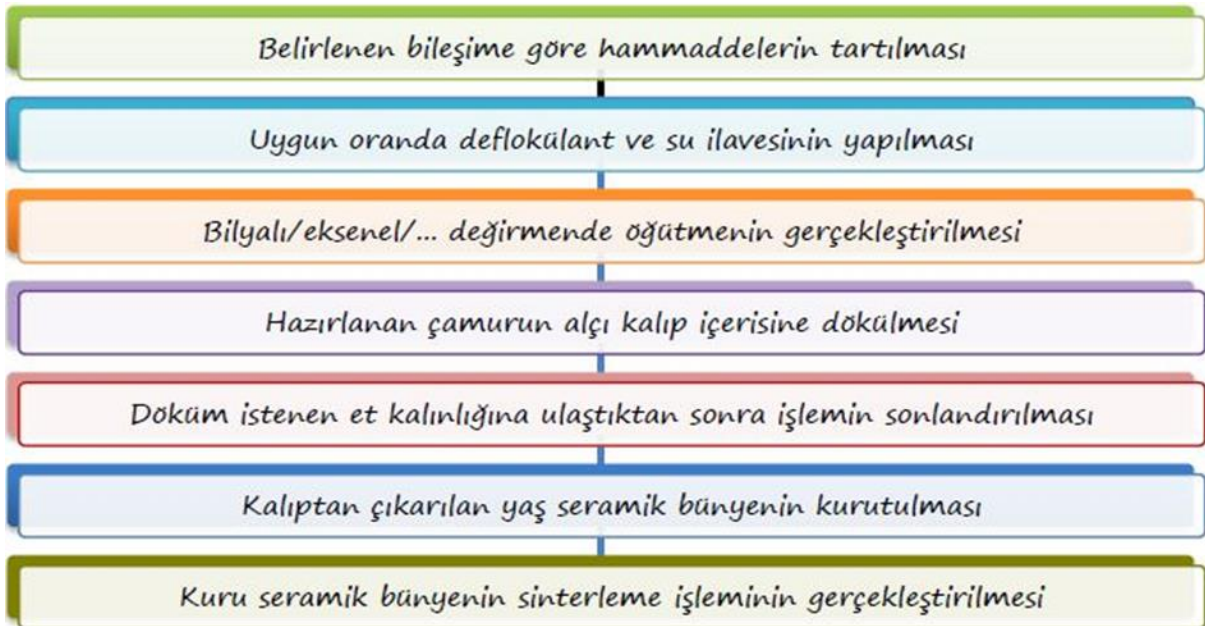
takımları ve lavabo, klozet, küvet gibi sağlık gereçlerinin şekillendirilmesinde ve ileri teknoloji seramiklerinin üretiminde kullanılmaktadır. Sağlık gereçlerinin üretiminde ürünlerin sahip olduğu büyük hacim ve şekillerinin karmaşık olması nedenleriyle alçı kalıba döküm tercih edilmektedir.

Dökümda kullanılan kalıplar gözenekli yapıda ve su emme yeteneğine sahip alçı kalıplardır. Bununla birlikte poroz yapıda sentetik malzemelerde kullanılmaktadır. Döküm yoluyla sağlıklı bir üretim yapılabilmesi için öncelikle kalıplama tekniğine uygun yani aralıksız birleşen, açılırken takılma yapmayan alçı kalıbın, darbeye karşı dayanıklı, eşit kalınlıkta, uygun porozite ve yeterince kurutulmuş olması gerekmektedir. Ayrıca kalıp döküme hazırlanırken temiz olması, birleşme yüzeylerinin düzgün olması çok önemlidir.

Alçı kalıp suyu çok hızlı emer. Alçı kalıp içine doldurulan çamurun suyu kalıp yüzeyinden başlamak üzere kalıp tarafından hızlı bir şekilde çekilir. Aralarındaki su tabakasının azalmasıyla birbirlerine yaklaşan taneler arasındaki itme kuvvetleri tanelerin çekim kuvvetleri tarafından yenilerek etkisiz hale gelir. Böylece partiküller üst üste birikmeye ve birbirlerine yapışmaya başlarlar. Zaman ilerledikçe üst üste biriken tanelerin sayısı artar ve kalıbın iç yüzeyinden itibaren bir katı sıvı arası geçiş tabakası oluşur. Bu tabakanın kalınlığı zaman geçtikçe artar ve bu kalınlık alma hızı olarak bilinir. Bu hız zaman geçtikçe azalır.



Şekil 1: Slip döküm yöntemi ile şekillendirmenin şematik gösterimi.



Şekil 2. Seramik ürünlerin döküm yöntemiyle üretimi için genel akım şeması.



Seramik ürünlerde önemli sorunlardan biri parçadan parçaya boyutların sabit kalmaması birinden diğerine farklı küçülmeler gösterilebilmesidir. Bu nedenle pişme ve kuruma küçülmeleri seramik bünyelerde denetlenmesi gereken en önemli özelliklerden biridir. Birçok seramik ürünün kuruma ya da pişme sürecinde deformasyona uğrayarak zarar görmesine küçülmenin yüksek olması neden olur. Bu nedenle şekillendirilerek numunelerin üstüne işaretler konur ve kuruma ile pişme sonrasında karşılaştırma yapılır. Oluşturulması amaçlanan ürünün niteliklerine göre küçülmenin belli bir yüzdeyi geçmemesi aranır, örneğin porselenlerde yaklaşık %16 küçülmenin üstü istenmez.

Kuruma, pişme ve toplam küçülmenin hesaplanmasına ilişkin formüller aşağıda verilmiştir.

$$\% \text{ Yoğrulma Suyu} = \frac{(\text{Plastik Ağırlık} - \text{Kuru Ağırlık})}{\text{Kuru ağırlık}} \times 100$$

$$\% \text{ Kuruma Küçülmesi} = \frac{(\text{Plastik Uzunluk} - \text{Kuru Uzunluk})}{\text{Plastik uzunluk}} \times 100$$

$$\% \text{ Pişme Küçülmesi} = \frac{(\text{Kuru uzunluk} - \text{Pişme Uzunluğu})}{\text{Kuru uzunluk}} \times 100$$

$$\% \text{ Toplu Küçülme} = \frac{(\text{Plastik Uzunluk} - \text{Pişme Uzunluğu})}{\text{Plastik Uzunluk}} \times 100$$

### 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

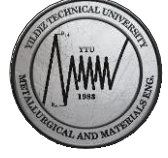
#### 3.1. Kullanılan Cihazlar ve Malzemeler

Alçı kalıp, Mekanik karıştırıcı, Viskozimetre, Terazî, Döküm çamuru, Plastik beher, Sünger, 1200 0C Fırın, Kumpas.

#### 3.2. Deneyin Yapılışı

Öncelikle, daha önceden hazırlanmış olan seramik çamurunun vizkozite değeri ve litre ağırlığı ölçülecektir. Bu analizler ile çamurun reolojik analizi yapılmış olur ve döküm için uygunluğu tespit edilir. Devamında alçı kalıplar döküme hazır hale gelecek şekilde içerisi temizlenir ve seramik çamurun kalıp içerisine dolumu sağlanır. Bu noktada deneyin verimli geçmesi ve karşılaştırma yapılabilmesi adına, ilgili deney grubu kendi içerisinde ikişerli veya üçerli gruplara ayrılarak, seramik çamurunun alçı kalıp içerisinde farklı dakikalarda beklenmesi sağlanacaktır. Farklı dakikalar ile beklenen seramiğin kalıptan ayrıldığına farklı et kalınlığına sahip olması beklenmektedir. Bu nedenle her bir grup sırası ile 3dk-6dk-9dk kendi seramik kalıbını bekleterek kalıp içerisindeki fazla çamuru boşaltır. Kalıp ters bir şekilde masa üzerine konur ve seramiğin kalıp içerisinden rahat bir şekilde çıkabilmesi için bir süre beklenir. Sonrasında seramik kalıptan dikkatli bir şekilde çıkarılır ve ilgili ürün 10dk açık havada bekletilir. Daha sonra her bir grup kendi ürününün alt kısmına dikkatli bir şekilde kendi kodlarını yazar. Böylelikle gruplar arasındaki seramik ürün karışıklığının önüne geçilmiş olur.

Döküm sonrasında ilk ölçümler alınır. Bunlar et kalınlığı tayini, ürün çapının belirlenmesi ve hassas terazide ağırlık ölçümüdür. Her bir grup bu işlemleri tamamladıktan sonra ürünlerini kurumaya bırakır. Ürünün tamamen kurumması için gerekli süre ders saatini aşacağından, deneyin devamlılığını oluşturabilmek ve üretim proses bilincini geliştirebilmek adına, ilgili deneyi takiben sonraki hafta içerisinde deney asistanının sizlere vereceği gün ve saatte ürünün tam kurumuş halinin yeniden ağırlığı alınır, et kalınlığı ve çapı ölçülür. Aynı gün alınan ölçümler sonrasında seramik ürünler sinterlenmek üzere fırına bırakılır. Sinterleme sıcaklığı 900 °C ve bekleme süresi 2 saattir. Bu süre sonunda sinterlenmiş olan ürünün ağırlığı alınır, et kalınlığı ve çapı ölçülür. Böylelikle eldeki veriler ile deney tamamlanmış olur.



Bu verilerin kullanılabilmesi adına föy içerisinde yer alan % yoğrulma suyu, % kuruma, %pişme ve % toplu küçülmeleri değerleri hesaplanır.

#### 4. SONUÇLAR

Sonuç olarak bu deneyde, seramik çamurunun alçı kalıba dökülmesi ve prosesin devamlılığı sağlanarak kurutma ve sinterleme işlemleri gerçekleştirilir. Bu basamaklar sonrasında elde edilen veriler ışığında ilgili ürün hakkında yorum yapılabilmesi ve kalıba döküm sonrasındaki farklı sürelerde bekletilen seramik çamurlarının et kalınlıklarının da farklı olduğu kanıtlanmış olur.

#### 5. DENEY RAPORUNDA İSTENENLER

- 1- Bekleme süresi- Et kalınlığı ve Bekleme süresi- %Toplam küçülme ilişkisini grafikler ( 2 adet excel kullanılarak hazırlanacak ) halinde gösteriniz.
- 2- Kurutma ve sinterleme sırasındaki küçülmelerin nedenlerini açıklayınız.
- 3- Aynı sürede daha kalın veya daha ince döküm kalınlığı elde etmek için ne yaparsınız?

#### 6. KAYNAKLAR

“Seramik”, TMMOB Kimya Mühendisleri Odası, 1980, Ankara  
Ates Arcasoy, Seramik Teknolojisi, M.Ü. Güzel Sanatlar Fakültesi, Seramik Bölümü Yay.1983