



**Yıldız Teknik Üniversitesi**  
**Metalurji ve Malzeme Mühendisliği**  
**Bölümü**

**MEM3122 Malzeme Karakterizasyon**  
**Laboratuvarı**

**Deney Föyü**

**2024-2025**

**Bahar**

# İçerik

Önemli Hatırlatmalar.....	ii
<b>Deney 1:</b> X-Işını Difraksiyonu (XRD)-Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Karakterizasyon Teknikleri Ve Numune Hazırlama .....	1
<b>Deney 2:</b> Malzemelerin Mikroyapı İncelemesi.....	15
<b>Deney 3:</b> Döküm Seramik Çamurunun Reolojik ve Fiziksel Özelliklerinin Analizi .....	19
<b>Deney 4:</b> Aşınma Testi .....	24
<b>Deney 5:</b> Korozyon ve Korunma .....	30
<b>Deney 6:</b> Hidrometalurji .....	35
<b>Deney 7:</b> Malzemelerin Optik Özellikleri.....	40
<b>Deney 8:</b> Kompozitlerin Mekanik Özellikleri .....	45
<b>Deney 9:</b> Mekanik Testler .....	58
<b>Deney 10:</b> Jominy Sertleşebilirlik Deneyi .....	65

## Önemli Hatırlatmalar

1. Dönem boyunca 10 adet deney yapılacaktır.
2. Deneye 10 dakika geç gelen öğrenciler o hafta deneye alınmayacaktır.
3. Girilmeyen deneyler sıfır olarak değerlendirilecektir.
4. Sadece 2 hafta devamsız olabilirsiniz. Üç hafta deneye gelmeyen öğrenci devamsız sayılacaktır.
5. Deney föyleri ve rapor formatı bölüm sayfasına yüklenecektir.
6. Yapılan deneylerin raporu en geç bir hafta sonra deney başlamadan ilgili araştırma görevlisine teslim edilecektir
7. Vize haftasında deney yapılmayacaktır.
8. Deneyler yüz yüze gerçekleştirilecektir. Her öğrenci deneye kendi grubunda girecektir. Deney grupları ilan edilecektir.
9. Final sınavının notunuza etkisi %40 olacaktır.
10. Yıl içi değerlendirmelerin ders notuna etkisi %60 olacaktır.
11. Yıl içi değerlendirmeler, kısa sınavlar, raporlar ve deneylerde gösterilen performanstır.
12. Her deney öncesi kısa sınav (Quiz) yapılacaktır.
13. Belirlenen tarih ve saatte sınava girmek sizin sorumluluğunuzdadır. Mazeret kabul edilmeyecektir.
14. Deney öncesi yapılan Quiz sınavlarının ortalaması %30 olacaktır.
15. Quizden 40 puanın altında alan öğrenciler başarısız sayılacak, deneye alınmayacaktır. Başarısız sayılan deney için telafi dersine girilemez.
16. Yapılan deneylerin raporu bireysel olarak ve sizlerle paylaşılan formata göre hazırlanacaktır.
17. Formata uygun hazırlanmamış raporlar değerlendirilmeye alınmayacaktır. Benzer raporlar "SIFIR" olarak değerlendirilecektir.
18. Deneylere katılımcı olmanız gerekmektedir. Derse katılımınız performansınızı belirleyecektir.
19. Performans (%10) + Quiz (%30) + Rapor (%20) + Final (%40)
20. Dönem sonunda 1 hafta telafi deneyleri yapılabilecektir. Sağlık raporu olup deneye katılamayan öğrenciler 1 sefer olmak üzere bölüm sekreterliğine sağlık raporunun bir kopyası ve dilekçe ile başvurmaları durumunda telafi deneyine katılabileceklerdir.
21. Tüm öğrenciler deneye gelirken iş sağlığı ve güvenliği kurallarına uygun olarak hazırlanmalıdır. Örneğin, laboratuvar dersine kısa şort veya açık ayakkabı giyerek gelinmemelidir, takma tırnak takılmamalıdır.
22. Tüm öğrenciler deneylere Beyaz laboratuvar önlüğü, laboratuvar gözlüğü ve eldiven getirmekle ve deney süresince bu ekipmanları kullanmakla yükümlüdür.

# Deney 1: X-Işını Difraksiyonu (XRD)-Taramalı Elektron Mikroskopi (SEM) Karakterizasyon Teknikleri ve Numune Hazırlama

Arş. Gör. Serra ERSOY

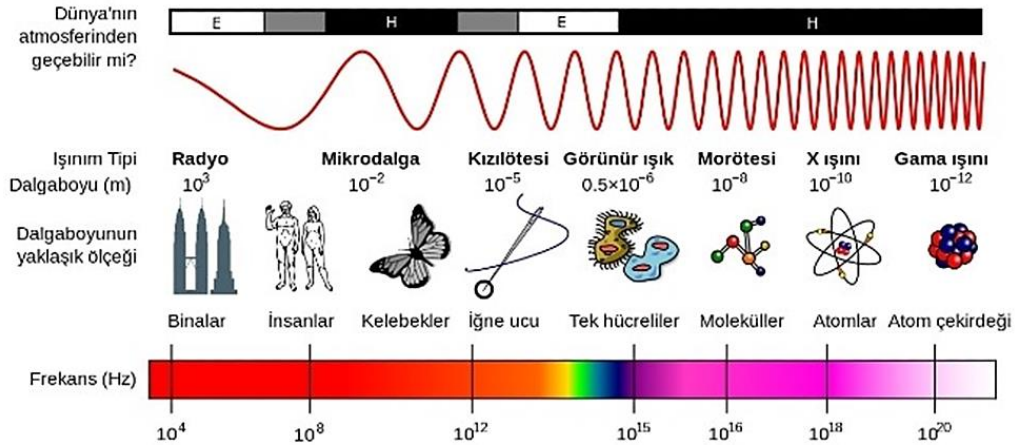
## 1. XRD Analizi

### 1.1. Deneyin Amacı

Malzemenin kristallik, faz saflığı, faz kimliği, kristal yapı, yüzde faz birleşimi ve kristalite boyutu hakkında bilgi veren XRD analizinin nasıl oluştuğu, cihazın mekanizması, numune hazırlama ve analiz yorumları öğrenilecektir. Kayaçların tanımlanmasından böbrek taşı türünün belirlenmesine, ilaçlardaki safsızlıkların tespitinden metal, alaşım ve polimerlerin analizine birçok alanda kullanılan XRD grafiklerinin çizimi ve malzeme tayini hakkında fikir sahibi olunacaktır.

### 1.2 Teorik Bilgi

X-ışını, 1895 yılında Conrad Röntgen tarafından keşfedilmiştir. O zaman fiziksel özellikleri bilinmediğinden “X” isim verilmiş ve günümüzde de aynı isimle anılmaktadır. X-ışınları, yaklaşık 0.02 Å ile 100 Å ( $1\text{Å} = 10^{-10}\text{m}$ ) arasında dalga boyuna sahip elektromanyetik dalgalar (hem elektrik hem de manyetik özellikleri olan radyasyon) ve gözle görülemezler. X-ışınlarının elektromanyetik spektrumundaki yeri **Şekil 1**’de gösterilmiştir [1,2].



Şekil 1. Elektromanyetik spektrum ve ölçeklendirilmesi [2].

X-Işını kırınım (XRD) yöntemi, bir malzemenin kristalografik yapısını ve kimyasal bileşimini belirlemek için kullanılan bir tekniktir. XRD, bir malzemeyi gelen X-ışınları ile ışınlayarak ve ardından malzemeyi terk eden X-ışınlarının yoğunluklarını ve saçılma açılarını ölçerek malzemenin kimyasal bileşimi ve kristal yapısı hakkında bilgi verir. X-Işını kırınım cihazıyla katı, toz ve ince film numunelerinin nitel ve nicel incelemeleri yapılabilmektedir [1,2].

Bu metodun esası çok kısa dalga boyuna sahip elektromanyetik dalgalardan meydana gelen X-ışınları demetinin analiz edilecek numunenin üzerine gönderilip, kristallerin atomlarına çarpıtılarak yansıtılmasıdır. X-ışınları teknikleri ile bir mineralin kristal sınıfı, birim hücre parametreleri, kristal yapıdaki çeşitli atomların pozisyonları belirlenebilmektedir. Başka bir ifade ile kristalografi de, X-ışınları ile atom ve moleküllerinin, üç boyutlu (uzayda) olarak dizilimlerini inceler [1,2].

## XRD Cihazı Nasıl Çalışır?

X-ışınları doğal ve yapay olmak üzere iki şekilde meydana gelir [3]:

- Doğal X-Işınları atom çekirdeği tarafından K enerji kabuğundan elektron yakalanması, alfa bozunumu, iç dönüşüm ve beta bozunumu olaylarıyla meydana gelir.
- Yapay X-Işınları maddenin; elektron, proton, parçacıkları veya iyonlar gibi hızlandırılmış parçacıklarla etkileşmesinden ya da X-ışını tüpünden veya başka bir uygun radyoaktif kaynağından çıkan fotonlarla etkileşmesinden meydana gelir. Maddenin, fotonlarla etkileşmesinden karakteristik (çizgi) X-ışınları, yüklü parçacıklarla etkileşmesinden hem karakteristik hem de sürekli X-ışınları elde edilir. XRD analizindeki ışınlar, X-Işını tüpü ile üretilir.

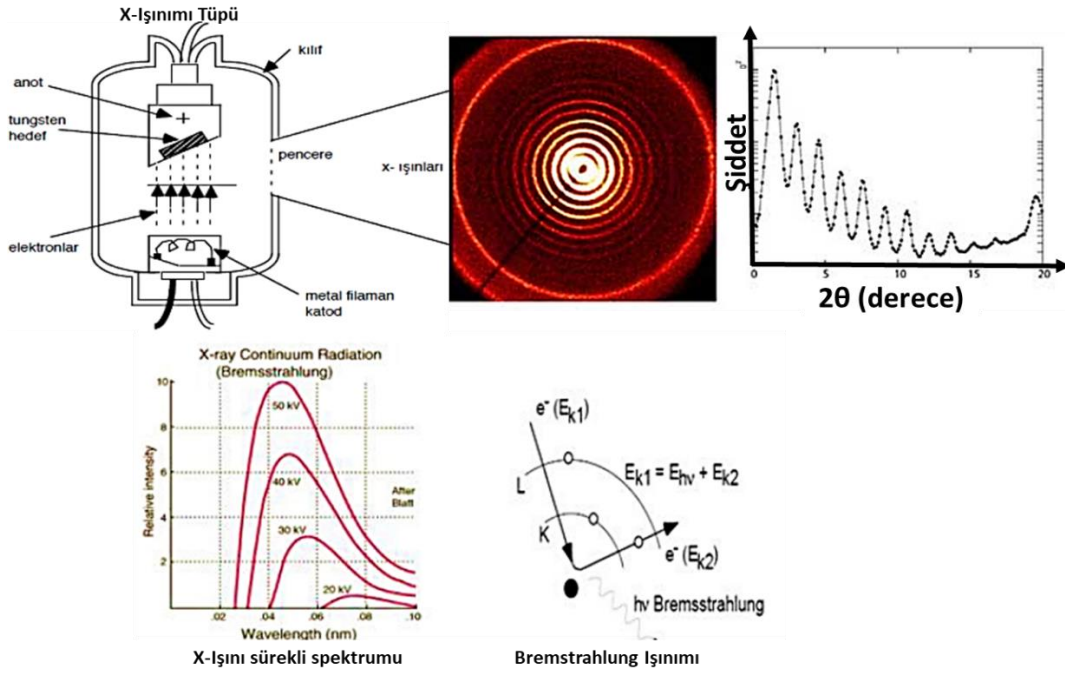
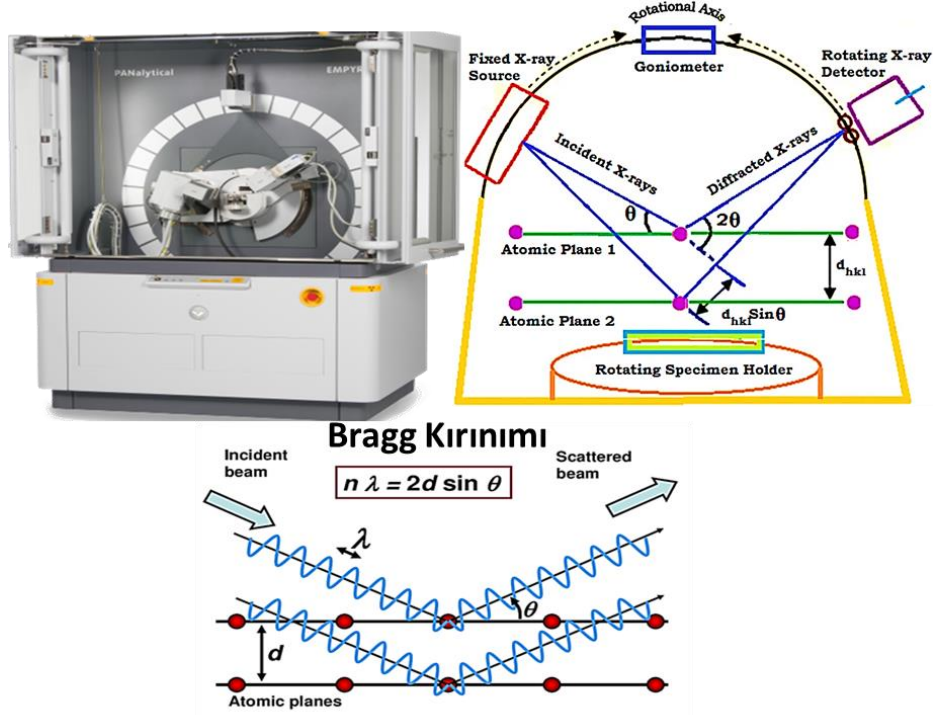


Figure 2. X-Ray Tube and X-Ray types according to interaction types [3].

X-ışını tüpü yüksek voltajlı bir katot ışını tüpüdür. Tüp yüksek vakumda havası boşaltılmış cam bir kılıftan oluşmuştur. Bir ucunda anot (pozitif elektrot), diğer ucunda katot (negatif elektrot) bulunur ve bunların her ikisi de lehimle sıkıca mühürlenmiştir. Anot ve katot arasına yüksek voltaj uygulandığında katot filamanda elektron yayınlanır. Bu elektronlar yüksek gerilim altında anoda doğru hızlandırılır ve hedefe çarpmadan önce yüksek hızlara ulaşır. Yüksek hızlı elektronlar metal hedefe çarptıklarında enerjilerini aktararak bir foton yayınlanır. Enerjileri, seviyeleri arasındaki farka eşit olan bu fotonlara karakteristik x-ışınları adı verilir. Hareketli bir elektronun kinetik enerjisi vardır. Yüksek hıza sahip bir elektron tungstene çarpınca bir tungsten atomu ile çarpışır. Elektron durdurulana kadar birçok atomla çarpışmak zorunda kalabilir. Elektronun durdurulması sırasında kaybedilen kinetik enerjinin yüzde biri veya daha az kısmı X-ışını ışınmasına, geri kalan kısmı ise ısı enerjisine dönüşür. Bu sebeple X-ışını tüpünde soğutma sistemi de bulunur (**Şekil 2**) [3].

X-Işınları kristal yapı üzerine düşürüldüğünde, ışınlar katı yüzeyinden küçük geliş açılarıyla tam yansımaya uğrarlar ve ışınlar kristaldeki atomların paralel düzlemleri tarafından saçılırlar. Kristal yapıdaki bu saçılımlar kırınım olarak adlandırılır ve kırınım çok sayıda atomu içeren saçılmalardan meydana gelir. X

ışınlarının kristal yapıda kırınımı Bragg Kanunu ile açıklanır ve Bragg kanununun en basit şekli aşağıdaki formül ile verilir (**Şekil 3**) [3]:



**Şekil 3.** XRD cihazı, çalışma mekanizması ve Bragg kırınım formülü [3].

Modern X-ışını cihazlarında, kırınıma uğrayan ışının kırınım açısını ve şiddetini ölçecek ışınım sayıcılar bulunur. Böylece kırınım açısı ( $2\theta$ )'nın, kırınıma uğrayan ışının şiddetine göre değişimini veren kırınım deseni elde edilir. Desen üzerindeki pik genişliklerine ve zemin şiddetine bakılarak malzemenin kristalleşmesi hakkında bilgi edinilebilir [3].

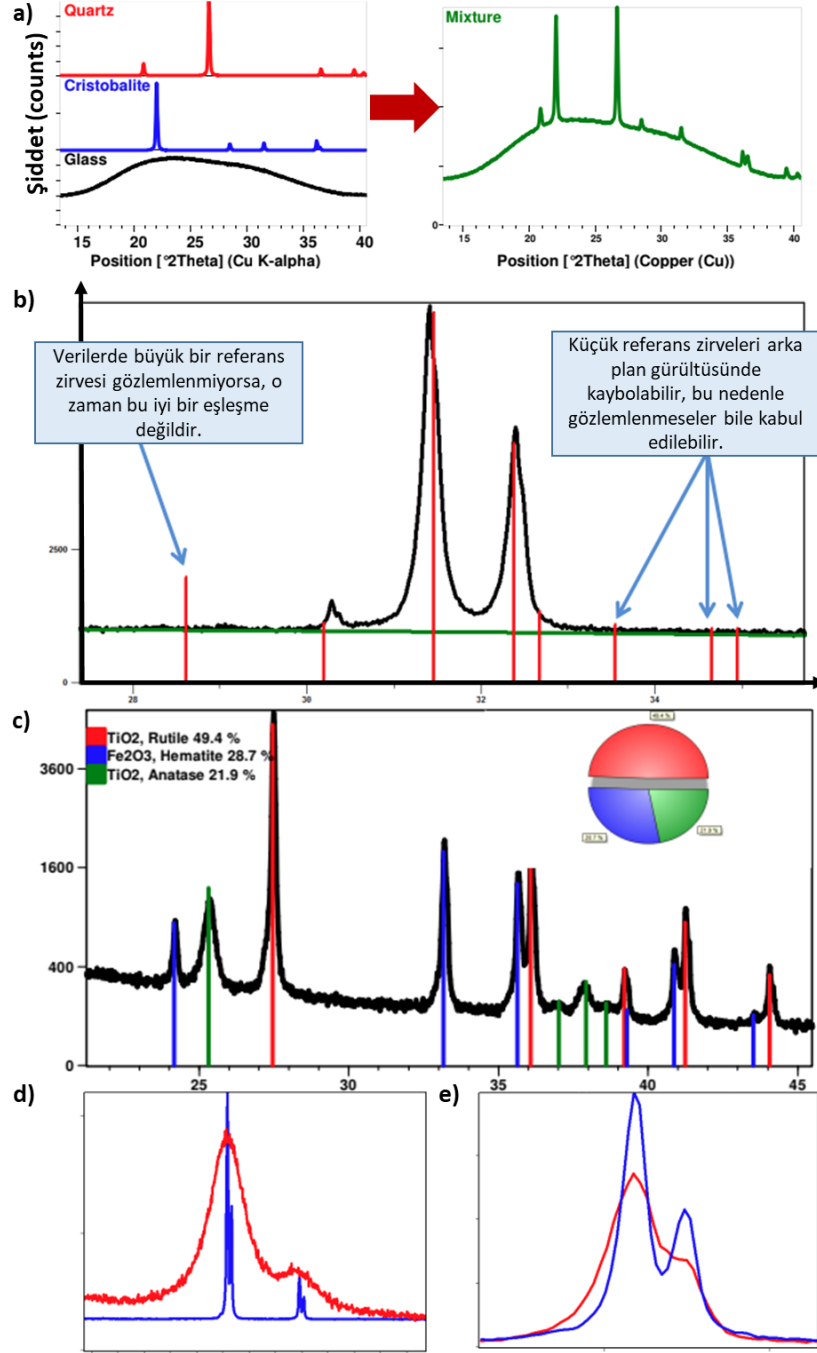
Dedektör numunenin etrafında bir daire şeklinde hareket eder ve dedektör konumu  $2\theta$  ( $2\theta$ ) açısı olarak kaydedilir. Dedektör her  $2\theta$  açısında gözlenen X-ışınlarının sayısını kaydeder ve X-ışını yoğunluğu genellikle “sayım” veya “saniye başına sayım” olarak kaydedilir [4,5]. Bazı cihazlarda numune ve dedektör dönerken X-ışını tüpü sabit durur. Bazılarında ise numune sabit tutularak dedektör ve X-ışını tüpü döner (**Şekil 5**).

### **Kristalografi**

Amorf katı atomların kararlı bir kristal yapıya sahip olmadığı katılar için kullanılan terimdir. Cam gibi maddeler, polystyrene gibi polimerler, pamuk helva gibi yiyecekler ve ruj gibi makyaj malzemeleri amorf katılara örnek gösterilebilir. Amorf (şekilsiz) kristallerde veya minerallerde, atom veya moleküller gelişmiş güzel bir dizilme gösterirler. “Kristal” terimi ile düzgün dış yüzeylere sahip olsun veya olmasın düzenli iç yapı gösteren katılar anlaşılmaktadır. Kristaller; Valans bağları, her atom için belli sayı ve açıda komşu atomları bir araya getirdiğinden, moleküllerde bir yapı uygunluğu vardır. Böylece, bir lineer polimer boyunca bir tekrür görülebilir. XRD analizi de kristal malzemelere uygulandığı bilirse de amorf malzemeler de incelenebilir. Kristal bir malzemenin birim hücredeki düzlemlere gelen X-ışınlarının kırınımıyla dedektörler bu kırınımın hangi düzlemde geldiğini algılar. Yayımlanmış referans deseninden kırınım tepe noktalarının Miller endeksleri ( $hkl$ ) belirlenebilir [4]. ( $hkl$ ) düzlem bilgileri, malzemelerin

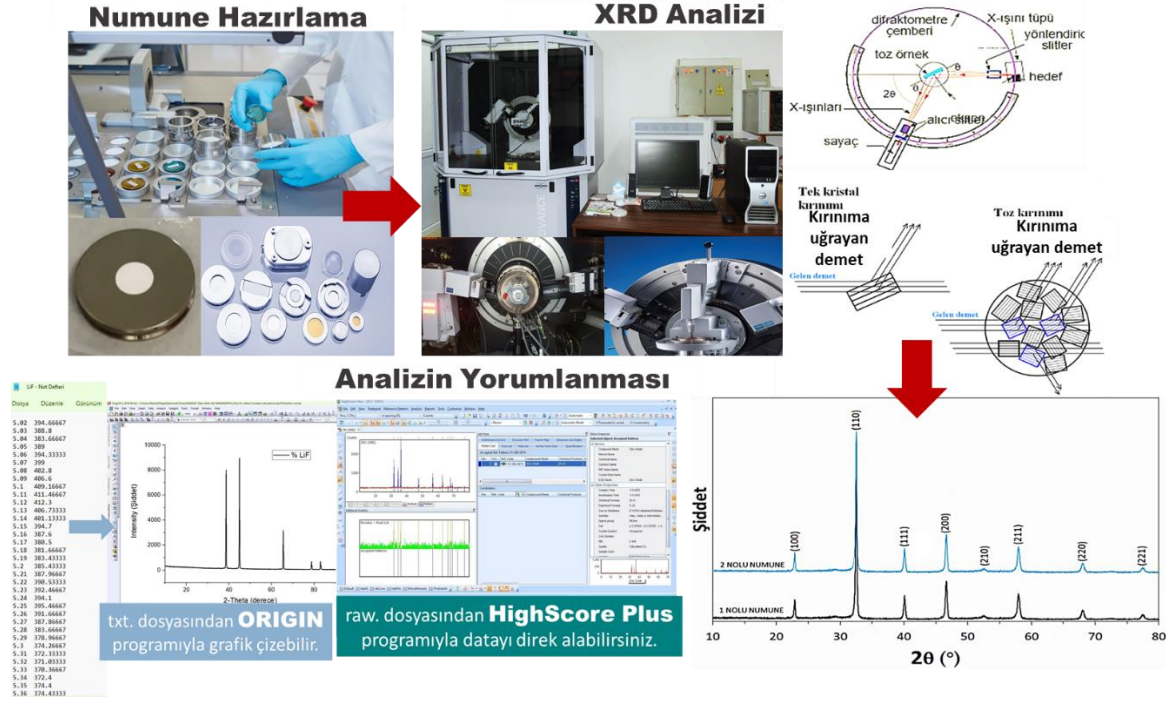
JCPDS kartı denilen spesifik bilgilerdir ve bu sayede malzeme içindeki kimyasal kompozisyonlar, kusurlar, safsızlıklar ve kristallik bilgileri elde edilir.

Bir faz, belirli bir kimya ve atomik düzenlemedir. Örneğin kuvars, kristobalit ve cam,  $\text{SiO}_2$ 'nin farklı fazlarıdır. Kimyasal olarak aynıdır, ancak atomlar farklı şekilde düzenlenmiştir. Gösterildiği gibi, X-ışını kırınımı deseni her farklı faz için farklıdır. Cam gibi amorf malzemeler keskin kırınım tepeleri üretmez. Bir karışımın kırınım deseni, her bir fazın kırınım desenlerinin basit bir toplamıdır (Şekil 4) [4].



Şekil 4. XRD grafik örnekleri: a)  $\text{SiO}_2$ 'nin farklı fazlarından oluşan karışımındaki piklerin toplamı, b) referans pikleriyle XRD grafiğinin eşleştirilmesi, c) Karışık fazlara sahip numunenin XRD grafiği, d) aynı numunenin katı (mavi) ve nanoboyuttaki (kırmızı) pikleri ve e) aynı numunenin iki farklı cihazda çekilmiş grafikleri [4].

### 1.3. Numune Hazırlama ve XRD Analizi Yorumlanması



Şekil 5 XRD analizi için numune miktarına ve türüne göre numunelerin hazırlanması, numune tutucuyla birlikte XRD cihazına konulması ve verilerin Origin/HighScore Plus programlarıyla yorumlanması.

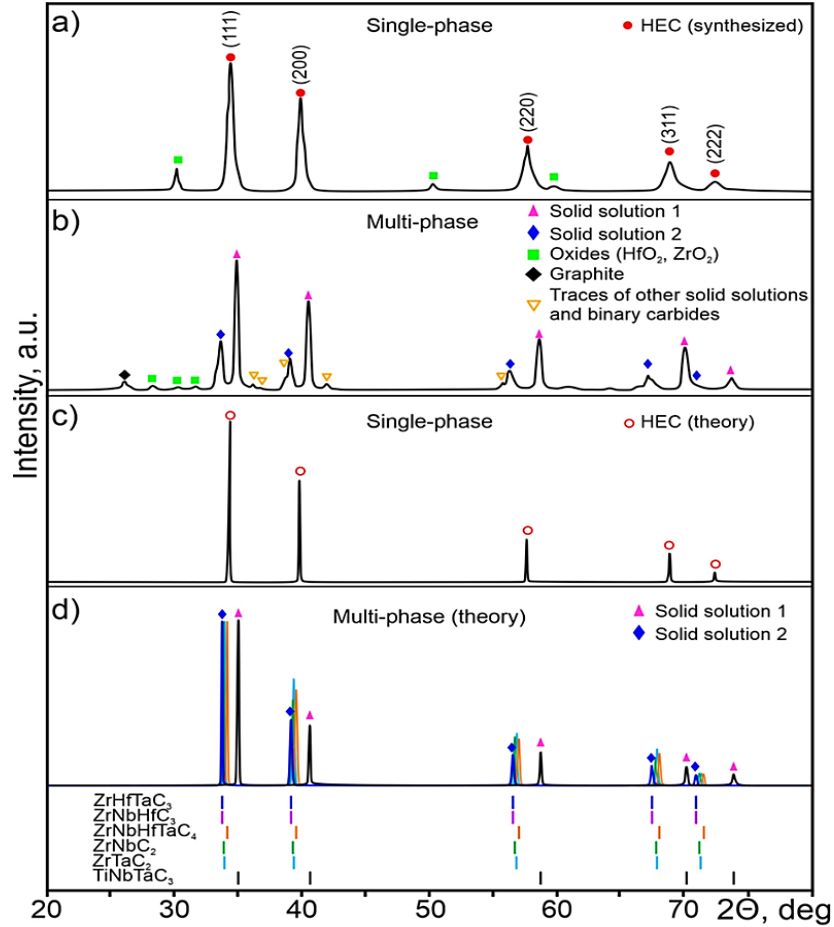
- **Toz numuneler:** Analizi yapılacak numuneler, ince öğütülmüş toz halinde teknisyene teslim edilmelidir. Değişik fiziksel ve kimyasal işlemlere tabi tutulmuş numuneler hakkında yeterince bilgi verilmelidir. Laboratuvara toz halinde iletilecek numune miktarı, kayaç örnekleri için yaklaşık 10 gr.; laboratuvarında sentezlenen ve fazla miktarda temini mümkün olmayan örnekler için ise en az 100-150 mgr olmalıdır [5].
- **İnce filmler:** Merkez Laboratuvarına iletilecek ince film örnekleri minimum 1x1 cm boyutlarında hazırlanmalı ve 7 mm. den daha kalın olmamalıdır [5].

#### Numune Hazırlama

- ✓ Numunenin türü ve miktarına göre uygun numune tutucularına analiz edilecek olan numune yüzeyi düz olacak şekilde dökülür.
- ✓ Numune hazırlandıktan sonra XRD analiz cihazındaki numune kısmına takılır ve X-Işınları aktif hale getirilir.
- ✓ İyi hazırlanmış bir numune kristalit ve partikül boyutu 1-5 µm olmalı, kristalitler rastgele yönlenmeli (Tekstür olmamalı), tamamen düz bir yüzeye sahip olmalı, numune yüksekliği normal olmalı ve kısa delinebilir olmalıdır.
- ✓ Numune hazırlamadan kaynaklanan başlıca problemler olabilir. Bunlar:
  - **Tanesellik:** Eğer numune iyi öğütülmezse numunede tek kristaller bulunur ve tanesellik olur. Bu yüzden numunede birkaç büyük kristal olursa ve bunlar taranırsa beklenmedik güçlü pikler ortaya çıkabilir. Problemi çözmek için iyi öğütme, büyük numune tutucu ve dönen numune tutuculu cihazlar tercih edilebilir [6].
  - **Mikro-absorpsiyon:** Büyük partiküller radyasyonun önemli kısmını absorplar. Küçük partiküllerde ise absorplama az görülür. İyi öğütme ile problem çözülür [6].



- **Tekstür (Tercihli Yönlenme):** İyi bir toz numune bütün mümkün yönlerde partikül içerir. Fakat bazı toz numuneler sadece tek bir yönde partikül içerir. Yüzeyle fazla sürtmeden tozu bastırma, geri yükleme tekniği kullanma ve tekstür açısından yüzeyi düzensiz tutma ile problem çözülebilir [6].
- **Kristalit boyutu:** Kristalit boyutu pik genişliğinden hesaplanır. İyi ve doğru öğütme önemlidir. Çünkü yüksek enerji ile öğütülen numunelerde kristalit boyutu ideal boyuttan daha küçük olur. Daha küçük olduğunda ise bu seferde pik genişlemesi, kafes kusurları, kristal yapıda gerilme ve XRD ye görünmeyen amorf kesim oluşur. Bu yüzden ideal şekilde öğütme çok önemlidir ve bunun için otomatik numune öğütücü vardır [6].
- **Numune yüksekliği değişikliği:** Eğer numune yüksekliği çok düşük veya yüksek olursa pikler kayar ve genişler. Aynı zamanda intensity kaybı olur [6].
- **Yüzey pürüzlülüğü:** Eğer numune yüzeyi sert ve pürüzlü olursa pikler kayar ve genişler [6].
- **Numune saydamlığı:** Eğer numune yüzeyi saydam olursa pikler kayar ve genişler. Numune saydamlığı sorunu için çok ince numune kullanmak ve ışının numune içinden geçmesine izin vermek gerekir. Yani reflection metodu yerine transmission metodunu kullanmak gerekir [6].



**Şekil 6.** Sentezlenen **a)** tek ve **b)** çok fazlı TiZrNbHfTaC5 numunelerinin X-ışını kırınım desenleri ve **c)** simüle edilmiş tek fazlı HEC'in ve **d)** çeşitli çok bileşenli karbürlerin karıştırılmasının hesaplanan Gibbs serbest enerjilerinin analiziyle bulunan ZrHfTaC<sub>3</sub>, ZrNbHfC<sub>3</sub>, ZrNbHfTaC<sub>4</sub>, ZrNbC<sub>2</sub>, ZrTaC<sub>2</sub> ve TiNbTaC<sub>3</sub>'ün ayrı fazlarının XRD desenleri [7].

**Şekil 6'**da görüldüğü gibi tek ve çoklu fazların tanımlanmasında XRD analizinden yararlanılarak yorumlama yapılabilmektedir.

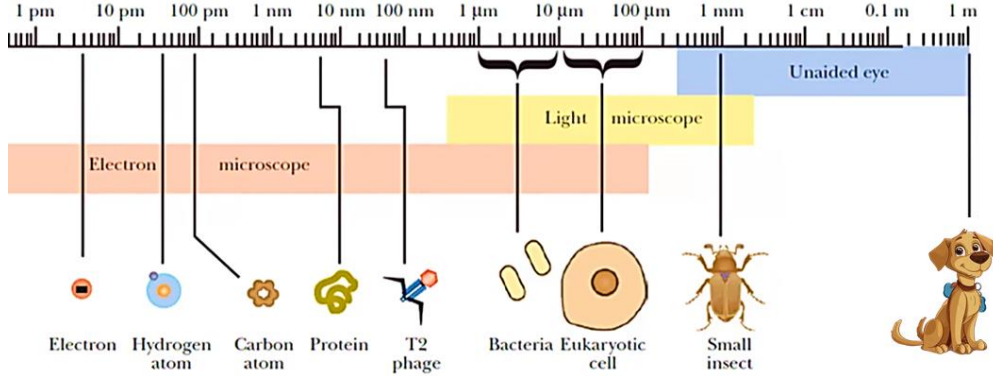
## 2.SEM Analizi

### 2.1. Deneyin Amacı

Numunenin topografik ve 2 boyutlu görüntülerinin atomik olarak incelenmesi ve elementer haritalama yöntemiyle malzeme tayininde kullanılan SEM analizinin optik mikroskop ile farkı, cihazın çalışma mekanizması, numune hazırlama ve analiz yorumlama hakkında bilgi sahibi olunacaktır. Her çeşit metaller, tekstiller, fiberler, plastikler, polimerler, parçacıklar(kum, çakıl, polen gibi) incelenebilir olduğunu ve sağlık bilimlerinden adli tıpta delillerin incelenmesine, arkeolojideki kayaç türlerinden temel ve mühendislik bilimlerine kadar birçok alanda kullanılan SEM karakterizasyonu hakkında mühendis adayları yorum yapabilir hale gelecektir.

### 2.2. Teorik Bilgi

Doğadaki her şey gözümüzün göremeyeceği kadar küçük yapıtaşlarından oluşmaktadır. Bu yapıtaşlarını görebilmek için görüntüyü büyütebileceğimiz ekipmanlara ihtiyaç duyulmaktadır. İlk defa 1600'lü yıllarda Leeuwenhoek tarafından geliştirilen optik mikroskop yalnızca 270 büyütme yapabilirken teknolojinin gelişmesiyle birlikte 1900'lü yılların başlarında daha yüksek büyütme oranına sahip 365 nm dalga boyundaki UV radyasyonu ve çözünürlük  $\propto \lambda$  (dalga boyu) ilişkisiyle maksimum ulaşılabilecek 2000 büyütme oranına çıkabilen optik mikroskoplar geliştirildi. Optik mikroskoplar, ışığın hem dalga hem parçacık özelliğini kullanarak **Şekil 7**'de gösterildiği gibi ancak bakteri boyutuna (1  $\mu\text{m}$ ) kadar görüntülemeye yardımcı olmaktadır ve mutlak odaklama yapamamaktadır. Çözünürlük (görülebilecek en küçük mesafe) kullanılan ışığın dalga boyuyla ilişkilidir ve dalga boyu küçüldüğünde daha küçük nesnelere görüntülenebilir. Elektromanyetik spektrumda bulunan X-ışınları ve gama ışınları dalga boyları küçük olmalarına rağmen yine de büyütme oranını belli bir noktaya kadar yükseltebilmekte ve odaklama yapamayıp yönlendirilememektedir [8].



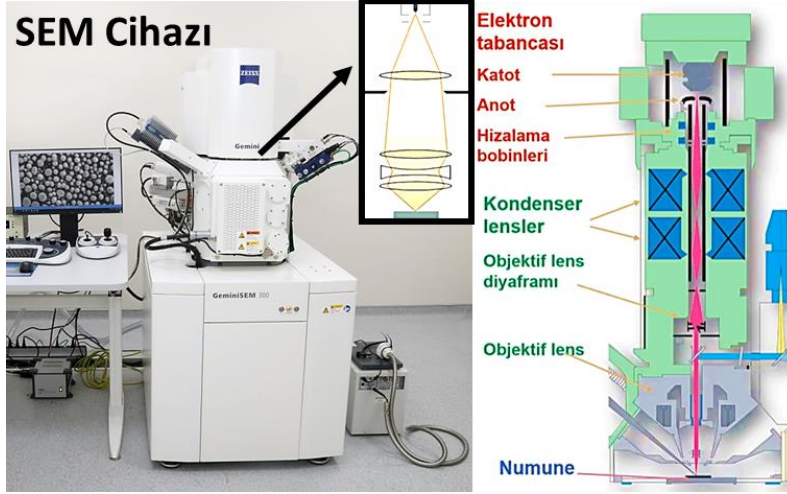
**Şekil 7.** Çıplak gözle, ışık mikroskopu ve elektron mikroskopu ile incelenebilecek nesnelere boyut spektrumu.

Bu sebeple elektron mikroskopları ortaya çıkmıştır. Duran haldeki bir elektronu 1 voltluk potansiyel fark içine konduğunda enerji değeri 1 elektron volt (eV) olmaktadır ve bu enerji birimi birçok unsuru tanımlamak için kullanılır. Dalga boyu ile elektron volt ilişkilidir. Örneğin mavi ışığın enerjisi yaklaşık 2.75 eV ve 450 nm dalga boyuna sahipken şebeke elektriğindeki elektronun enerjisi 220 eV ve 0.0825 nm dalga boyuna sahiptir. Çözünürlük ve dalga boyu ilişkisine göre elektron mikroskoplarında daha yüksek büyütme oranlarında malzemedeki atomlar ve elementler incelenebilmektedir. Ayrıca elektrondan manyetik ve elektrik alanları etkilenmesi için odaklama yapmak da mümkündür [8].

İki çeşit elektron mikroskopu bulunmaktadır: **Transmisyon (Geçirimli) Elektron Mikroskopu (TEM)** ve **Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)**. TEM ile SEM birbirleri yerine geçebilen mikroskoplar değil tamamlayıcılarıdır. TEM'de elektron tabancası ile oluşturulan elektronlar 100 nm'den daha az kalınlıktaki

numunenin üzerine odaklanır ve elektronlar numunenin içinden geçerek numunenin iz düşümü ekrana ya da kameraya yansıtılır. 2D boyutlu görüntüler elde edilir ve elektromanyetik bobinlerle yüksek voltaja ihtiyaç duyar. Tek tek atomları görüntülemek, atomik kusurları incelemek ve atomların dizilimlerini incelemek amacıyla kullanılan TEM, çok yüksek büyütmeleme çıkabilse de (50 pm'den daha küçük çözünürlükler) numunenin çok ince olması gerektiğinden sınırlanmıştır. SEM ise pürüzlülük, kirlenme tespiti, topografik görüntü elde edebilme ve kolay numune hazırlayabilme avantajlarına sahiptir. 3D görüntüler elde edilebilir ve TEM'e kıyasla düşük voltajlar kullanılır. Dezavantajı ise çözünürlüğü 0.5 nm ile sınırlanmıştır [8].

### **SEM Cihazı Nasıl Çalışır?**



Şekil 8. SEM cihazı ve cihazın çalışma mekanizması.

Taramalı Elektron Mikroskobu “Optik Kolon”, “Numune Hücresi” ve “Görüntüleme Sistemi” olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır [9].

#### **Optik kolon kısmında:**

- ❖ Elektron Tabancası (Katot Plaka): Elektron demetinin kaynağıdır.
- ❖ Anot Plaka: Elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı plakadır.
- ❖ Yoğunlaştırıcı Mercekler: Numune yüzeyine düşürülmek üzere ince elektron demeti elde etmek için kullanılır.
- ❖ Objektif Merceği: Işın demetini numune üzerinde odaklamak için kullanılır.
- ❖ Apartürler ve Bobinler: Merceğe bağlı çeşitli çapta apartürler elektron demetinin numune yüzeyine düşürülmesini sağlar. Yüzeyin taraması için kullanılan tarama bobinleri bu bölümde yer almaktadır.

Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune  $10^{-4}$  Pa gibi bir vakumda tutulmaktadır [9].

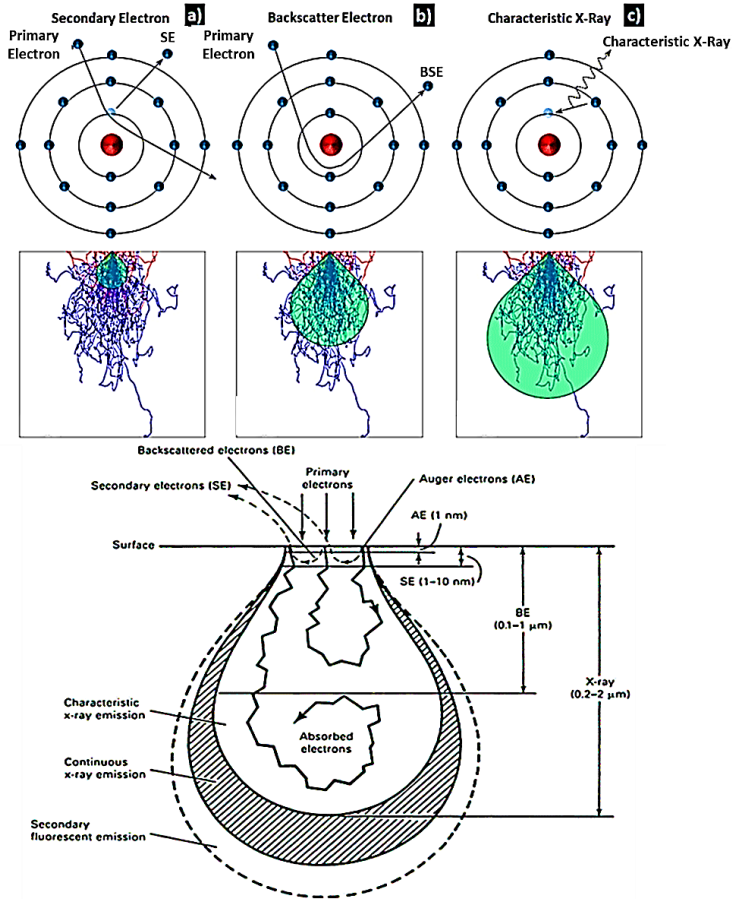
#### **Numune Hücresi kısmında:**

Görüntülenmek istenen numunelerin konulacağı numune tablası yer alır. Numuneler bu tablaya yerleştirilip sabitlendikten sonra görüntüleme işlemi yapabilmek adına numune hücresindeki hava vakumlanır. Böylece vakum ortamında elektronların doğrudan hiçbir başka saptırıcı ya da yöne yönelmeden numune üzerine düşürme durumu sağlanmış olur [9].

#### **Görüntüleme sisteminde:**

Elektron demeti ile numune girişimi sonucunda oluşan çeşitli elektron ve ışınları toplayan detektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla senkronize tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır [9].

Kısaca elektron tabancasından üretilen elektronlar, mercekler yardımıyla numunenin üzerine gelinceye kadar numune üzerinde gelebilecek en küçük birime kadar odaklanır (**Şekil 8**). Numunenin üzerine odaklanan elektronları gezdirerek pixel pixel taranır. Elektronlar saçılırken dedektörler yalnızca şiddet bilgisi algılar ve belirli pixel için aydınlık, karanlık veya gri renkleri oluşturarak malzemeyi sıra sıra tararlar bu sebeple elektron mikroskobu görüntüleri siyah beyazdır. Elektron-madde arasındaki etkileşimde elektron maddeye çarptığında farklı elektronlar açığa çıkarır [8]. SEM, yüksek enerjili birincil elektronlar üretir ve bunları sıkı bir ışına odaklar, ardından bu ışın bir malzeme yüzeyine taranır. Elektronlar, hem elastik hem de elastik olmayan rastgele çarpışmaların elektronları etkileşim hacmi olarak bilinen bir gözyaşı damlası şekline dağıttığı numune yüzeyine nüfuz eder. Bu etkileşimler, birincil elektron enerjisini kaybedene veya malzemeden dışarı atılana kadar devam eder; sapıtılan elektron yolu rastgeledir ve **Şekil 9**'de gösterildiği gibi modellenebilir. Bu çarpışmalar, ikincil elektronlar, geri saçılmış elektronlar ve karakteristik X ışınları olarak adlandırılan belirli sinyaller üretir [9].

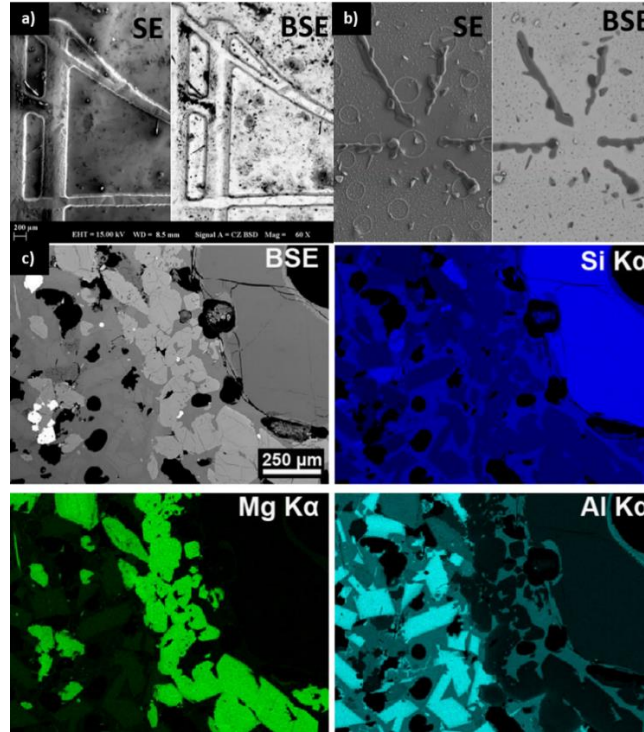


**Şekil 9.** SEM'den üretilen sinyallerin şemaları: **a)** ikincil elektronlar (SE), **b)** geri saçılmış elektronlar (BSE) ve **c)** karakteristik X-ışınları. Mavi yollar malzemede son bulur ve kırmızı yollar BSE olarak dışarı atılır [9].

- **İkincil elektronlar (SE)**, birincil elektronlardan gelen enerjinin malzemede bağlı bir elektronu dışarı atması nedeniyle birincil elektronlar ve malzemede atomlar arasındaki elastik olmayan çarpışmalardan kaynaklanır (**Şekil 9.a**). SE'ler en küçük etkileşim hacmine sahiptir, çünkü düşük enerjileri uzun mesafeli seyahatlere izin vermez ve yalnızca yüzeye yakın üretilen SE'ler SEM

tarafından tespit edilebilir. SE mikrografları yüzey topografisini ortaya çıkarmada mükemmeldir ve en yüksek çözünürlüğe sahiptir [9]. (Yüksek çözünürlük-topografik görüntü)

- **Geri Saçılan Elektronlar (BSE)**, atomlarla elastik çarpışmalardan kaynaklanır; birincil elektron yolundan saptırılır ancak enerji korunur (**Şekil 9.b**). Yeterli çarpışmayla, elektron malzemeden saçılır ve asıl yolu boyunca geri döner. BSE'ler daha derin bir etkileşim hacminden kaynaklanır, çünkü yönü tersine çevirmek için daha fazla çarpışma gerekir ve daha yüksek enerjileri daha uzun seyahate izin verir. Bu nedenle, BSE'ler daha düşük çözünürlüğe sahiptir ve yüzey özellikleri göstermez. Ancak, daha yüksek atom numarasına ( $Z$ ) ve yoğunluğa sahip atomlar, daha hafif elementlere göre BSE üretiminde daha verimlidir ve bu, bileşime bağlı keskin bir kontrast yaratır. BSE mikrografları, faz özelliklerini ortaya çıkarmak için yararlıdır [9]. (Atomik-elementer kontrast)
- **Karakteristik X ışınları**, düşük yörüngeli bir elektron dışarı atıldığında ve daha sonra yüksek yörüngeli bir elektron tarafından doldurulan bir boşluk bırakıldığında üretilir. Bu gerçekleştiğinde, elektron düşük ve yüksek yörüngeler arasındaki enerji farkına eşit enerjiye sahip tek bir foton, bir X ışını yayar (**Şekil 9.c**). X ışını enerjileri, onları dışarı atan atomun karakteristiğidir. Enerji dağılımlı X ışını spektroskopisi (EDS), bir numuneden üretilen X ışınlarını toplamak ve analiz etmek için kullanılan bir tekniktir; tek bir nokta veya alanda kimyasal analiz yapılmasına olanak tanır. X ışını etkileşim hacmi, malzemede daha derin ve daha geniş bir alana yayılır. Bu nedenle, birincil elektronlar etkileşim olmadan nüfuz ettiğinden, ince sürüklenen parçacıklar, yüzey filmleri veya düşük konsantrasyonlu kirleticilerin EDS ile analiz edilmesi zordur [9]. (Elementel analiz)

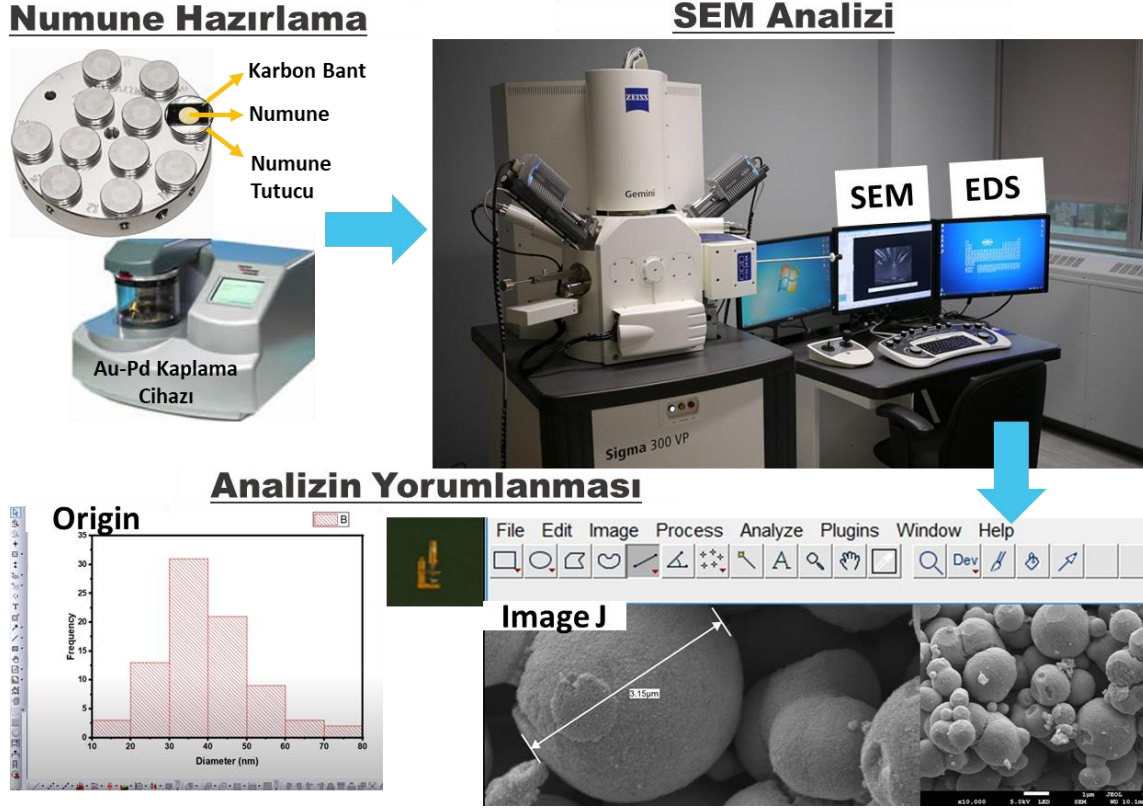


**Şekil 10. a)** bozuk para ve **b)** çubuksu nesnenin SE ve BSE ile çekilmiş SEM görüntülerine örnek iken **c)** BSE görüntüsündeki her bir elemente ait karakteristik X-ışını spektrumuyla Silisyum, Magnezyum ve Alüminyum elementlerinin EDS analizi görselleri [8].

**Şekil 10.a'**'de gösterilen yaklaşık 60 büyütmedeki bozuk para numunesinin BSE görüntüsünde karanlık olan yerler oksijen veya karbon gibi düşük atom numaralı elementleri gösterirken parlak yerler nikel, bakır ya da çinko gibi büyük atom numaralı elementleri göstermektedir. **Şekil 10.b'**'de ise çubuksu numunenin SE ve aynı bölgenin BSE görüntüsü gösterilmiştir. SE'de topografik görüntüde girintili çıkıntılı bir görüntü

gösterilmiştir. BSE’de ise atom numarası farklılığına göre parlaklık ve koyuluk mevcuttur. **Şekil 10.c’**de ise BSE görüntüsündeki EDS analizi gösterilmiştir.

### 2.3. Numune Hazırlama ve SEM Analizi Yorumlanması



**Şekil 11.** Yalıtkan malzemeler Au-Pd/C kaplama yapıldıktan sonra iletken malzemeler ise direk numune tutuculara karbon bantlar üzerine yapıştırıldıktan sonra SEM analiz cihazına konular ve elde edilen SEM görselleri Image J programıyla partikül boyutu dağılımı hesaplanır.

- ✓ SEM ile sıvı olmayan ve sıvı özellik taşımayan her türlü iletken numune doğrudan incelenebilir [9]. Çapları 9-15 mm arasında, kalınlıkları 0.1-30 mm arasında olan katı veya toz numuneler incelenebilir.
- ✓ İletken olmayan ya da yarı iletken numuneler için Au – Pd Kaplama ya da C kaplama metotlarından biri kullanılarak numune çok ince (~ 3A/sn) iletken malzeme ile kaplanır ve görüntüleme işlemine hazır hale getirilir [9].
- ✓ Sert biyolojik numuneler (kemik, diş, ağaç vs.) yukarıda bahsi geçen metotlarla kaplanarak görüntülemeye hazır hale getirilebilir [9].
- ✓ Yumuşak biyolojik numuneler (bitki ya da hayvan parçaları, dokuları) sıvı içerdiğinden bu numunelerin hazırlığında “Kritik Nokta Kurutucu” metodu kullanılır. Böylece numune, yapısı ve şekli bozulmadan kurutularak görüntüleme işlemine hazır hale getirilir [9].

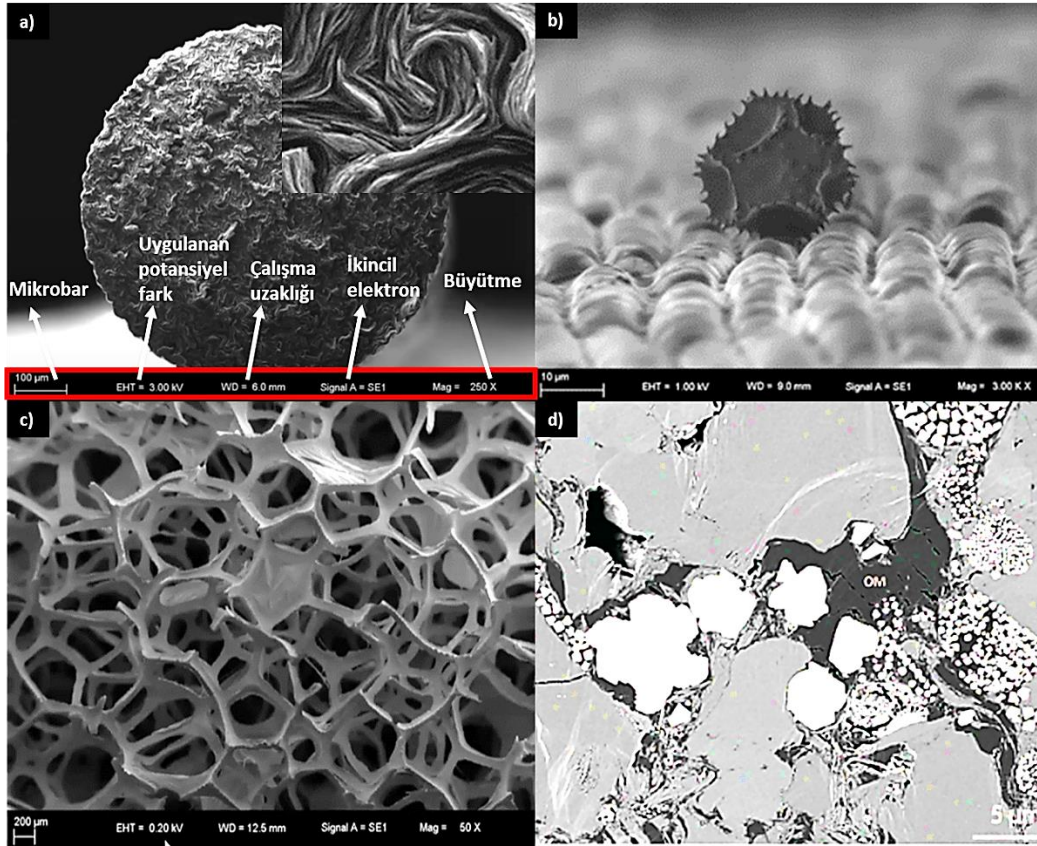
#### **Au-Pd/ C Kaplama**

Yarı iletken ya da iletken olmayan numunelerin görüntüleme çalışmasının daha sağlıklı yürütülebilmesi amacıyla yüzeylerinin ince bir katman halinde Au & Pd/C ile kaplanmasını sağlar. Tipik kaplama kalınlığı 20 – 30 nm ’dir. Kaplama işlemi numunenin iletkenliğini arttırarak numune üzerine düşürülen ışın demetinin sapmasına ya da görüntünün bozulmasına sebep olan numune şarjını minimum hale getirir ve sıcaklık iletimi

ile numunenin mekaniksel stabilitesini artırır. Ayrıca birincil ve ikincil elektronların yayılımını da artırarak detektörlerin daha fazla görüntüleme verisi toplamasına yardımcı olur [9].

### **Numune Hazırlama:**

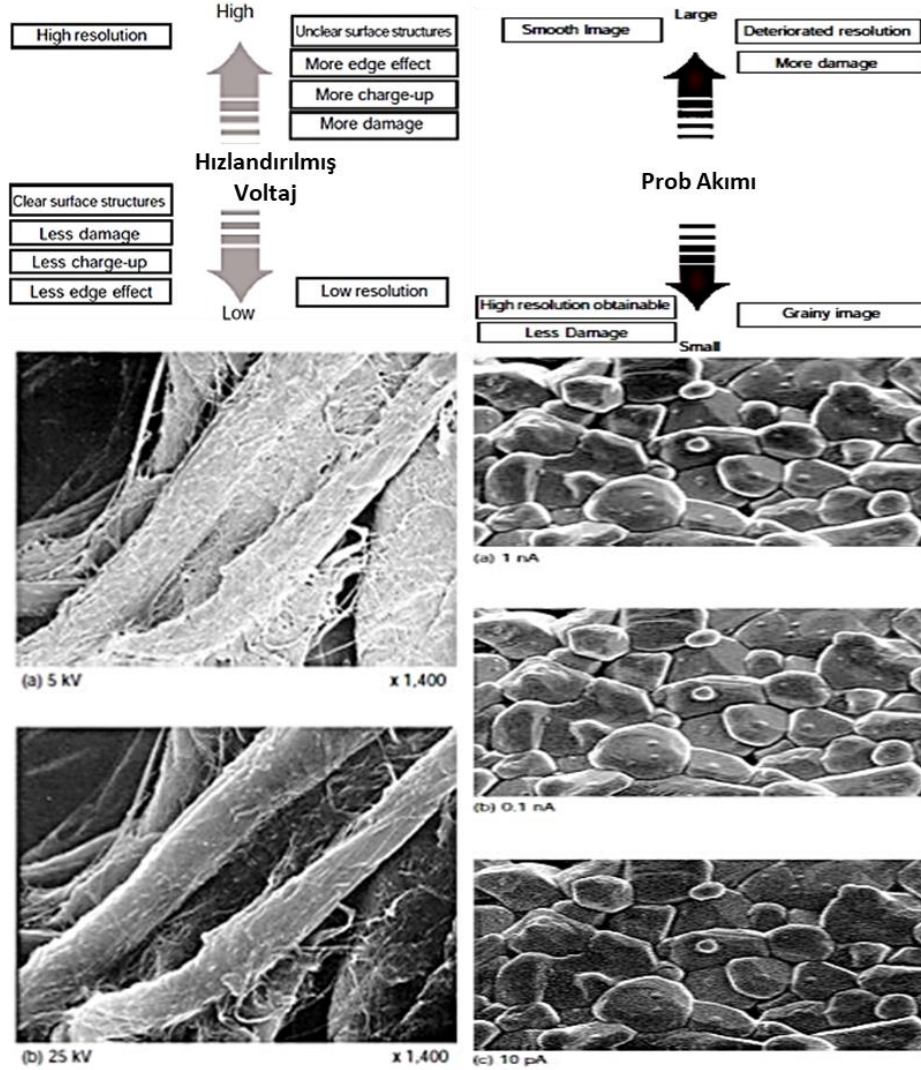
- İncelenecek olan toz numunenin tanelerine ayrıştırılması amacıyla etanol bulunan bir beher içinde ultrasonik sonikatörde karıştırılır ve etanol uçurulur.
- Çift taraflı karbon iletken bant (12 mm) kullanarak standart alüminyum pim saplama (12,7 mm x 8 mm) üzerine dikkatlice yapıştırılır ve bantın ön yüzeyi kaldırılır.
- Ardından kuru toz numuneler karbon bant üzerine dökülür ve yapışmayan fazla tozlar pimden temizlenir.
- Numune tutucu SEM cihazındaki numune tablasına yerleştirilir.
- Şekil 11**'de gösterilen SEM cihazından alınan görüntüler Image J programı yardımıyla partikül boyutları mikronbar referans alınarak ölçülür ve Origin programı yardımıyla partikül boyut dağılım grafiği çizilir.



**Şekil 12.** Örnek SEM görüntüleri **a)** Kalem ucunun uzaktan ve yakından görüntüsü, **b)** polenin SEM görüntüsü, **c)** mutfak süngerinin SEM görüntüsü ve **d)** pirit framboitleri ve farklı boyutlarda kristaller (beyaz), gözeneklilik (siyah) ve fazları (grilikler) gösteren frezelenmiş yüzeyin BSE-SEM görüntüsü [8].

**Şekil 12.a'**da kalem ucunun SE ile çekilmiş SEM görüntüsü farklı büyütmelerde gösterilmiştir. Görüntüde en altta bulunan bilgiler yorumlamada oldukça önemlidir. Her SEM görüntüsünde bir adet mikronbar, uygulanan potansiyel fark, çalışma uzaklığı, hangi elektron türü ile çekildiği ve büyütme miktarı bilgileri bulunmalıdır. SEM'de uygulanan voltaj malzemenin türüne göre değişebilmektedir. Örneğin **Şekil 12.b'**de biyolojik bir numune gösterildiği için voltaj düşük tutulmuştur. Elektronun enerjisi düşürüldüğünde çözünürlükleri de düşer ve dalga boyları büyür. Büyütme oranı cihazın markasına göre değişebildiğinden

en güvenilir yorumlama mikronbara göre yapılabilmektedir. Voltaj ve uygulanan akıma göre de aynı numuneden alınan SEM görüntüleri farklılık göstermektedir (Şekil 13). Yine çalışma uzaklığı ve objektif açıklığının da SEM görsellerinde etkisi bulunmaktadır [10].



Şekil 13. Hızlandırılmış voltaj ve prob akımının aynı malzemeden çekilen SEM görüntülerine etkisi [10].

### 3. Sonuçlar ve Tartışma

Bu deney ile öncelikle XRD analizi ve SEM analizi hakkında teorik bilgilere sahip olunduktan sonra numune hazırlama çalışmaları gerçekleştirilecektir. Numune hazırlamanın önemini ve karşılaşılabilecek problemlerin öğrenilmesinin ardından toz numunelerin XRD grafiği çizimi, toz ve fiber numunelerin SEM analizi yorumlanacaktır.

- LiF bileşiğinin txt formatındaki verilerinden Origin programıyla grafik çizimi ve HighScore Plus uygulamasından alınan JCPDS kartındaki düzlemlerin incelenmesi,
- ZnO nanopartikülün farklı morfolojilerdeki SEM görüntüleri ve PVA fiberlerinin SEM görüntüsünden Image J ve Origin programlarına partikül boyutu dağılımı grafiği çizimi yapılacaktır.



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

- ✓ Origin, Image J ve HighScore Plus programları hakkında bilgiler
- ✓ Txt. Formatındaki dosyadan XRD grafiği çizimi
- ✓ Çizilen XRD grafiğindeki fazlar, kristallilik ve düzlemler hakkında yorum yapabilme
- ✓ SEM görüntülerinin türlerini ayırt edebilme
- ✓ SEM görüntüleri hakkında morfolojik ve partikül boyutu hakkında yorum yapabilme

#### 4. Referanslar

1. İnternet kaynağı URL: <https://merkezlab.yildiz.edu.tr/x-isinin-laboratuvari> 29.01.2025
2. İnternet kaynağı URL: <https://slideplayer.biz.tr/slide/15305813/>
3. Trakya Üniversitesi, X-Işınları Kristalografisi, Cemil Uyanık, 2011
4. Scott A Speakman, Introduction to X-Ray Powder Diffraction Data Analysis, Center for Materials Science and Engineering at MIT, <http://prism.mit.edu/xray>
5. İnternet Kaynağı URL: <https://merlab.metu.edu.tr/tr/x-isini-difraktometresi>
6. İnternet Kaynağı: Taramalı Elektron Mikroskopları (SEM), ATOMİKA TEKNİK
7. Alexander Pak, Vadim Sotskov, Arina A. Gumovskaya, Machine-learning Driven Synthesis of TiZrNbHfTaC5 High-Entropy Carbide, December 2022, DOI: [10.48550/arXiv.2212.04811](https://doi.org/10.48550/arXiv.2212.04811)
8. İnternet kaynağı URL: <https://www.youtube.com/watch?v=LVgSPrgQ0IE&t=3815s> YTÜ Merkez LAB Fotonlardan Elektronlara Mikroskopi "Taramalı Elektron Mikroskobu"
9. İnternet Kaynağı URL: <https://deringerney.com/interpreting-images-from-scanning-electron-microscopy/>
10. İnternet kaynağı URL: <https://merlab.adiyaman.edu.tr/tr/laboratuvarlar/sem-laboratuvari>

## Deney 2: Malzemelerin Mikroyapı İncelemesi

Arş.Gör. Jülide Hazal ÖZDEMİR

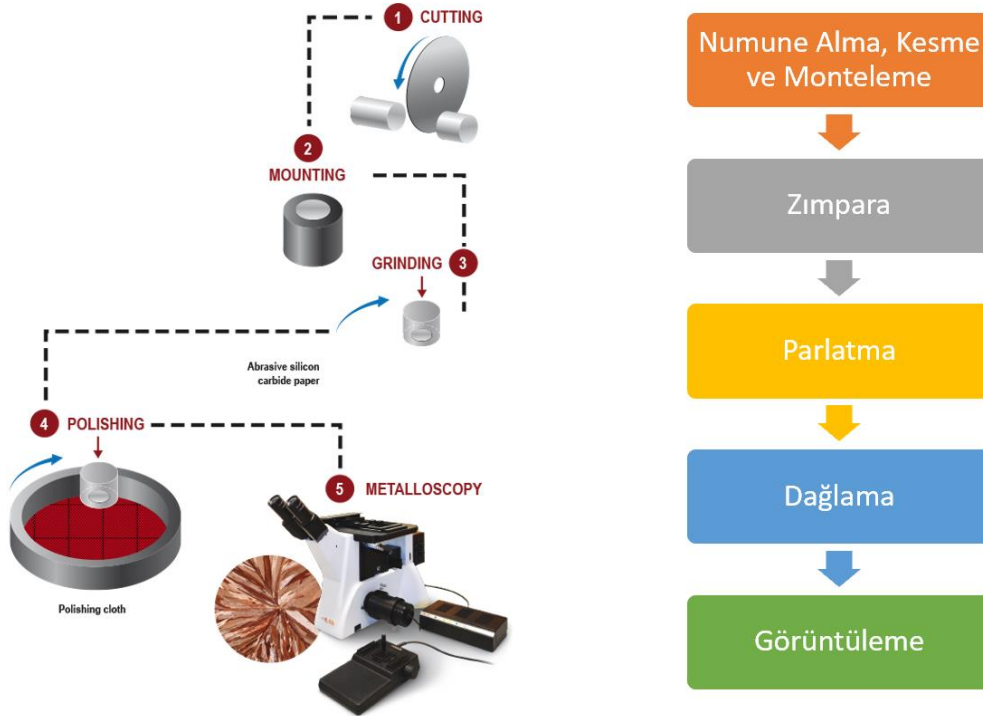
### 1. Deneyin Amacı ve Kullanım Alanı

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. Teorik Bilgi

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 Montaj

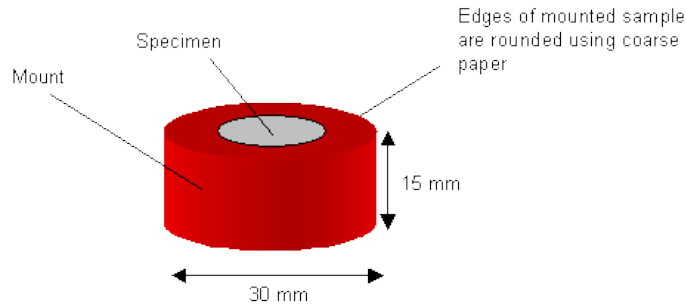
Metalografide numune alma, bir malzemenin iç yapısını incelemek amacıyla kullanılacak olan numunenin seçilmesi ve örnek alınması sürecidir. İncelenecek numune, hakkında bilgi edinilmek istenen bir bütünü

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 kullanımındır. 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. Zımpara**

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 esnasında su kullanılır. Yaş zımparalama uygulanarak numune yüzeyinden aşınıp kopan parçacıklar ortamdan 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)

## **2. Deney Malzemeleri ve Ekipmanlar**

- 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

## **3. Deneyin Yapılışı**

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.

#### 4. Deney Raporunda Bulunması Gereken Bilgiler

- **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
- **DeneySEL 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

#### 5. Referanslar

[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 3: Döküm Seramik Çamurunun Reolojik ve Fiziksel Özelliklerinin Analizi

Arş. Gör. Mustafa Borucu

## 1. Deneyin Amacı

Bu deneyin amacı, seramik çamurunun reolojik ve fiziksel özelliklerini belirlemek ve alçı kalıp içerisinde belirli süreler boyunca bekletilen numunelerin fiziksel değişimlerini incelemektir. Deney kapsamında, çamurun piknometre ve sıvı ağırlık yöntemi ile yoğunluğu hesaplanacak ve deflokülant miktarındaki değişimlere bağlı olarak viskozite değişimleri karşılaştırılacaktır. Ayrıca, alçı kalıp içerisinde 3, 6 ve 9 dakika bekletilen numunelerin yaş ağırlık, kuru ağırlık yüzdesi, et kalınlığı ve çap parametreleri hesaplanarak analiz edilecektir. Bu sayede seramik çamurunun döküm uygunluğu, reolojik stabilitesi ve kuruma davranışı detaylı bir şekilde değerlendirilecektir.

### 1.1. Seramik Çamurunun Hazırlanması ve Reolojisi

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

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

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

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

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

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

### 1.2. Flokülasyon, Deflokülasyon, Deflokülant

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

Deflokülasyon durumunda, partiküllerin yüzey yükleri nötralize edilmiştir, bu partiküllerin süspansiyon halinde tekli ayrı birimler olarak kalmasına yol açar. Yükler olmadan ve çekim olmadan, parçacıkları bir arada tutan kuvvet yoktur. Bu yüzden, deflokülasyon durumunda viskozitede bir azalmaya olur. Flokülasyon

durumundaysa, partiküllerin aralarındaki elektrostatik çekimin neden olduğu üç boyutlu yapılar oluşmaktadır. Bundan dolayı viskozitede bir artışa yol açar.

### ***Deflokülanlar***

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

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

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

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

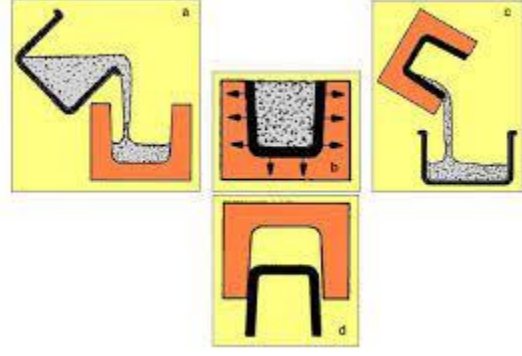
### ***İyi bir döküm çamuru şu özelliklere sahip olmalıdır:***

- Alçı kalıp içerisinde kolaylıkla yayılabilmesi için düşük viskoziteli olmalı
- Katı maddeler çökmemeli
- Dökümden sonra kalıptan kolayca çıkarılabilmeli

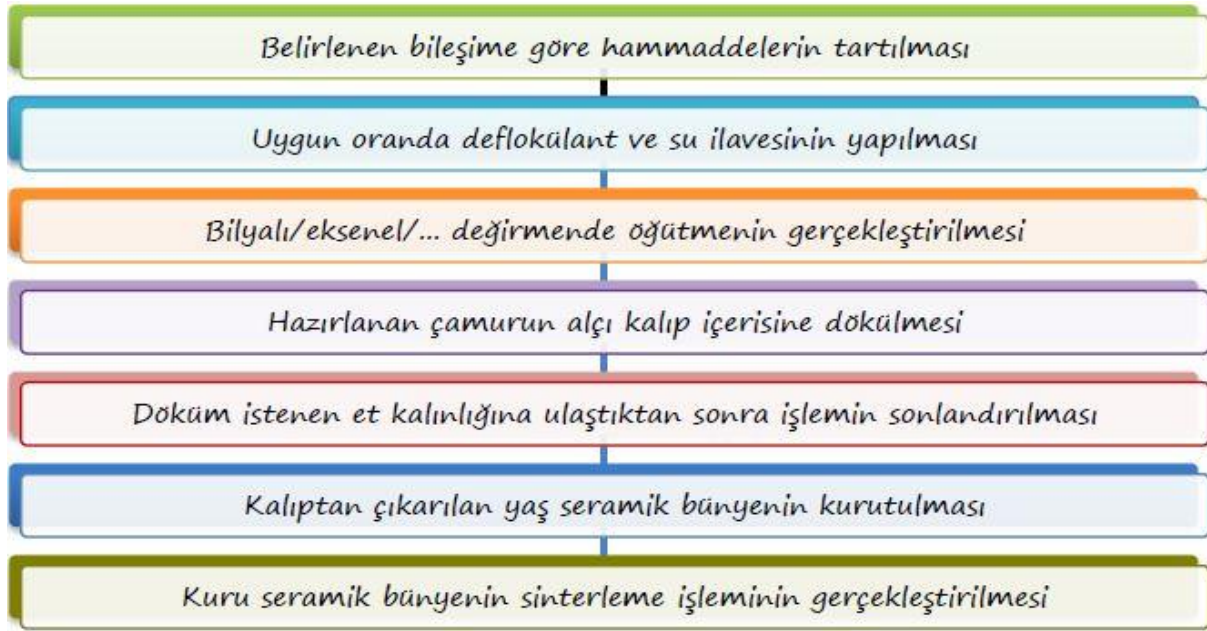
Alçı kalıba döküm yöntemi genellikle büyük hacimli ve karmaşık şekilli ürünlerin üretiminde tercih edilen bir şekillendirme yöntemidir. Bu yöntem, simetrik olmayan ürünler, bazı özel ateş tuğlaları, sofa takımları ve lavabo, klozet, küvet gibi sağlık gereçlerinin şekillendirilmesinde ve ileri teknoloji seramiklerinin üretiminde kullanılmaktadır. Sağlık gereçlerinin üretiminde ürünlerin sahip olduğu büyük hacim ve şekillerinin karmaşık olması nedenleriyle alçı kalıba döküm tercih edilmektedir.

Dökümden 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

## 2. Deneysel Bölüm

### 2.1. Gerekli Aletler

Viskozimetre, Karıştırıcı, Piknometre, Tartı Aleti, Alçı Kalıp, Kumpas.

### 2.2. Deneyin Uygulanması

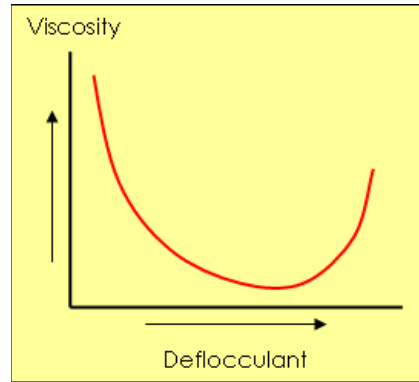
- Seramik Çamurunun Yoğunluk Ölçümü:
  - Hazır seramik çamurunun yoğunluk ölçümü piknometre ve sıvı ağırlık yöntemi ile belirlenir.
  - Piknometreye belirli bir hacim seramik çamuru alınarak tartım yapılır ve yoğunluk formülü ile hesaplanır.



- Seramik Çamurunun Viskozite Ölçümü:
  - Çamurun viskozitesi analog viskozimetre ile belirlenir.
  - İlk olarak, belirlenen miktarda seramik çamuru 700 rpm hızda karıştırılır ve viskozite değeri kaydedilir.
  - Sonra, belirlenen deflokülan oranlarında eklemeler yapılarak viskozite ölçümleri tekrar edilir ve viskozite-deflokülan ilişkisi analiz edilir.
- Seramik Çamurunun Alçı Kalıba Dökümü ve Bekleme Sürelerine Göre Fiziksel Analiz:
  - Alçı kalıp deney için hazırlanır ve temizlenir.
  - Seramik çamuru, kalıp içerisine dökülerek 3, 6 ve 9 dakika boyunca bekletilir.
  - Numuneler yaş ağırlık, et kalınlığı, çap ve kuru ağırlık açısından ölçülerek karşılaştırma yapılır.

Daha detaylı bir yapılaş anlatacak olursak, 4-6 Poise (yer karoları için gerekli değer) arasındaki viskozitenin olması gerekmektedir. Tiksotropiyi belirlemek için, her viskozite ölçümünden sonra çamur 5 dk. dinlendirilir. Daha sonra viskozite tekrar ölçülür, bu iki viskozite değeri arasındaki fark tiksotropiyi verir. Çamur nihai viskozitesine ulaştığı zaman, eklenen deflokülan, çamura daha fazla miktarda deflokülan ilave edilene kadar viskoziteyi etkilemez. Bu yüksek miktarda eklenen deflokülan, beklendiği gibi davranmaz ve çamurun viskozitesini artırır. Dolayısıyla, viskozitenin ulaşılan değerinin kanıtı stabilite ve takibinde eklenen deflokülan ile viskozitedeki arttırmasıdır.

Çamurun reolojik analizleri sonrasında alçı kalıba slip döküm yapılacaktır. Daha önceden hazırlanmış olan seramik çamurunun viskozite 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 içerisinden farklı dakikalarda beklenilmesi sağlanacaktır. Farklı dakikalar ile beklenen seramiğin kalıptan ayrıldığı anda farklı et kalınlığına sahip olması beklenmektedir. Bu nedenle her bir grup sırası ile 3dk-6dk-9dk kendi seramik kalıbını bekleterek kalıp içerisinden 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.



Şekil 1. Viskozite-İlave edilen deflokülan diyagramı

### **3. Sonular**

Sonu olarak bu deneyde dklebilir bir seramik amurunun reolojik davranıřı ve alı kalıba slip dkm yntemi ile rnn řekillendirilmesi aıklanmıř ve deneysel olarak analizleri gsterilmiřtir.

### **4. Kaynaklar**

- (1) RAHAMAN M. N., Ceramic Processing, 2006
- (2) BARNES H. A., Handbook of Elementary Rheology, 2000
- (3) WORRAL W. E., Ceramic Raw Materials, 1982
- (4) CICEK B., Ceramic Processing Methods Lecture Notes, 2015
- (5) ‘‘Seramik’’, TMMOB Kimya Mhendisleri Odası, 1980, Ankara
- (6) Ates Arcasoy, Seramik Teknolojisi, M.. Gzel Sanatlar Fakltesi, Seramik Blm Yay.1983

### **Rapor iin istenenler :**

1. Deneyin amacı
2. Deney hakkında kısa teorik bilgi
3. Deneyin uygulanıřı deneydeki sıra ile zgn bir dille anlatılacak.
4. Deneyde elde edilen sonular zerinde yorum yapılarak, grafik izilmesi. (EXCEL)

# Deney 4: Aşınma Testi

Arş. Gör. Caner KORKMAZ

## 1. Deneyin Amacı

Metalik malzemelerin aşınma davranışlarının ve dirençlerinin belirlenmesi

## 2. Teorik Bilgi

Birbirine temas eden mühendislik malzemelerinin, birbirlerine sürtünmesi neticesinde meydana gelen aşınma, çeşitli makine ve teçhizatın kullanımı sırasında çok büyük ekonomik kayıplara sebep olmaktadır. Aşınma, bir yüzeyden diğer bir yüzeye malzeme transferi veya aşınma parçalarının oluşumu neticesinde ortaya çıkan malzeme kaybıdır. DIN 50320’de aşınma; “kullanılan malzeme yüzeylerinden mekanik sebeplerle ufak parçaların ayrılması suretiyle meydana gelen değişiklik” olarak tanımlanmaktadır.

Temas halinde bulunan katı yüzeylerde, malzeme kaybı üç şekilde gerçekleşebilir. Bunlar bölgesel erimeler, kimyasal çözünme ve yüzeyden fiziksel anlamda oluşan ayrılmalıdır. Uygulamada aşınma kapsamında, daha çok yüzeyden fiziksel anlamda ayrılan malzemenin sebep olduğu hasarlar dahil edilmektedir.

Bir aşınma sisteminde; ana malzeme (aşınan), karşı malzeme (aşındıran), ara malzeme, yük ve hareket aşınmanın temel unsurunu oluşturur. Bütün bu unsurların oluşturduğu sistem teknikte “Tribolojik Sistem” olarak isimlendirilir.

Bir aşınma sistemindeki önemli etkenlerden biri de çevre şartlarıdır. Sistem elemanlarının nem ve korozif etkiler ile karşı karşıya kalması aşınmayı hızlandırır.

Aşınma, genellikle önceden bilinen bir hasar tipidir. Birbirleri ile temasta olan malzeme yüzeyleri oksit filmleri veya yağlayıcılar ile korunsalar bile, mekanik yüklemeler altında oksit tabakasının veya yağlamanın bozulması, iki yüzeyin birbiriyle doğrudan temasına sebep olabilir. Bu temas sonucu oluşan sürtünme malzemenin çalışma koşullarındaki ömrünü ve performansını sınırlayan aşınmaya sebep olur. Bu hasar uygun yağlama, filtreleme, uygun malzeme seçimi ve uygun tasarım gibi faktörlerle en aza indirilebilir, fakat kesinlikle önlenemez.

Aşınmayı etkileyen faktörleri dört ana grup halinde toplanabilir:

### 1. *Ana malzemeye bağlı faktörler*

- a) Malzemenin kristal yapısı
- b) Malzemenin sertliği
- c) Elastisite modülü
- d) Deformasyon davranışı
- e) Yüzey pürüzlülüğü
- f) Malzemenin boyutu

### 2. *Karşı malzemeye bağlı faktörler ve aşındırıcının etkisi*

### 3. *Ortam şartları*

- a) Sıcaklık
- b) Nem
- c) Atmosfer

### 4. *Servis şartları*

- a) Basınç
- b) Hız
- c) Kayma yolu

There are many wear mechanisms. It is possible to explain them under the following main headings.

## 2.1 Mekanizma Sistemine Göre Sınıflandırma

**Adhesiv Aşınma:** Özellikle birbiriyle kayma sürtünmesi yapan, metal-metal aşınma çiftinde meydana gelen kaynaklaşma olayının bir sonucudur. Birbiri üzerinde kayan yüzeylerdeki gerilmeler küçük yüklemelerle dahi akma gerilmesi sınırına erişirler veya geçerler. Böylece temas eden metaller arasında yapışma kuvvetleri kendini gösterir. Bu nedenle bir parçadan diğerine malzeme geçişi, soğuk kaynaklaşma ve küçük parçaların kopması olayları meydana gelir.

Adhesiv aşınma, en sık rastlanan aşınma türü olmasına rağmen genellikle hasarı hızlandırıcı etkide bulunmaz. Adhesiv aşınma bir metal yüzeyinin başka bir metal yüzeyindeki bağlı hareketi sırasında birbirlerine kaynamış veya yapışmış yüzeydeki pürüzlerin kırılması sonucu ortaya çıkar. Eğer iki metal aynı sertlikte ise aşınma her iki yüzeyde de oluşur. Metaller arasındaki yağlamanın mükemmel olması, yüzeye etki eden yükün azaltılması ve malzemenin sertliğinin artırılması adhesiv aşınmayı azaltır.

Sonuç olarak adhesiv aşınma; yüzeye etkileyen normal yük, kayma yolu ile ve aşınan malzemenin yüzey sertliği ile orantılıdır.

**Abrasif Aşınma:** Yırtılma veya çizilme aşınması olarak da isimlendirilen abrasif aşınma, sistemde hızlı hasara neden olan önemli bir aşınma türüdür. Abrasif aşınma; biri diğerinden daha sert ve pürüzlü olan metal yüzeylerinin birbiriyle temas halindeyken kayma sırasında meydana gelir.

Metal olmayan malzemelerin sebep olduğu aşınma genellikle çizilme şeklindedir.

Sert parçacıkların yumuşak metale batması abrasif aşınmaya sebep olabilmektedir. Bu mekanizmaya örnek olarak, sisteme dışarıdan giren toz parçacıklarının veya bir motorda oluşan yanma ürünlerinin sebep olduğu aşınma tarzı verilebilir.

Abrasif aşınma hızı, malzeme yüzeyine etki eden yük azaltılarak düşürülebilir. Böylece parçacıkların yüzeye daha az batması ve çapak kaldırılması sırasında daha az iz bırakması sağlanır. Malzeme açısından abrasif aşınmayı azaltmak için;

- Daha sert alaşım kullanmak,
- Sertlik arttırmak amacıyla ısıl işlem uygulamak,
- Malzeme yüzeyini sert bir tabaka ile kaplamak, tavsiye edilir. Bu önlemlerle abrasif aşınma hızını azaltmak mümkündür.

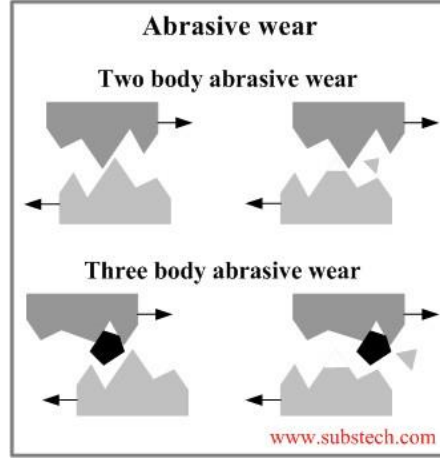
Abrasif aşınma endüstriyel cihazlarda malzeme kayıplarının başlıca sebebidir. Aşındırıcı malzeme serbest halde iki metal arasında bulunuyorsa veya yalnız bir metali aşındırıcı sabit veya serbest taneler mevcut ise bu durumda;

- İki elemanlı abrasif aşınma,
- Üç elemanlı abrasif aşınma, şeklinde gruplandırma mümkündür.

Metal-metal sürtünmelerinde aşınma iki elemanlı abrasif veya adhesiv olarak başlayıp üç elemanlı abrasif olarak devam eder. Bu durumda araya giren toz, mineral taneleri, çizilme sonucu serbest hale geçen mikro talaşlar ve parçalanmış oksit parçacıkları üçüncü elemanı (ara malzemeyi) oluşturabilir. Serbest hale geçen mikro talaş parçacıkları genellikle ana malzemedan daha sert olduklarından (üç elemanlı) abrasif aşınma, aşınmayı hızlandırmaktadır. Endüstriyel makinalardaki en önemli aşınma türü olan abrasif aşınmaya genel olarak aşağıda verilen yerlerde rastlanmaktadır;

- Traktör, greyder gibi tarım ve iş makinalarının bıçak ve tırnaklarında,
- Cevher işleme ve öğütme tesislerinde,
- Eleklerde, Değirmenlerde, Nakil makinalarında.

Bu gibi makine ve makine parçalarında yalnızca abrasif aşınmadan söz edilebileceği gibi, bunlardan başka aşınma türlerinin de birlikte görülmesi mümkündür.



Şekil 1: üst kısım İki boyutlu abrasiv aşınma, Alt kısım Üç boyutlu abrasiv aşınma

## 2.2. Hasarın Fiziksel Görünüşüne Göre Sınıflandırma

### Kayma Aşınması

**a. Taneli mineraller tarafından oluşturulanlar** Taneli minerallerin meydana getirdiği kayma aşınması, mineral sertliğine bağlı olarak belirlenir. Metal olmayan sert malzemelerde aşınma, metal malzemelerde olduğu gibi mineral tanelerinin sertliğiyle artar, fakat sert malzemenin aşınma yüzeyinde gevrek kırılmalar meydana gelir. Aşınma esnasında malzeme sertliği, aşınma direncinin büyüklüğünü etkileyen önemli bir faktördür.

**b. Metal-metal aşınması** Metal-metal sürtünme tiplerinden hidrodinamik sürtünmede genellikle hiçbir aşınma olmaz ve malzeme çiftinin önemi yoktur. Çünkü malzemeler bu anda birbirine temas etmemektedir. Fakat tam yağlama için minimum bir hız gereklidir. Karışık yağlamada kuvvet kısmen hidrolik, kısmen katı cisimlerin teması ile sağlanır. Bu temas noktalarında malzemelerin özellikleri ve kayma yapan malzeme çiftleri ile yağlayıcı maddenin etkisi vardır. Özellikle yağsız yüzeylerin sürtünmesinde aşınma durumu malzeme çiftinin yüzeyine bağlıdır. Ayrıca kayma yüzeylerin işlenişi (yüzey pürüzlülüğü, işlemi doğrultusu) de aşınmaya büyük ölçüde etki etmektedir.

### Erozyon Aşınması

Erozyon (hidro-abrasif) aşınması, akıcı maddelerin meydana getirdiği aşınmadır. Sıvılar, gazlar akış sırasında parçanın sınır yüzeylerinde patlama veya çarpma etkisi yaparak yüzeyden parçacıklar koparırlar ve girdaplar etkisiyle dalgalı yüzey meydana getirirler. Böylece aşınma daha da hızlanır.

### Korozif Aşınma

Aşınan yüzeyler, aynı zamanda korozif etkilere de uğrarsa buna korozif aşınma denir. Kimyasal korozyon kendi başına oluşabildiği gibi diğer aşınma türleriyle birlikte de meydana gelebilir. Yüzeye sıkıca yapışan filmler oluşturan kimyasal reaksiyonlar yüzey aşınmasını önler. Fakat film kırılğan ve yüzeye gevşek bağlı ise aşınma büyük miktarda hızlanır. Çünkü sürtünme hareketi sırasında filmler çatlar ve yerinden kopar.

### Yuvarlanma Aşınması

Bu tür aşınma birbiri üzerinde yuvarlanarak hareket eden malzemelerde oluşan aşınmadır. Bu aşınma da şüphesiz malzemelerin özelliklerine sıkı sıkıya bağlıdır. Yuvarlanma esnasında aşınma tek bir malzeme de oluşabileceği gibi her iki malzeme de değişen miktarlarda oluşabilir. Yuvarlanma aşınmasında yüzeylerin yağlanıp, yağlanmamasının çok büyük önemi vardır.

### 2.3. Aşınmanın Aldığı Özel Adlar Vasıtasıyla Sınıflandırma

#### **Öğütmeli Aşınma**

Öğütmeli aşınma, yüksek basınçlar altındaki partiküllerin metal yüzeyleri ile düşük hızlarda karşılaşmaları sonucunda, metal yüzeyinden parçacıkların kesilerek veya çok sayıda ufak çizikler açılarak kopartılması ile meydana gelir. Bu yüksek basınç ve düşük hız kombinasyonu, genellikle hafriyat çalışmalarında kullanılan buldozer ve kepçe gibi ağır iş makinalarının çalışma koşullarında meydana geldiği için, bu araçların kesici uç yüzeylerinde bu hasar türü meydana gelir. Kepçelerde kullanılan kesici ve batıcı uçların, öğütmeli aşınma sonucunda şekil değişimi meydana gelerek körlenme oluşur.

#### **Oymalı Aşınma**

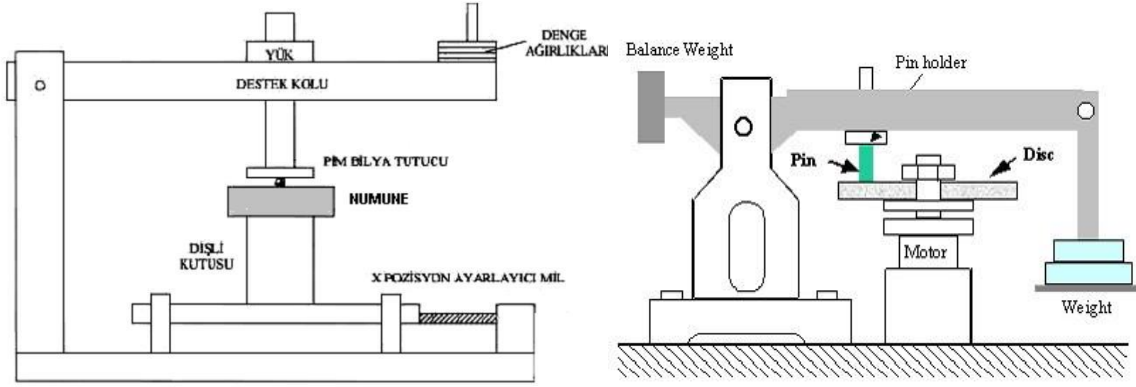
Oymalı aşınma, malzeme yüzeyinin çok yüksek gerilmelerdeki çarpma durumlarında, yüzeyden bir parçanın kesilerek veya oyularak kopmasıyla meydana gelir. Bu tip aşınmaya genellikle hafriyat, madencilik, petrol kuyularını delme işlemi ve benzeri koşullarda çalışan malzemelerin kesme ve delme görevi yapan kısımlarında görülür. Bu işlemler sırasında sert abrazif parçacıkların çok yüksek gerilmeler altında malzeme yüzeyine çarpmaları ile, yüzeylerde hızlı bir şekilde hasar oluşumu meydana gelir.

Oymalı aşınma diğer aşınma türlerine göre çok daha hızlı olarak geliştiğinden, bu aşınmaya uğrayan parçaların yenileriyle değiştirilerek kullanılması daha ekonomik olmaktadır.

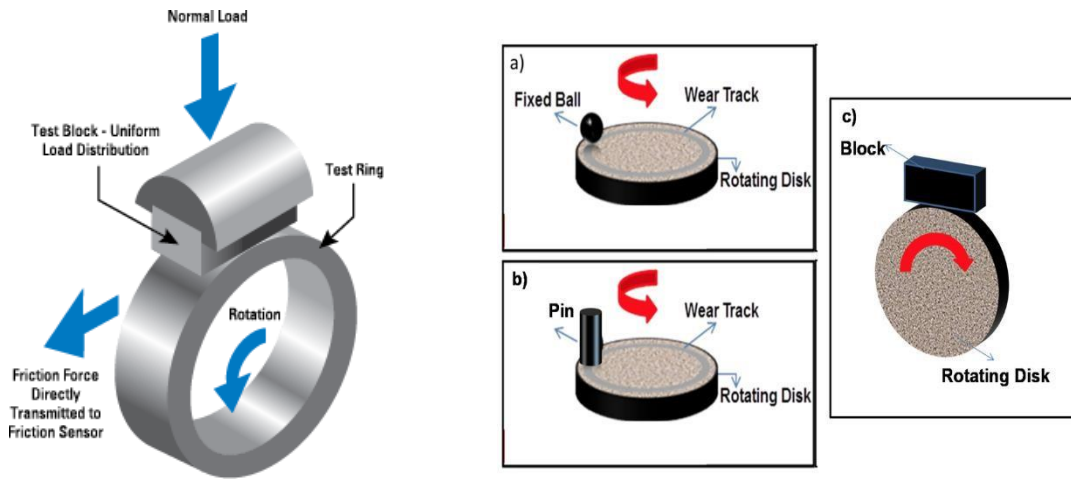
#### **Kazımalı Aşınma**

Kazımalı aşınma, karşılaşan yüzeylerde mikro kaynaşmanın meydana geldiği adeziv aşınmaya bir miktar benzemektedir. Aralarındaki fark ise; adeziv aşınma, birbirleri üzerinde kayan yüzeylerde meydana gelirken, kazımalı aşınma birbirlerine göre hareket etmeyen yüzeylerde meydana gelir. Ancak kazımalı aşınma, çok düşük genlikteki hareketlerin (vibrasyon) meydana geldiği sistemlerde, mikro kaynaşmanın oluşmasıyla meydana gelir. Kazımalı aşınma, vibrasyonlu ortamlarda çalışan somun, perçin gibi bağlantı elemanlarıyla birleştirilmiş sistemlerde otomobil şaftlarının birleşme noktalarında ve yataklarda en yaygın olarak rastlanılan hasar oluşum mekanizmasıdır.

Aşınma testleri değişik deney düzeneklerinde (Şekil 2) yapılmaktadır. Aşınma deneylerinde en yaygın deney donanımlarından birisi, bir disk (Silindir veya dikdörtgen) üzerine bastırılan pimdir. Şekil 2 den de görüldüğü gibi bu pim, disk yüzeyinin üzerine bastırılmıştır. “Disk üzerinde pim” metodunun başka şekilleri de vardır. Ancak ana fikir hep aynıdır. Bu tip asimetric düzenlemelerde, pim ya da blok çoğu zaman numunedir ve bu parçanın aşınma hızı ölçülür. Diğer parça olan disk ise, “dış yüzey” olarak isimlendirilir. Aşınma deney düzenekleri uluslararası standartlara uygun olarak standartlaştırılmıştır.



Şekil 2 : Bütün mekanik



Şekil 3: Aşınma deney düzenekleri, a) Ball on disk, b) Pin on disk, c) Pin on roller

### 3. Kullanılan Cihaz ve Malzemeler

- Deneyimizde pin on disk aşınma deneyi gerçekleştirilecektir.
- Pin on disk aşındırma cihazı
- Bilgisayar
- Aşındırma pimi numune
- Tartı
- Optik mikroskop

### 4. Deney Prosedürü

- Deney öncesi numune ağırlığı ölçülecektir.
- Numune cihaza yerleştirilecektir.
- Pim kontrol edilerek cihaza yerleştirilecektir.
- Numune üzerine pim yavaşça bırakılacaktır.
- Uygulanacak yük, dönme hızı ve alınacak yol belirlenecek ve cihaz üzerinde ayarlanacaktır.
- Teste başlanacak
- Deney sonrası numune ağırlığı ölçülecek ve ağırlık kaybı hesaplanacaktır.
- Aşınma izi optik mikroskop altında incelenecek detaylı açıklanacaktır.

## 5. Sorular ve Raporda İstenenler

- Deney prosedürünü detaylı açıklayınız.
- Aşınma katsayısı – zaman eğrisini çiziniz.
- Aşınmanın türünü açıklayınız
- Tribolojik sisteme etki eden faktörleri açıklayınız

## 6. Kaynaklar

1. KAYALI, E.S., ÇİMENÖĞLU, H., Malzemelerin Yapısı ve Mekanik Davranışları, DTÜ., Kimya-Metalurji Fakültesi, Ofset Atölyesi, İstanbul, 1991.
2. KAYALI, E.S., ÇİMENÖĞLU, H., ÜRGEN, M., TAPTIK, Y., ERUSLU, N., Hasar Analizi Seminer Notları, TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası, İstanbul, 1997.
3. RABINOWICZ, E., Friction and Wear of Materials, Second Edition, A.Wiley- Interscience Publication, printed in the U.S.A., 1995.
4. HUTCHINGS, I.,M., Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials-(Metallurgy and Materials Science Series), First Published in Great Britain, 1992.
5. GG 99-90 Standart Test Method For Wear Testing With A Pin –On-Disk Aparatus, ASTM Standart , 1991.
6. D2266-86 Standart Test Method For Wear Preventive Characteristics of Lubricating Grease (Four Ball Method), ASTM Standart , 1991.
7. [www.tribologists.com](http://www.tribologists.com).



## Deney 5: Korozyon ve Korunma

Arş. Gör. Berk ÇOBAN

### 1. BÖLÜM: DÜŞÜK ALAŞIMLI ÇELİK VE PASLANMAZ ÇELİĞİN ASİDİK ÇÖZELTİDEKİ KOROZYONU

#### 1. Deneyin Amacı

Çeliklerin asidik çözelti içindeki elektrokimyasal davranışının incelenerek korozyon hızının iki farklı yöntemle ölçülmesi.

#### 2. Teorik Bilgi

Korozyon, genel olarak malzemelerin, özel olarak metal ve alaşımların içinde buldukları ortam etkisiyle fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerinde istenmeyen değişikliklerin meydana gelmesidir. Metaller yerkabuğunda en stabil hallerinde cevher halinde bulunmaktadır. Belli prosesler ile enerji harcanarak metallerin bu cevherlerden metalik halleri elde edilir ancak metaller saf metalik hallerinde daha reaktif (stabil olmayan) haldedirler. Bunun sonucunda metaller farklı koşullardaki ortamlara sokulunca yüzeylerinden başlayarak korozyona uğramaktadırlar. Korozyona uğrayan metal termodinamik olarak daha stabildir, ama bunun sonucunda şekillendirilebilme, süneklik, sertlik, iletkenlik vb. özellikleri kötüleşmektedir.

Elektrokimyasal korozyon ise, bir korozyon çeşidi olup, metallerin sulu ortamlarda bozunmaya uğramasıdır. Metal-ortam sisteminde elektrokimyasal hücre oluşumu ile kendiliğinden meydana gelen elektrokimyasal korozyonda dışarıdan enerjiye gereksinim yoktur. Bir metalin iyon haline geçme isteği onun aktifliğini belirlemekte ve metalin korozyona uğrama eğilimini göstermektedir. Metallerin standart elektrot potansiyellerini gösteren EMK (Elektromotor kuvvet) serileri, hesap yoluyla elde edilen termodinamik seriler olup, metallerin aktiflik durumları ile ilgili fikir vermektedir. Ayrıca, deniz suyunda yapılan deneylerle oluşturulan galvanik seriler de farklı metal ve alaşımların aktifliklerini kıyaslamada daha faydalı olabilmektedir.

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

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

Anodik reaksiyon:



Katodik reaksiyonlar:





Korozyon hızı, pratik olarak, birim yüzey alanından birim zamanda uzaklaşan metal kütlesi olarak tanımlanmaktadır. Korozyon hızının ölçümü için çeşitli yöntemler mevcuttur. Bunlardan, ağırlık kaybı yöntemi ve polarizasyon eğrilerinin çizilmesiyle gerçekleştirilen Tafel ekstrapolasyon ve lineer polarizasyon yöntemleri en sık tercih edilen yöntemlerdir. Ayrıca, elektrokimyasal korozyon olaylarındaki katodik reaksiyonların hidrojen veya oksijen redüksiyonu olması, bazı durumlarda, deney sırasında açığa çıkan gaz miktarının belirlenerek korozyon hızının saptanmasına olanak verir. Korozyon hızının belirlenmesinde en doğru sonucu verecek yöntem seçilmelidir.

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

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

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

**H:** korozyon hızı                      **K:** istenen korozyon hız birimi için sabit bir sayı ('mpy' için  $3.45 \times 10^6$ )  
 **$\Delta G$ :** ağırlık kaybı (g)              **A:** çözültüye maruz kalan yüzey alanı ( $\text{cm}^2$ )                      **d:**  
metalin yoğunluğu ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )      **t:** deney süresi (s)

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

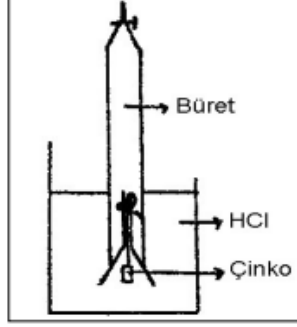
### 3. Deney Prosedürü

#### 3.1. Kullanılan Alet, Cihaz ve Malzemeler

Çelik numuneler, 2 M  $\text{HNO}_3$  ve 2 M  $\text{HCl}$  çözültisi, beher, cam huni, büret, puar, etüv, hassas terazi, zımpara kâğıdı.

#### 3.2. Deneyin Yapılışı

Çelik levhalardan belirli boyutlarda kesilen ve bir tarafından delinen numunenin yüzeyi zımparalandıktan sonra yıkanır ve kurutulur. Boyutları ve ağırlığı ölçülen numune, ip yardımı ile huniye sabitlenir. Huni ise bürete geçirilerek, numuneyle birlikte  $\text{pH}=1$  olan 2 M  $\text{HNO}_3$  ve  $\text{HCl}$  çözültisine daldırılır (Şekil 1). Daha sonra bürete belirli bir miktar çözülti çekilir. Büretteki çözülti seviyesindeki alçalma, her 3 dakikada bir kaydedilir. Büretteki çözülti seviyesi sıfıra geldiğinde ise deney sonlandırılır ve toplam deney süresi kaydedilir. Deney sonunda numune çözültiden çıkarılır, yıkanır, kurutulur ve tekrar tartılır. Deney süresince meydana gelen ağırlık kaybı hesaplanır.



Şekil 1. Deney düzeneği

## 2. BÖLÜM: KURŞUNUN ASİDİK ÇÖZELTİDEKİ KOROZYONU

### 1. Deneyin Amacı

Kurşunun asidik çözelti içindeki korozyon hızının Tafel Ekstrapolasyon Yöntemi ile ölçülmesi.

### 2. Teorik Bilgi

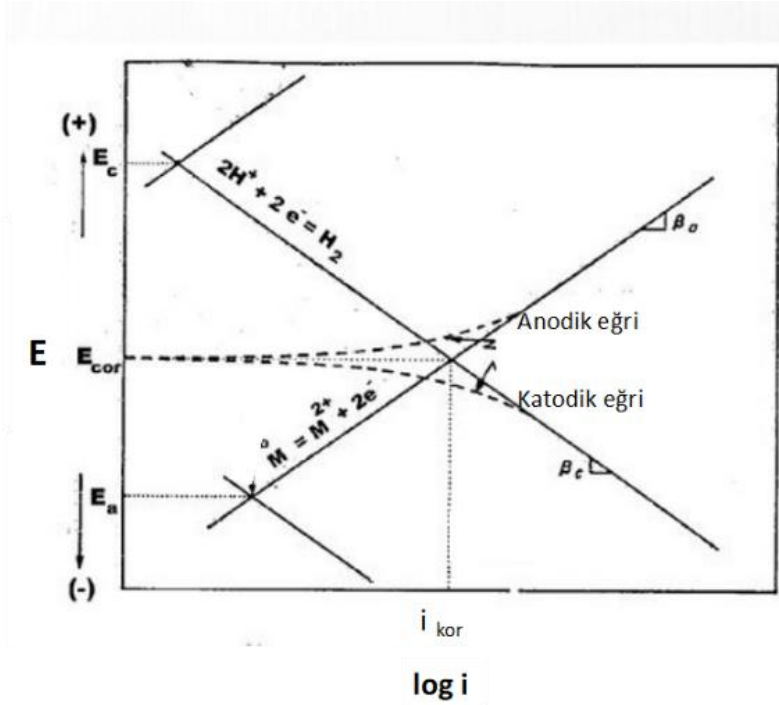
Tafel ekstrapolasyonu, korozyon hızını ölçmek için klasik kütle kaybıyla ölçüm yöntemine göre daha hızlı olan ve yaygınlıkla kullanılan bir polarizasyon yöntemidir. Tafel ekstrapolasyonundaki polarizasyon eğrileriyle elde edilen korozyon hızının genellikle kütle kaybıyla ölçümüyle elde edilen hızla genellikle aynı olmadığı bilinmektedir. Tafel kinetikleri, korozyon koşullarında genel olarak tersinir reaksiyon potansiyelleri gerçekleşen tüm reaksiyonlar ortadan kalktığından kütle taşıma limitlerinin dikkate alınmadığı durumlarda korozyon kinetiklerini büyük oranda doğru şekilde temsil etmektedir.

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

#### *Tafel Ekstrapolasyon Yöntemi*

Tafel ekstrapolasyonu, korozyon hızını ölçmek için klasik kütle kaybıyla ölçüm yöntemine göre daha hızlı olan ve yaygınlıkla kullanılan bir polarizasyon yöntemidir. Tafel ekstrapolasyonundaki polarizasyon eğrileriyle elde edilen korozyon hızının genellikle kütle kaybıyla ölçümüyle elde edilen hızla genellikle aynı olmadığı bilinmektedir. Tafel kinetikleri, korozyon koşullarında genellikle tersinir reaksiyonlar potansiyel olarak gerçekleşemediğinden kütle taşıma limitlerinin dikkate alınmadığı durumlarda korozyon kinetiklerini büyük oranda doğru şekilde temsil etmektedir.

Polarizasyon (akım-potansiyel) eğrileri, yarı logaritmik skalada çizilen eğrilerdir. Uygulanan dış akım belli bir değere eriştikten sonra, bu eğrilerde belirgin bir kırılma olur ve bu noktadan sonra potansiyel ile uygulanan dış akımın logaritması ( $E - \log i$ ) lineer bir değişim gösterir. Akımın logaritmasının lineer olarak değiştiği bu bölgeye 'Tafel Bölgesi' adı verilir (Şekil 2).



Şekil 2. Polarizasyon eğrisindeki Tafel bölgesi

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

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

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

$i_{kor}$ = akım yoğunluğu (A/cm<sup>2</sup>),

$EA$ = numunenin eşdeğer ağırlığı, birimsiz,

$d$ = numunenin yoğunluğu, g/cm<sup>3</sup>

### 3. Deney Prosedürü

#### 3.1. Kullanılan Alet, Cihaz ve Malzemeler

Potansiyostat, kurşun numune, 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisi, 5 boyunlu hücre, kurşun karşıt elektrotlar, doymuş kalomel referans elektrot, krokodil kablo, kurutma makinesi, silikon tabancası, silikon.

#### 3.2. Deneyin Yapılışı

Kurşun numune yüzeyindeki toz ve kirlerden arındırmak amacıyla yıkanır ve kurutulur. Krokodil ile bağlanarak 1 cm<sup>2</sup> aktif yüzey alanına sahip olacak şekilde silikonlanır. 3 elektrotlu hücre içine 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisi doldurulur. Referans elektrot olarak doymuş kalomel elektrot, karşıt elektrot olarak kurşun elektrotlar ve çalışma elektrodu olarak da kurşun numune hücreye yerleştirilir. Potansiyostat yardımıyla öncelikle sistemin açık devre potansiyeli (OCP) değeri ölçülür. Daha sonra numune, OCP değerini içine alacak şekilde belirlenen potansiyel aralığında taranarak, yarı logaritmik akım-potansiyel eğrisi elde edilir. Bu eğriden elde edilen  $i_{kor}$  değeri, yukarıda verilen formülde yerine koyularak korozyon hızı mm/yıl cinsinden hesaplanır.

#### 4. İstenenler

1. Kurşun numune için deneyde gerçekleşen anodik ve katodik reaksiyonları ayrı ayrı yazınız.
2. Tafel eğrisinden elde edilen  $i_{kor}$  değeri yardımıyla numunenin korozyon hızını mm/yıl cinsinden hesaplayınız.
3. Kurşun için hesaplanan mm/yıl cinsinde hesaplanan korozyon hız değerini mpy cinsine dönüştürerek, çelik numuneler için mpy cinsinden hesaplanan korozyon hız değerleriyle kıyaslayınız.
4. 2 Adet korozyondan korunma yöntemi seçin ve bu yöntemleri açıklayınız.

*Yanınızda hesap makinelerinizi getirmeniz tavsiye edilmektedir.*

#### 5. Referanslar

- H. Yalçın, M. Gürü, 2010, “Elektrokimya ve Uygulamaları”, Palme Yayıncılık, Ankara.
- Saviour A. Umoren, Moses M. Solomon, Viswanathan S. Saji, 2022, “Polymeric Materials in Corrosion Inhibition”, Elsevier, Amsterdam, 83-102.
- Karim Kakaei, Mehdi D. Esrafilı, Ali Ehsani, 2019, “Interface Science and Technology”, Elsevier, Amsterdam, 303-337.

# Deney 6: Hidrometalurji

Arş. Gör. Ozan AYDIN

## 1. Deneyin Amacı

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

## 2. Teorik Bilgiler

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

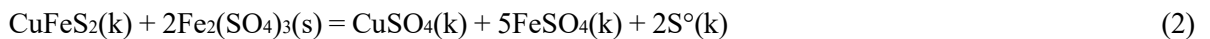
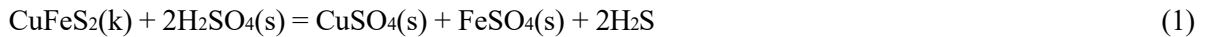
Liç işlemi madencilikten metal üretimine kadar geniş bir alanı kapsamaktadır. Liç işleminde kullanılan çözücü; su, asit, baz, tuz veya bunların karışımları olabilmektedir. Liç edilen madde ise cevher, konsantre, serbest metal, sülfür, karbonat, silikat, oksit ve sülfat gibi çeşitli bileşimdeki hammaddeler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

Cevherler, ocak üretimi ile liç işlemi arasında bazı hazırlık işlemlerine tabi tutulabilirler. Liç öncesi yapılan işlemler; kırma-öğütme, zenginleştirme ve kavurmadır. Liç işleminde amaç; seçici çözünme, hızlı çözünme ve toplam çözünme verimini arttırmaktır. Faydalı mineraller, gang minerallerine oranla seçimli olarak liç edilmelidir. Çünkü seçimli liç ile reaktif harcaması minimuma indirilmekte ve çözeltiden metallerin kazanılması aşaması için temiz çözeltiler elde edilmektedir. Çözücünün bileşim ve derişimi, çözünme sıcaklığı, çözünme süresi ve pulpta katı oranı liç işleminde kontrol edilmesi gereken başlıca değişkenlerdir.

Bakır cevherleri genel olarak uzun yıllardan beri ve çoğunlukla pirometalurjik yöntemlerin kullanılmasıyla işlenmektedir. Ancak son yıllarda pirometalurjik yöntemlerin yerini hidrometalurjik yöntemler almaktadır. Pirometalurjik yöntemler çevreye salınan kükürtdioksit (SO<sub>2</sub>) gazlarından, cevherin belli bir konsantrasyona kadar zenginleştirilmesi gerekliliği, bakırla beraber diğer metallerin kazanılmasında büyük kayıpların olmasından ve işletme maliyetlerinin yüksek olması gibi nedenlerle yerini hidrometalurjik yöntemlere bırakmaya başlamıştır. Bu yöntemlerde temel prensip cevher içindeki kıymetli elementi, olabildiğince seçici olan bir reaktif ile çözüdürerek çözeltiliye almaktır.

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

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



Liç işlemi öncesi yapılan kavurma işlemlerinde pirometalurjik yöntemlerde olduğu gibi ekonomik ve çevresel açıdan birtakım zorluklar vardır. Bu zorluklar özellikle sülfürlü cevherler belli bir tane boyutuna getirildikten sonra doğrudan liç işlemi uygulanarak ortadan kaldırılabilmektedir. Ancak doğrudan liç yöntemleri oksitli cevherlere rahatlıkla uygulanabilirken, sülfürlü cevherler için atmosferik şartlarda kuvvetli oksidan ortamlar veya otoklavlarda yüksek sıcaklık ile yüksek oksijen basıncına ihtiyaç duyulmaktadır.

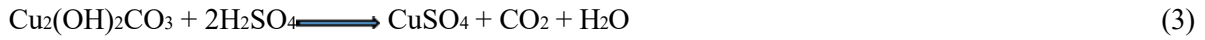
## 2.1. Liç İşlemi Uygulamaları

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

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

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

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



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

### Çözünme Mekanizmaları

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

### Liç İşlemini Etkileyen Faktörler

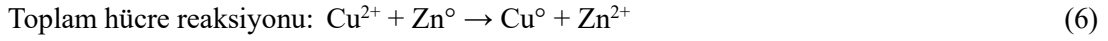
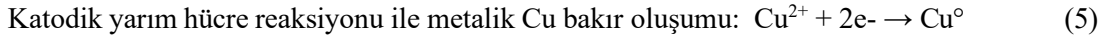
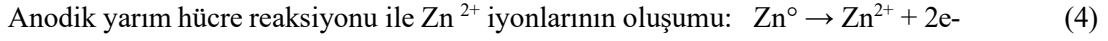
Hidrometalurjik işlemlerin birçoğu heterojen reaksiyonlardan ibarettir (birden fazla faz arasındaki reaksiyon tipi). Bu reaksiyonların hızı öncelikle liç sisteminin hidrodinamiğine (karıştırma ve difüzyon gibi) ve sistemde mevcut bileşenlerin kimyasal etkileşimlerine bağlıdır. Açık bir ifade ile herhangi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

- Cevherin tane boyutu
- Cevherin bileşimi
- Çözücünün bileşimi ve derişimi
- Çözücü ile cevherin temas süresi
- Liç sıcaklığı

### Sementasyon

Çözeltide bulunan herhangi bir metal iyonunun, (metallerin EMF serisinde gösterilen değerlere göre) kendisinden daha negatif elektrot potansiyeline sahip bir başka metalin (granül, levha, toz, hurda

halinde) söz konusu çözeltiye ilavesi ile metalik hale redüklenmesi işlemine “sementasyon” denir. Sementasyon esasında elektrokimyasal bir yer değiştirme reaksiyonudur. Sementasyon işlemi ya bir metalin üretimi ya da bir elektrolitin empürütelerinden arındırılması amacıyla uygulanır. Cu üretimi örnek alındığında sementasyon işlemi fakir çözeltilerin değerlendirilmesinde söz konusu olur. Bakırın sementasyon işleminde oluşan reaksiyonlar:



şeklindedir. Sementasyon uygulanan çözeltinin pH değeri son derece önemlidir. Asidik ortamlarda hidrojen iyonu konsantrasyonu yüksek olduğundan:  $2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$  (7) reaksiyonu uyarınca gelişmekte olan ikincil reaksiyon etkin duruma geçer. Böylece gereksiz yere sementatör tüketimi artar. Sementasyon yapılırken çözeltiler ya karıştırılmaz ya da çözeltinin havalanmasına yol açmayacak kadar ağır devirde karıştırma yapılır. Şiddetli karıştırma nedeniyle sementasyon çözeltisinin fazla miktarda çözünmüş oksijen içermesi durumunda metalik Zn ve Cu, çözünmüş oksijenin redüklenmesi sonucu iyonik duruma geçmektedir.



**Sementasyon Kimyası:** Eğer bir demir parçası bakır iyonları içeren sulu bir çözeltiye daldırılırsa, metalik bakır çökmeye meylederken, demir çözeltiye geçme eğilimindedir. Bu reaksiyonun itici gücü elektrokimyasal potansiyelidir.



(12)

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

$$E_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^{\circ}} = E^{\circ}_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^{\circ}} - \frac{RT}{2F} \ln \frac{1}{a_{\text{Cu}^{2+}}} \quad (13)$$

$$E_{\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{\circ}} = E^{\circ}_{\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}} - \frac{RT}{2F} \ln \frac{1}{a_{\text{Fe}^{2+}}} \quad (14)$$

$$E = E^{\circ}_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^{\circ}} - E^{\circ}_{\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}} - \frac{RT}{2F} \ln \frac{a_{\text{Fe}^{2+}}}{a_{\text{Cu}^{2+}}} \quad (15)$$

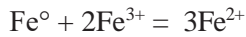
**T:** sıcaklık (K), **F:** Faraday sabiti (96500 culomb/g), **R:** Gaz sabiti (8,31 Joule).

Bakırın standart redüklenme potansiyeli bakır ve demir için sırası ile +0,34 ve -0,44 voltuttur. Bu değerler (15)'te yerine koyulduğunda

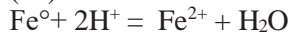


$$E = 0,78 - \frac{RT}{2F} \ln \frac{a_{Fe^{2+}}}{a_{Cu^{2+}}} \quad (16)$$

formülü elde edilir. (10) nolu reaksiyon E sıfıra yaklaşıncaya kadar devam edecektir. Bu şartlar iyon konsantrasyonlarının dengeye geldiği şartlar olarak belirir. İyonik denge oranı  $a_{Fe^{2+}} / a_{Cu^{2+}}$   $25^{\circ}C$ 'de  $10^{25}$ 'tir. Çok büyük olan bu oran 11 nolu reaksiyonun tamamen sağa yöneleceğini göstermektedir. 11 nolu denkleme göre 1 mol demir (55,85 gr) 1 mol bakırı (63,54 gr) sement eder, bu değer 1 kg Cu başına kg demir olarak belirlidir. Endüstriyel uygulamalarda ise 1,5-2,5 Kg demir aşağıdaki yan reaksiyonlardan dolayı gerekmektedir.



(17)



(18)

Havadaki oksijen +2 değerlikli demiri oksitleyerek (14) nolu reaksiyona göre metalik demirin harcanmasına sebep olur. Sementasyon işleminde metallerin seçimi EMF serisine (Şekil 1) göre yapılır.

<i>Electrode Reaction</i>	<i>Standard Electrode Potential, V<sup>0</sup> (V)</i>
$Au^{3+} + 3e^{-} \longrightarrow Au$	+1.420
$O_2 + 4H^{+} + 4e^{-} \longrightarrow 2H_2O$	+1.229
$Pt^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Pt$	~ +1.2
$Ag^{+} + e^{-} \longrightarrow Ag$	+0.800
$O_2 + 2H_2O + 4e^{-} \longrightarrow 4(OH^{-})$	+0.401
$Cu^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Cu$	+0.340
$2H^{+} + 2e^{-} \longrightarrow H_2$	0.000
$Pb^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Pb$	-0.126
$Sn^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Sn$	-0.136
$Ni^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Ni$	-0.250
$Co^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Co$	-0.277
$Cd^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Cd$	-0.403
$Fe^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Fe$	-0.440
$Cr^{3+} + 3e^{-} \longrightarrow Cr$	-0.744
$Zn^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Zn$	-0.763
$Al^{3+} + 3e^{-} \longrightarrow Al$	-1.662
$Mg^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Mg$	-2.363
$Na^{+} + e^{-} \longrightarrow Na$	-2.714
$K^{+} + e^{-} \longrightarrow K$	-2.924

Şekil 1: EMF serisi.

### 3. Deney Malzemeleri ve Ekipmanlar

- Kalkopirit cevheri
- Bakır sülfat
- Sülfürik asit
- Saf su
- Hassas terazi
- Isıtıcıli Manyetik Karıştırıcı
- Pipet, piset, beher, huni, filtre kağıdı

#### 4. Deneyin Yapılışı

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

##### *Liç İşlemine Ait Hesaplamalar:*

% Liç Verimi = [Çözeltiye geçen Cu miktarı (mg/L) / Numunedeki Cu miktarı (mg/L)] x100

##### *Sementasyon İşlemine Ait Hesaplamalar:*

% Sementasyon verimi= [Çöken bakır miktarı (mg/L) / Çözeltide başlangıçtaki bakır miktarı (mg/L)] x 100 formülünden hesaplanır.

##### *Deney Raporunda Bulunması Gereken Bilgiler*

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

**! Ödev: Atomik Absorbsiyon Cihazının çalışma prensibini açıklayınız.**

#### 5. Referanslar

1. Aydoğan, S. (2000) ,”Hafif Madentepe Bakır Cürufurlarının Sülfürik Asit, Asidik Ferik Sülfat ve Amonyak Liçi Koşullarının Belirlenmesi”, Doktora Tezi, Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
2. Canbazoğlu, M. (1979), "Hidrometalurjide Yeni Gelişmeler", TMMOB Maden Müh. Odası, Madencilik, 17.21-38.
3. Canbazoğlu, M. (1979), "Sülfürlü Cevherlerin Hidrometalurjik Yöntemlerle Değerlendirilmesi" TMMOB.Maden Müh.Odası, Madencilik Dergisi, 9-20.
4. Canbazoğlu, M. (1986), "Hidrometalurji", TMMOB Maden Müh. Odası, Madencilik, 39-52.
5. Venkatachalam, S (1991), “Treatment of Chalcopyrite Concentrates by Hydrometallurgical Techniques”, Mineral Engineering, 4(7-11), 1115-1126.
6. Bor, F.Y., 1989, “Ekstraktif Metalurji Prensipleri Kısım:II”, İTÜ Matbaası, İstanbul.
7. Habashi, F., Principle of Extractive Metallurgy, Volume 2, Science Publishers, Paris, 198

# Deney 7: Malzemelerin Optik Özellikleri

Arş. Gör. Utku Ekim

## 1. Deneyin Amacı

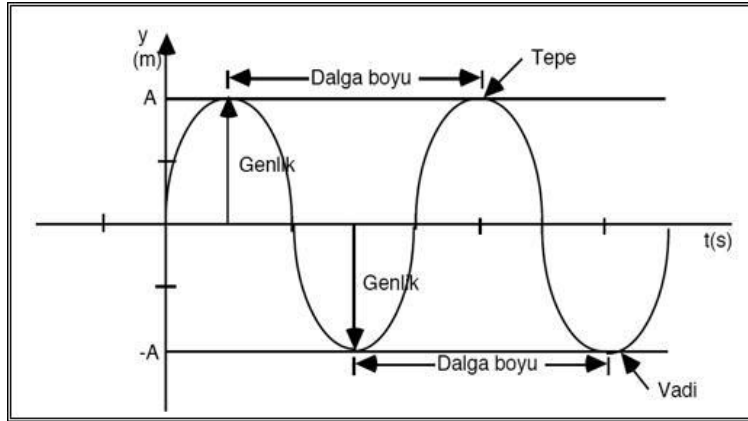
Bu deneyin amacı;

- Bir optik malzemenin ultraviyole ve görünür radyasyon geçirgenlik değerlerini ölçmek,
- Bir optik malzeme tarafından bloke edilen radyasyon miktarını hesaplamak,
- Bir optik malzemenin kırılma indisi değerini ölçmek.

## 2. Teorik Bilgiler

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

Tüm dalgaların iki temel özelliği bulunur; dalga boyu ve frekans. Dalga boyu ( $\lambda$ , lamda) bir dalganın en tepe noktası ile bir sonraki dalganın en tepe noktası arasındaki mesafedir (Şekil 1). Frekans ( $\nu$ , nu) ise birim zamanda bir noktadan geçen dalga sayısıdır. Frekans ve dalga boyu birbirleriyle ters orantılıdır, dalga boyu düştükçe birim zamanda bir noktadan geçen dalga sayısı artar.



Şekil 1: Dalga boyunun gösterimi.

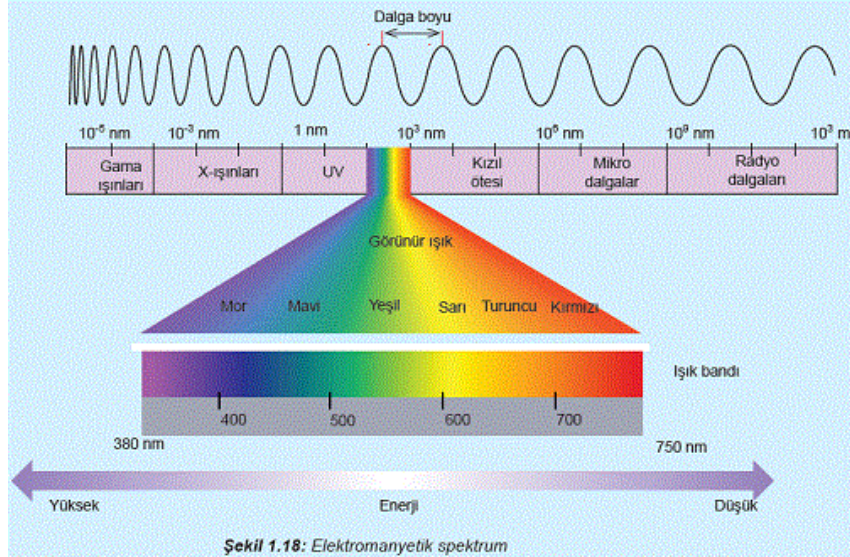
Ayrıca dalga boyu ve frekans, ışık hızı ( $c = 2,998 \times 10^{10}$  cm/s) ile ilintilidir;

$$c = \lambda \times \nu$$

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

Güneşten gelen ışık farklı enerjilere ve dolayısıyla dalga boyu ve frekanslara sahip ancak bir araya geldiklerinde süreklilik gösteren dalgalardan oluşur. Bu ardışık dalgalar bütününe tayf adı verilir. Şekil 2 bant denen bölgelere ayrılmış elektromanyetik tayfı (spektrum) göstermektedir. Işık nesnelerin üstüne düştüğünde farklı davranışlar gösterir; dağılır, yansır, soğurur veya nesnenin içinden geçer, ya da bunların birleşimi olan şekillerde davranabilir. Bunun sonucu olarak gözlerimiz, tenimiz ya da ışığı gözlemlemek üzere tasarlanmış cihazlar ışığı ısı, ışınım, fosforesans, renk gibi farklı şekillerde algılar. Elektromanyetik radyasyon tayfının büyük kısmı insanlar tarafından görülememektedir. Tayfin görebildiğimiz ve farklı renkler şeklinde algıladığımız kısmına görünür ışık denir. Bu bantın dalga boyu, şekilde de görüldüğü gibi 800-400 nm arasındadır. Görünür ışık dışındaki bölgeleri de farklı şekillerde algılarız. Örneğin ultraviyole (UV) bandı güneşin tenimiz için zararlı ışınlarını oluşturan bölgedir. Düşük enerjili kızılötesi bölgeyi ise ısı olarak algılarız.

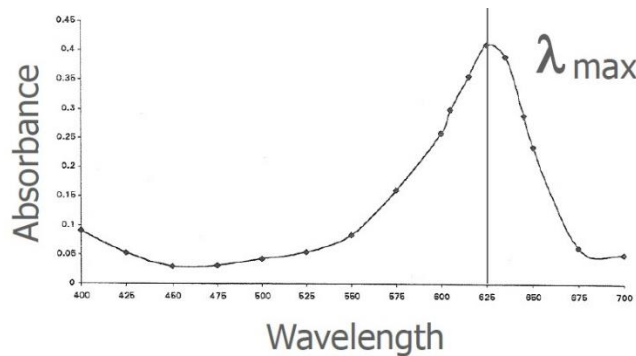
Bir cisimle etkileşen ışığın görünür bölgedeki tüm dalga boyları cisim tarafından soğurulursa bu cisim gözümüze siyah olarak görünür. Bunun tam tersi olarak, cisim görünür bölgedeki tüm dalga boylarını yansıtırsa beyaz olarak görünecektir. Görünür ışığın tamamı geçirmesi durumunda ise cisim şeffaf görünür.



Şekil 2: Elektromanyetik tayf ve görünür ışık bandı.

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

Spektroskopi ışığın madde ile etkileşimini inceleyen bir analiz tekniğidir. Spektrometre ise elektromanyetik radyasyonu dalga boylarına göre ayırarak bu dalga boylarını bir numuneden geçiren ve numuneden geçen ışık ışınlarının şiddetini ölçen cihazlardır. Yeni bir numune incelenirken önce bu numunenin soğurma (absorbans) tayfına bakılır. Soğurma tayfi soğurulan ışığın dalga boyuna göre değişimini gösteren soğurma-dalga boyu eğrisidir (Şekil 3). Bu eğride en belirgin özellik maksimum soğurmanın gerçekleştiği dalga boyu aralığı ve maksimum soğurmanın gerçekleştiği dalgaboyu yani eğrinin pik noktasıdır.



Şekil 3: Bir soğurma tayfi örneği.

### **Beer-Lambert Kanunu**

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

$$T = I / I_0$$

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

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

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

### **Refraktometri**

Refraktometri, ışığın bir ortamdan diğerine geçerken hızının değişmesi ve dolayısıyla ışığın yönünün değişmesi (kırılma) olayını ölçen bir bilim dalıdır. Refraktometre adı verilen cihazlarla yapılan bu ölçüm, genellikle sıvıların, gazların veya katı maddelerin kırılma indisini (refraktif indeks) belirlemeyi amaçlar. Refraktometri ile nitel analiz, saflık kontrolü ve nicel analiz yapılabilir.

### **Kırılma İndisi ve Ölçüm Yöntemleri**

Kırılma indisi saydam maddelerde görülen bir özelliktir. Bir maddenin kırılma indisi, içinden geçen ışık demetinin, kendi doğrultusundan saptırma miktarıyla ilgilidir. Işık demetinin doğrultusundan saptırılması ise ışığın madde içindeki hızının vakumdaki hızından farklı olmasının bir sonucudur. Başka bir deyimle ışığın madde içindeki hızı ne kadar düşükse kırılma indisi o kadar büyüktür. Kırılma indisi, genellikle "n" harfiyle ifade edilir ve ışığın vakumda (ya da havada) bir ortamdan başka bir ortama geçerken hızının değişmesi nedeniyle ortaya çıkan bir özelliktir. Kırılma indisi, çözünürlük, erime noktası, kaynama noktası, yoğunluk gibi maddenin fiziksel özelliklerinden biri olup maddenin tanınmasında önemli bir yere sahiptir. Kırılma indisi saydam maddelerde görülen bir özelliktir.

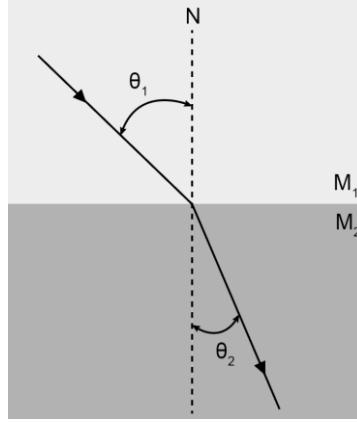
Bir ortamın kırılma indisi, ışığın vakumdaki hızı (c) ile o ortamdaki hızı (v) arasındaki oran olarak ifade edilir:

$$n = \frac{c}{v}$$

Bir saydam ortamın kırılma indisi deneysel olarak bulunabilir. Örneğin suyun kırılma indisi ölçülmek istenirse, cam bir kaptaki su üzerine normale  $\theta_1$  açısı yapan ince bir ışık demeti gönderilir. Işık hızında ortam değişikliği sebebiyle bir değişim olur ve bu ışık demetinin su içinde normale yaptığı  $\theta_2$  açısı ölçülür (Şekil 4). Bu açıların sinüslerinin oranı bu ışıkların ortamlardaki hızlarının oranına eşit olur.

$$\frac{\sin\theta_1}{\sin\theta_2} = \frac{v_1}{v_2}$$

Kırılma indisi, malzemenin kimyasal bileşimi, yapısı, ortam sıcaklığı, basıncı ve gelen ışığın dalga boyuna bağlı olarak değişkenlik gösterir.



**Şekil 4:** Kırılma indisi farklı iki ortamda ilerleyen ışık

### ***Abbe Refraktometresi***

Kırılma indisi ölçümü yapan düzeneğe refraktometre adı verilir. Kırılma indisinin ölçümünde çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Kritik açının ölçümüne dayanan ve yaygın olarak kullanılan bir refraktometre türü Abbe refraktometresidir. Ölçüm için numune prizma üzerine yerleştirilir ve ışık kaynağı kullanılarak belirli bir dalga boyunda ölçüm gerçekleştirilir. Kritik açının ölçülmesi, ışığın numune ile temastaki bir prizmaya çeşitli açılardan gönderilmesi ve prizma tarafında gözlenecek karanlık ve aydınlık bölge sınırlarının saptanması ilkesine dayanır. Işık kırılmaya uğrarken, hiçbir zaman kritik açıdan daha büyük açılarla prizma içinde ilerleyemeyeceği için, bu açılara karşılık gelen bölge karanlık, kritik açıdan daha küçük açılara karşılık gelen bölge ise aydınlık olur. Prizma üzerinde gözlenen karanlık ve aydınlık bölgelerin sınırı ise kritik açıya karşılık gelir. Ölçüm sonucunda, kritik açıdan hareketle kırılma indisi hesaplanır ve cihazın ölçeği üzerinden doğrudan okunabilir.

Abbe refraktometresi, özellikle sıvılar ve saydam katı malzemeler için hassas ve güvenilir bir ölçüm yöntemi sunar. Katı numuneler için ölçüm yapılmadan önce yüzeylerin optik olarak hazırlanması gereklidir. Bunun için zımparalama, parlatma ve temizleme işlemleri uygulanır. Zımparalama işlemi, numunenin yüzeyindeki pürüzlülüğü azaltarak düzgün bir optik yüzey elde edilmesini sağlar. Sonrasında, daha ince aşındırıcılar kullanılarak parlatma işlemi gerçekleştirilir ve yüzeyin ışık geçirgenliği artırılır. Son olarak, optik yüzey temizleyiciler veya izopropanol gibi çözücüler kullanılarak yüzeydeki olası kalıntılar giderilir. Bu hazırlık aşamaları, doğru ve tekrarlanabilir kırılma indisi ölçümleri için kritik öneme sahiptir. Ayrıca, ölçüm sırasında cihazın kalibrasyonunun yapılmış olması ve numunenin homojen bir yapıya sahip olması da sonuçların güvenilirliği açısından gereklidir.

### **3. Deneyde Kullanılan Malzeme ve Cihazlar**

UV-Vis spektrometresi, Abbe refraktometresi, standart optik malzeme, alkol, deiyonize su, kurutma kâğıdı.

### **4. Deneyin Yapılışı**

#### **%Geçirgenlik (%Transmittance) Ölçümü**

1. Cihaz açılıp lambaların ısınması beklenir.
2. Ölçüm parametreleri (dalgaboyu aralığı, hassasiyet, lamba vs.) seçilir.
3. Cihaza herhangi bir numune yerleştirilmeden önce belirlenen ölçüm koşulları için baseline çekilir.
4. Ölçüm alınmak istenen numune, numune tutucuya yerleştirilir.
5. Aynı ölçüm parametreleri ile ölçüm yapılır.
6. Elde edilen spektrum incelenir.

#### **Kırılma İndisi Ölçümü**

1. Abbe refraktometresi içerisine koyulacak numunenin yüzeyi temizlenir.

2. Refraktometrenin sabit prizması üzerine numune yerleştirilir ve okülerli üst kısım numune üzerine kapatılır
3. Okülerden bakılarak görüntünün yarısı aydınlık yarısı karanlık olacak şekilde ölçüm çizgisi ayarlanır.
4. Ölçü tablosu üzerinde okunan değer not edilir.

## 5. İstenilenler ve Ödevler

Deney sırasında kullanılmak üzere istenilen ek ekipmanlar:

Milimetrik kâğıt, Cetvel

### **Ödevler:**

1- Marvel evrenindeki *X-Men* karakteri Cyclops'un gözlüğü, gözlerinden yayılan yok edici optik patlamaları kontrol etmek için özel bir **ruby kuvars (yakut kristali) lens** içerir. Bu lensin, ışığın belirli dalga boylarını geçiren ve bazılarını absorbe eden bir filtre gibi davrandığı bilinmektedir. Cyclops'un gözlüğü kendi görüşünü de etkilemeden, elektromanyetik spektrumun hangi bölgelerindeki ışığı geçirebilir ve hangi bölgelerindeki ışığı absorbe edebilir? Bu gözlüğe ait olan absorbans grafiğini elektromanyetik spektrumun gerekli bölgelerini katarak çizin ve açıklayınız.

2-Deneyde ölçümü yapılarak ve sonuçları sizlerle paylaşılan numunelerin soğurma/geçirgenlik grafiklerini Excel formatında ölçeklendirmeye dikkat ederek çizin. Mavi renkli camın, güneş gözlüğü camının, pencere camının ve deney sırasında kendi hazırladığımız numunenin soğurma ve geçirgenlik davranışını, elektromanyetik tayf bilgilerini de içerir şekilde, yorumlayınız. Pencere camlarının soğurma ve geçirgenlik özelliklerini ve grafiklerini literatürden bularak bu verileri kendi ölçüm sonuçlarınızla karşılaştırınız.

***\*Kullandığınız kaynakları raporunuzun sonunda kaynakça kısmında belirtiniz.***

## 6. Kaynaklar

1. Williams, John E.; Trinklein, Frederick E.; Metcalfe, Clark H. (1984). Modern Physics (p. 287-288). New York: Holt, Rinehart, and Winston.
2. Pelczar, Michael J.; Chan, E. C. S.; Kreig, Noel R. (1986). Microbiology (p. 480). New York: McGraw-Hill Book Company.
3. Selinger, Ben. (1989). Chemistry in the Marketplace (p. 121). Sydney: Harcourt Brace Jovanovich.
4. Questions and Answers About UV Coatings. (1992). Lenscrafters® Pamphlet.
5. Pasachoff, Jay A. and Kutner, Marc L. (1978). University Astronomy (p. 630-631). Philadelphia: W.B. Saunders Company.
6. 1982-83 CRC Handbook of Chemistry and Physics (p. E-201). Cleveland: CRC Press.
7. Peters, Dennis G.; Hayes, John M.; Heiftje, Gary M. (1974). Separations and Measurements: Theory and Practice of Analytical Chemistry (p. 616). Philadelphia, W. B. Saunders Company.

# Deney 8: Kompozitlerin Mekanik Özellikleri

Arş. Gör. Ali Rifat ÜNAL

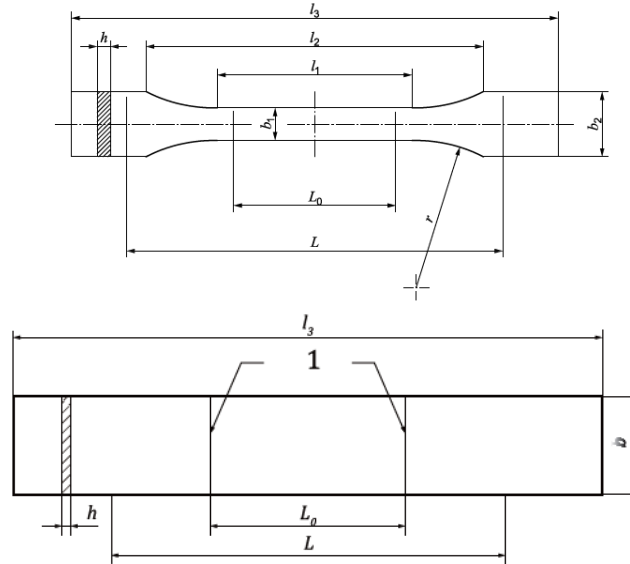
## 1. Çekme Deneyi

### 1.1. Deneyim Amacı

Çekme deneyi, malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi ve mekanik davranışlarına göre sınıflandırılması amacıyla yapılır. Çekme deneyi sonucunda elde edilen veriler doğrudan mühendislik hesaplarında kullanılır. Bu nedenle çekme deneyi, en yaygın olarak kullanılan tahribatlı malzeme muayenesi yöntemlerinden biridir.

### 1.2. Deneyin Yapılışı

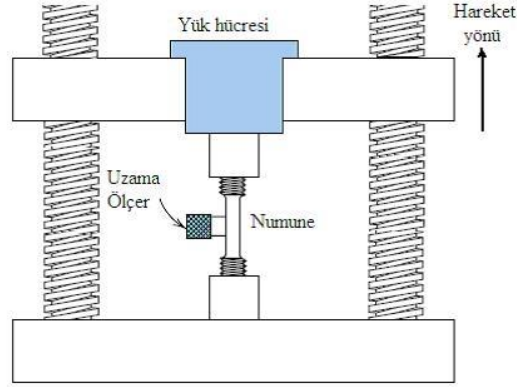
Çekme deneyi standartlara göre hazırlanmış deney numunesinin tek ekseninde, belirli bir hızla ve sabit sıcaklıkta koparıncaya kadar çekilmesidir. Deney sırasında, standart numuneye devamlı olarak artan bir çekme kuvveti uygulandığında, aynı esnada da numunenin uzaması kaydedilir. Şekil 1’de, deney standardına uygun olan iki numunenin şematik olarak çizimleri verilmiştir:



Şekil 1. BS EN ISO 179 standardına göre sırasıyla ekstrüzyon veya enjeksiyon kalıplama (sol tarafta) ve ince film veya plaka şeklindeki parçalardan (sağ tarafta) alınacak çekme numunelerinin şematik çizimleri

Hazırlanan örnek numune, çekme cihazının çeneleri arasına yerleştirilerek sıkıştırılır ve deney başlatılır. Şekil 2’de tipik bir çekme cihazının resmi görülmektedir. Deney esnasında üst çene yukarı doğru hareket ederek çekme numunesine sürekli olarak artan çekme yükü uygulanır ve kırılma anına kadar hem uygulanan kuvvet hem de numunede meydana gelen uzama kaydedilir.

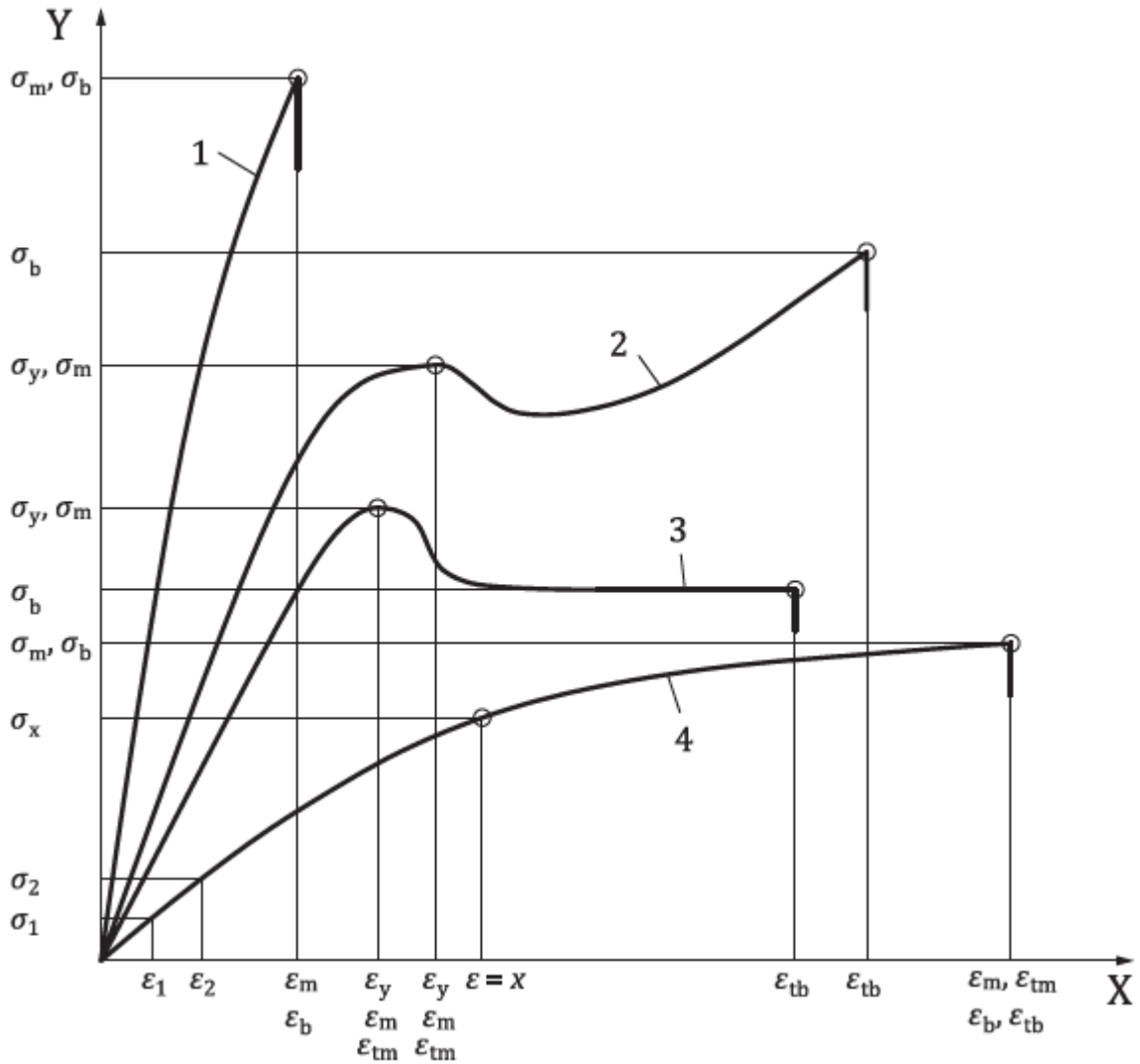




Şekil 2. Çekme deneyinin uygulanışının şematik olarak çizimi

Bu deney sonucunda kuvvet (F)-uzama ( $\Delta l$ ) eğrisi elde edilir. Ancak bu eğri ile birlikte kullanılan numunenin boyutlarını da vermek gerekir. Bu nedenle, bu eğri yerine daha işlevsel olan gerilme-gerinim eğrisi ( $\sigma - \epsilon$  eğrisi) kullanılır. Gerilme-gerinim eğrisine çekme diyagramı adı verilir.

Şekil 3'te BS EN ISO 527 standardına göre karakteristik gerilme – gerinim eğrileri şematik olarak verilmiştir:



Şekil 3. Farklı mekanik özelliklere sahip malzemelerin gösterdiği karakteristik gerilme – gerinim eğrileri

Şekil 3'te verilen çizimde 1 numaralı eğri düşük gerinim değerlerinde bile akma davranışı göstermeyen gevrek malzemeleri, 2 ve 3 numaralı eğriler ise akma davranışı sonrası akma noktasının artan gerilmeyle artışı (2) ve artmayışını (3) sembolize etmektedir. 4 numaralı eğri ise yüksek gerinim değerlerinde (yaklaşık %50'den fazla) kopan yumuşak ve lastiğimsi (kauçuğumsu) numunelerin karakteristik gerilme – gerinim eğrileridir.

### 1.3. Teorik Bilgiler

#### Tanımlar

Çekme deneyi sonucunda numunenin temsil ettiği malzemeye ait aşağıda açıklanan mekanik özellikler bulunabilir:

**Gerilme ( $\sigma$ ):** Birim alana etkiyen kuvvet anlamına gelir. Deney numunesinin çekme kuvvetine ( $F$ ) dik doğrultudaki kesit yüzey alanı  $A_0$  olarak alınırsa *mühendislik gerilmesi* (nominal gerilme) şu formülle hesaplanır:

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

Deney esnasında malzemenin uzamasıyla birlikte hacim sabitliği kuralına göre kesit alanı daralır ve aslında parçada hesaplanan gerilmeden daha yüksek bir gerilme değeri vardır, bu gerilme değerine gerçek gerilme denir ve aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanır:

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

**Mühendislik Birim Şekil Değişirme ( $e$ ):** Malzemeye kuvvet uygulandığında oluşan boy değişiminin kuvvet uygulanmadan önceki ilk boya oranıdır. Başlangıç ölçü boyu  $l_0$ , deneyin herhangi anında  $P$  yükünün etkisi ile  $l$  değerini aldığı anda, çekme doğrultusundaki birim şekil değişirme (birim uzama) aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanır:

$$e = \frac{l - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0}$$

**Gerçek Birim Şekil Değişirme ( $\epsilon_g$ ):** Deney sırasında ölçü boyu sürekli değişmektedir. Ölçü boyu deneyin herhangi bir anında  $l$  iken,  $dl$  gibi sonsuz küçük bir uzama sonunda birim şekil değiştirmedeki artış toplam gerçek birim şekil değişimi;

$$\epsilon_g = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \ln \frac{l}{l_0} \quad (\text{denklem 1})$$

Mühendislik birim şekil değişirme eşitliğinde,  $\frac{l}{l_0} = 1 + e$  şeklinde yazılıp denklem 1'e taşınırsa,

$$\epsilon_g = \ln (1 + e) \quad (\text{denklem 2})$$

bulunur.

Çok küçük birim şekil değişimleri (yani elastik şekil değişimi) için  $\epsilon$  değerleri,  $\ln (1 + e) \cong e$  alınabilir, böylelikle  $\epsilon_g \cong e$  olarak kabul edilir.  $e$ 'nin daha büyük değerler aldığı durumlarda  $\epsilon_g$  ve  $e$  arasındaki fark hızla artar.

**Elastik sınır ( $\sigma_e$ ):** Malzemeye uygulanan kuvvet kaldırıldığı zaman plastik uzamanın görülmediği veya yalnız elastik şekil değişiminin meydana geldiği en yüksek gerilme değeridir.

**Elastisite Modülü ( $E$ ):** Bir yapıda oluşan deformasyon ya da şekil değişiminin miktarı uygulanan gerilmenin büyüklüğüne bağlıdır. Birim uzama ile normal gerilme (çekme ya da basma gerilmesi) arasındaki doğrusal ilişkinin bir sonucu olup birim uzama başına gerilme olarak tanımlanır. Birim uzama ile normal gerilme (çekme ya da basma gerilmesi) arasındaki doğrusal ilişki şöyle tanımlanabilir:

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

Hooke Kanunu olarak bilinen bu denklemdeki E orantı sabiti, **elastisite modülü** veya **Young modülü** olarak adlandırılır.

Gerilme ile orantılı olarak oluşan şekil değişimine elastik şekil değişimi adı verilir. Çekme deneyinde lineer elastik bölgenin yani gerilme ile birim şekil değişiminin doğrusal olan kısmın eğimi **elastiklik modülü E**'ye karşılık gelir.

Elastiklik modülü, rijitlik yani bir malzemenin elastik şekil değişimine karşı gösterdiği direnç olarak düşünülebilir. Elastiklik modülünün yüksek olması bir malzemenin rijit yani uygulanan kuvvet sonrası elastik birim şekil değişiminin küçük olacağı anlamına gelir. Bu değer Elastik sehim hesaplamalarında önemli bir tasarım parametresidir. Elastik şekil değişimi kalıcı olmayıp uygulanan yük kaldırıldığında parçanın ilk orijinal şekline geri döneceği anlamına gelir.

Elastisite modülü malzemeye ait karakteristik bir özelliktir.

**Akma dayanımı ( $\sigma_{AD}$ ):** Yapıların ve malzemelerin birçoğu gerilme altında sadece elastik şekil değiştirecek şekilde tasarlanır. Plastik deforme olan (kalıcı şekil değiştiren) bir parça kendinden beklenen görevi yerine getiremez. Bu nedenle plastik deformasyonun başladığı gerilmenin, yani akmanın hangi noktada sonlandığının bilinmesi gerekir. Elastik-plastik geçişin belirgin olmadığı geçişin aşamalı olarak gerçekleştiği malzemelerde, eğrinin lineerlikten ilk ayrıldığı yer akma noktası alınabilir. Orantı sınırı olarak da adlandırılan bu değer mikro ölçekte plastik deformasyonun başladığını gösterir:

$$\sigma_{AD} = \frac{F_{Akma}}{A_0}$$

**Çekme dayanımı ( $\sigma_{CD}$ ):** Bir malzemenin kopuncaya veya kırılıncaya kadar dayanabileceği en yüksek gerilme değeri çekme gerilmesi olarak tanımlanır. Bu gerilme, çekme diyagramındaki en yüksek gerilme değeri olup, aşağıdaki formül ile bulunur:

$$\sigma_{CD} = \frac{F_{Maksimum}}{A_0}$$

**Kopma Gerilmesi ( $\sigma_K$ ):** Numunenin koptuğu andaki gerilme değeridir. Şu formülle hesaplanır:

$$\sigma_K = \frac{F_{Kopma}}{A_0}$$

**% Uzama:** Çekme numunesinin boyunda meydana gelen en yüksek yüzde plastik uzama oranı olarak tanımlanır. Çekme deneyine tabi tutulan numunenin kopan kısımlarının bir araya getirilmesi ile son boy ölçülür ve boyda meydana gelen uzama:

$$\Delta l = l_k - l_0$$

bağıntısı ile bulunur. Burada  $l_0$  numunenin ilk ölçü uzunluğunu,  $l_k$  ise numunenin kopma anındaki boyunu gösterir. Kopma uzaması ise aşağıdaki formül ile hesaplanır;

$$\% KU = \frac{\Delta l}{l_0} \cdot 100$$

Bu değer malzemenin sünekliğini gösterir.

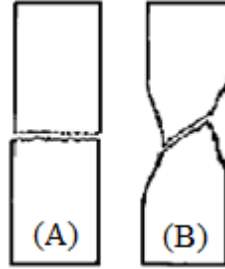
**% Kesit Daralması:** Çekme numunesinin kesit alanında meydana gelen en büyük yüzde daralma veya büzülme oranı olup;

$$\% KD = \left( \frac{A_0 - A_K}{A_0} \right) \cdot 100$$

bağıntısı ile hesaplanır. Burada  $A_0$  deney numunesinin ilk kesit alanını,  $A_k$  ise kırılma anındaki kesit alanını veya kırılma yüzeyinin alanını gösterir.  $A_k$ 'nın hesaplanması hacim sabitliği kullanılarak da yapılabilir.

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

Kesit daralması, kopma uzaması gibi süneklığın bir göstergesidir. Sünek malzemelerde belirgin bir büzülme veya boyun verme meydana gelirken, gevrek malzemeler büzülme göstermezler. Şekil 4'te gevrek ve sünek malzemelerin kırılma davranışları şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 4. Gevrek (A) ve sünek (B) malzeme kırılma şekli

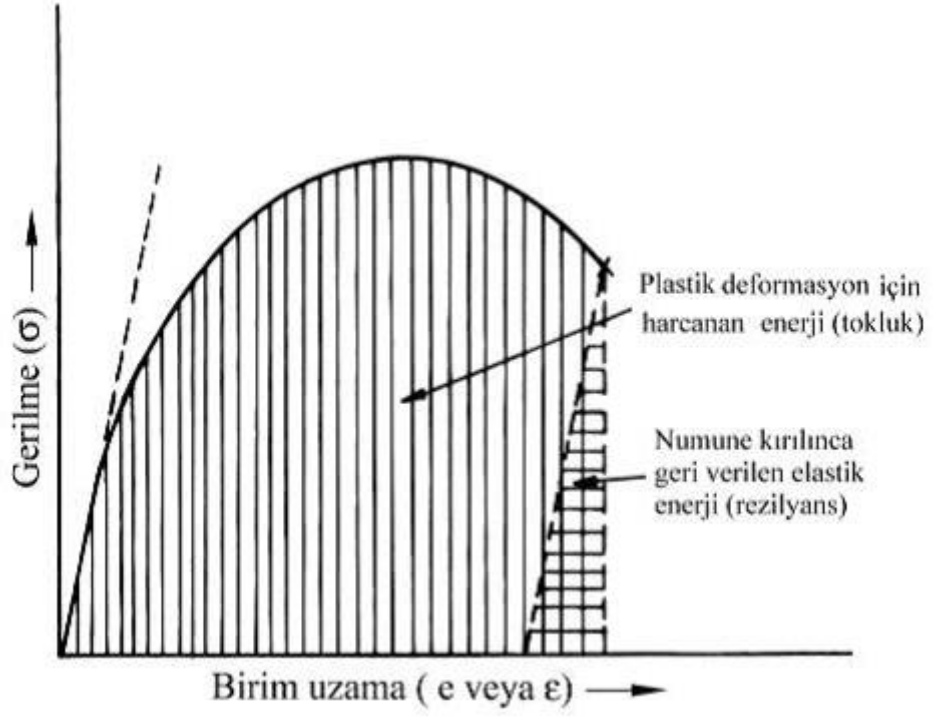
**Rezilyans:** Malzemenin yalnız elastik şekil değiştirmesi için harcanan enerji veya elastik olarak şekil değiştirdiğinde absorbe ettiği enerjiyi, şekil değişimini yapan kuvvetin kaldırılması ile geri vermesi özelliğine rezilyans denir. Bu enerji, gerilme – birim uzama eğrisinin elastik kısmının altında kalan alan ile belirlenir ve numune kırılınca geri verilir:

$$\text{Rezilyans} = \frac{\sigma_{el} \cdot \varepsilon_{el}}{2}$$

**Tokluk:** Malzemenin birim hacmi başına düşen plastik şekil değiştirme enerjisi olarak tanımlanır ve malzemenin kırılincaya kadar enerji depolama veya soğurma yeteneğini gösterir. Tokluk, genellikle  $\sigma - \varepsilon$  eğrisinin altında kalan alanın hesaplanması ile bulunur:

$$\left( \int_0^{\varepsilon_k} \sigma \cdot d\varepsilon \right)$$

Bu formüldeki  $\varepsilon_k$  malzemede kırılincaya kadar meydana gelen en yüksek veya toplam birim şekil değiştirme miktarı ve  $\sigma$  ise çekme mukavemetidir. Tokluğun gerilme – birim uzama (gerinim) eğrisi yardımıyla belirlenişi Şekil 5'te gösterilmiştir:



Şekil 5. Gerilme-birim uzama (gerinim) eğrisi yardımıyla şekil değiştirme enerjilerinin (rezilyans ve tokluk) belirlenmesi

## 2.1 Darbe Deneyi

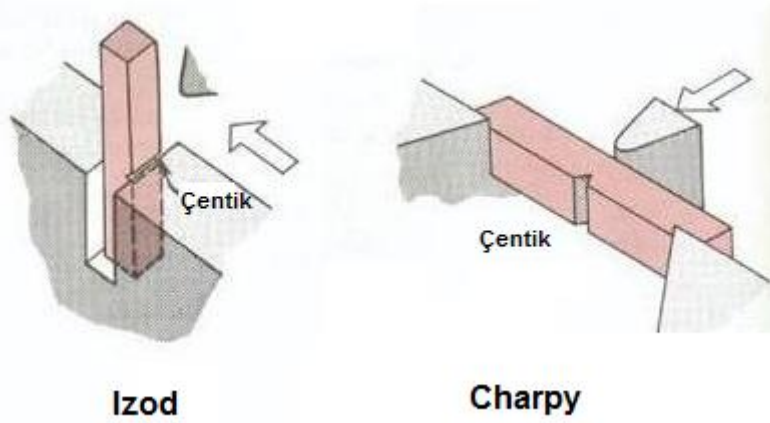
### 2.1. Deneyin Amacı

Kompozit malzemelerde darbe deneyinin amacı, malzemenin dinamik zorlamalara karşı göstereceği dayanımı belirlemektir. Malzemenin darbe deneyi sırasında kırılırken harcanan enerji miktarı ölçülerek numunenin darbe dayanımı hesaplanır.

### 2.2. Teorik Bilgiler

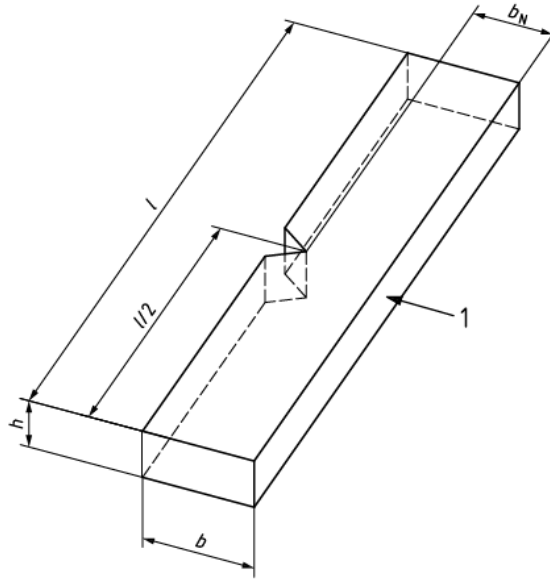
Darbe deneyleri genellikle iki çeşit olarak uygulanmaktadır.

- Charpy Darbe Deneyi:** Yatay ve basit kiriş halinde iki mesnede yaslanan numunenin çentik tabanına, bir sarkacın ucundaki çekiçle darbe yükü uygulanması ve çentik tabanında meydana gelen çok eksenli gerilmeler etkisi ile numunenin kırılması için harcanan enerjinin tayin işlemidir.
- Izod Darbe Deneyi:** Dikey ve konsol kiriş halinde bir kavrama çenesinden belirli yükseklikte bir sarkacın ucundaki çekiçle darbe yapılması ve çentik tabanında meydana gelen çok eksenli gerilmeler etkisi ile numunenin kırılması için sarf edilen enerjiyi tayin eder.



Şekil 1. Izod ve Charpy deney düzenekleri

Charpy deneyinde özellikle sünekliği fazla ve yüksek darbe direnci gösteren numunelerde belirli ölçülerde çentik açılmalıdır. Bu çentikler, deney standardına göre Şekil 2’de gösterildiği gibi V çentiği şeklinde açılır. Ancak sert ve kırılğan (gevrek) malzemelerin darbe numunelerinde çentik açılmaz. Açılan bu çentikler aslında sünek malzemelerde kırılmanın tek bir doğrultu üzerinden olmasını sağlamak ve darbe deneyi sonunda kırık kesit alanını daha kolay hesaplamak amacıyla yapılmaktadır.



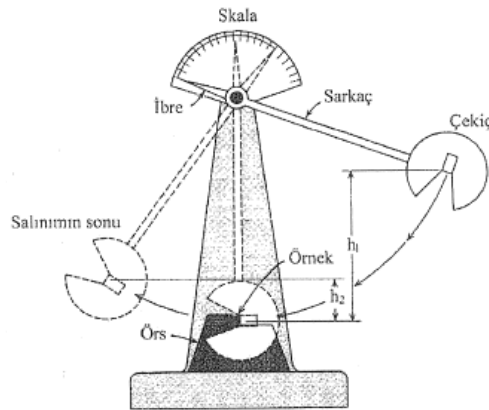
Şekil 2. Darbe deneyi standardına uygun bir Charpy numunesinin şematik görünümü

Şekil 2’de görülen;  $l$  numune boyunu,  $b$  numune genişliğini,  $h$  numunenin kalınlığını,  $b_N$  numunenin çentiksiz kısmının genişliğini,  $l$  ise sarkacın uygulayacağı darbenin yönünü göstermektedir.

### 2.3. Deneyin Prensipleri

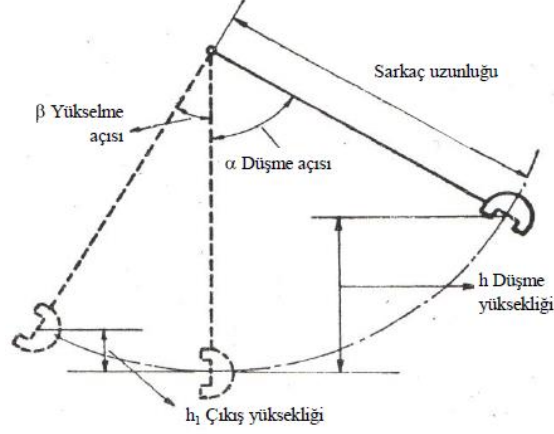
Darbe deneyinde, numunenin dinamik bir zorlama altında kırılması için gereken enerji miktarı tayin edilir. Bulunan değer, malzemenin Joule biriminden absorbe ettiği enerji olarak tanımlanır. Bu değer, kırık kesit alanına bölünürse darbe dayanımı elde edilir.

Bu deneylerde, Şekil 3’de şematik olarak gösterilen sarkaç tipi cihazlardan faydalanılır. Kütle  $m$  olan sarkaç,  $h$  yüksekliğine çıkarıldığında potansiyel enerjisi ( $m \times g \times h$ ) mertebesindedir. Sarkaç bu yükseklikten serbest bırakıldığında, düşey bir düzlem içinde hareket ederek numuneyi kırar ve aksi istikamette  $h_1$  yüksekliğine kadar çıkar. Böylece, numunenin kırılmasından sonra sarkaçta kalan potansiyel enerji ( $m \times g \times h_1$ ) mertebesinde demektir.



Şekil 3. Charpy darbe cihazının şematik görünümü

Sarkacın, numune ile temas haline geldiği andaki potansiyel enerji ile numune kırıldıktan sonra sarkaçta kalan potansiyel enerji farkı, o numunenin kırılması için gereken enerjiyi başka bir ifadeyle, malzemenin absorbe ettiği enerji değerini verir.



Şekil 4. Darbe deneyi cihazının çalışma prensibinin şematik görünümü

Burada darbe enerjisi  $E_i$  aşağıdaki eşitlik yardımıyla hesaplanabilir:

$$E_i = m \cdot g \cdot (h - h_1) - E_f = m \cdot g \cdot L (\cos\beta - \cos\alpha) - E_f$$

Bu eşitlikte:

$m$  : Sarkacın kütlesi (kg)

$g$  : Yer çekimi ivmesi ( $m/s^2$ )

$h$  : Sarkacın ilk yüksekliği (m)

$h_1$  : Sarkacın son yüksekliği (m)

$E_f$  : Sürtünmeden dolayı kaybolan enerji (Joule)

$L$  : Sarkacın boyu (m)

#### 2.4. Darbe Dayanımının Hesaplanması

BS EN ISO 179-1 standardına göre kompozit numunenin darbe dayanımı aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanır:

$$\sigma_{cN} = \frac{W_c}{A_{CS}}$$

Bu eşitlikte ise:

$W_c$  : Numunenin darbe deneyi sırasında absorbe ettiği enerji (Joule)

$A_{CS}$  : Kırık kesit alanı ( $mm^2$ )

Ayrıca deney standardına göre hesaplanacak dayanımın ( $\sigma_{cN}$ ) birimi kJoule/ $m^2$  olmalıdır.

### 3. Yoğunluk Testi

#### 3.1. Deneyin Amacı

Deneyin amacı, hacmi bilinmeyen bir polimer veya polimer (plastik) matrisli kompozit malzemelerin yoğunluğunu daldırma yöntemiyle belirlemektir.

#### 3.2. Teorik Bilgiler

Yoğunluk, bir malzemenin birim hacmindeki kütle miktarını ifade eder ve malzemenin özellikleri hakkında önemli bilgiler verir. Formülü ise:

$$\rho = \frac{m}{V}$$



olarak hesaplanır. Burada  $\rho$ , yoğunluk ( $\text{g/cm}^3$ ); m, kütle (g); V ise hacimdir ( $\text{cm}^3$ ).

Malzemelerin hacimleri içerisinde boşluk ve safsızlık içermesinden dolayı teorik yoğunluk değerlerini elde etmek çok zordur. Yapı içerisindeki kusurlar, homojensizlikler, empirüte, porozite ve malzemenin saflığı teorik yoğunluğun aynısını elde etmeyi kısıtlamaktadır. Örneğin boşluklar yapı içerisinde kapalı kaldıkları için bunlara kapalı porozite denirken, yüzeyde görünen ve girinti çıkıntı şeklindeki boşluklar da görünür porozite (açık ve yarı açık porozitelerin tamamı) olarak isimlendirilmektedir. Bu nedenle yoğunluk hesaplamaları görünen yoğunluğa göre yapılır. Eğer malzeme su emebilen bir malzeme ise malzemede var olan porozite hesaplanabilir, fakat belirtildiği gibi safsızlık ve empirüte miktarları da tam olarak bilinmediğinden aslında net bir porozite miktarı elde etmek mümkün olmamaktadır. Bu nedenle görünür yoğunluk yani malzemenin mevcut hacmi ve kütlesi kullanılarak yoğunluk ölçümleri yapılmaktadır.

Arşimet prensibine göre, kaldırma kuvveti sayesinde, yoğunluğu bilinen bir sıvıda askıda kalan cismin ağırlığından hacmine geçiş yapılarak cismin yoğunluğu hesaplanabilmektedir. Yani yer değiştiren sıvı kütlesi o cismin hacmine eşittir.

Deneyde bir saf polimer, iki tane de kompozit numune olmak üzere toplam 3 adet numune kullanılacaktır. Bu numuneler katı halde oldukları için de deney standardı olarak BS EN ISO 1183-1 kullanılacaktır. Tüm numuneler, deneyde kullanılacak daldırma sıvısı ve yoğunluk kiti söz konusu standarda uygun olarak seçilmiş ve hazırlanmıştır.

### 3.3. Deney Numunelerinin Hazırlanması

- Numuneler daldırma kabına uygun şekilde sığacak boyutta kesilmelidir.
- Her bir numune mümkünse 1 gramdan küçük olmayacak şekilde hazırlanmalıdır.
- Numuneler karakteristik özelliğini kaybetmeyecek şekilde uygun bir cihazla kesilmelidir.
- Hazırlanan numunelerde hava kabarcığı olmasına sebep verecek açık poroziteler bulunmamalıdır. Eğer varsa, bunların daldırma sıvısı ile tamamen dolması gerekir.
- Daldırma sıvısı içerisine bırakılan numune şeklinden dolayı sıvı içerisinde hava kabarcığı oluşursa uygun bir aparat ile hava kabarcığının giderilmesi gerekmektedir.
- Numune üretim yerinden alınmışsa üretim saatinden en az 2 saat sonra deneye tabi tutulmalıdır. Yani numune üzerinde herhangi bir ıslaklık olmamalı, tamamen kuru olmalıdır.

### 3.4. Deneyde Kullanılacak Cihaz, Alet ve Sarf Malzemeleri

- Hassas terazi
- Yoğunluk kiti
- Uygun yoğunluğa sahip bir daldırma sıvısı

### 3.5. Deney Sırasında Dikkat Edilmesi Gereken Hususlar

Deney numunesinin içine daldırıldığı ve deney süresince temas halinde olduğu sıvı veya çözelti numuneyi etkilememelidir.

### 3.6. Deneyin Yapılışı

- Hazırlanmış olan numunelerin 1 gramdan az olup olmadığı tek tek tartılarak doğrulanır. Numune ağırlıkları Deney Kayıt Formuna kaydedilir.
- Ortam sıcaklığı ve nem oranı ölçülerek Deney Kayıt Formuna kaydedilir.
- Daldırma sıvısının yoğunluğunun tayini, deneyin gerçekleştirildiği nun tayini yapılmaz, her yapılacak test serisinin başında daldırma sıvısı şişeden yeni sıvı aktararak kullanılır ve daldırma sıvısı yoğunluğu olarak şişe üzerindeki yoğunluk esas alınır, Deney Kayıt Formuna kaydedilir. ( $\rho_{IL}$ ) (TS EN ISO 1183-1 Madde 5.1.2)
- Tartımı yapılacak numune hassas terazi kefesinin yaklaşık olarak ortasına konulmalıdır.
- Tartım işlemi yapılıyor iken terazinin kapakları her bölgede kapalı olmalıdır.

- Hazırlanmış olan numune hassas terazide tartılarak sonucu Deney Kayıt Formuna kaydedilir. ( $m_{S,A}$ )
- Daldırma kabı daldırma sıvısıyla doldurularak terazinin içine yerleştirilir. Terazi ağırlık değeri sıfırlanır.
- Hassas terazide tartılan numune terazi içindeki daldırma sıvısına atılarak ağırlık ölçümü yapılır. Numune daldırma sıvısının içinde iken hava kabarcığının olup olmadığı kontrol edilir varsa bir tel yardımı ile kabarcıkların giderilmesi sağlanır. Terazi göstergesinde değişen ağırlık sabit kalana kadar beklenir ve sonuç Deney Kayıt Formuna kaydedilir. ( $m_{S,IL}$ )
- Ölçülen bütün ağırlıklar 0,1 mg doğrulukta yapılır.



Şekil 1. BS EN ISO 1183-1 Standardına göre bir deney numunesinin yoğunluk ölçümü

Yukarıda verilen şematik şekilde bir deney numunesinin yoğunluk ölçümü görülmektedir. Bu yöntemde soldan sağa doğru sırasıyla ilk olarak numunenin havadaki, daha sonra ise daldırma sıvısı içerisindeki ağırlıkları ölçülerek kaydedilir. En son olarak da bu değerler kullanılarak yoğunluk hesabı yapılır.

### 3.7. Yoğunluğun Hesaplanması

BS EN ISO 1183-1 Standardına göre yoğunluk aşağıda verilen formüle göre hesaplanır:

$$\rho_S = \frac{m_{S,A} \cdot \rho_{IL}}{m_{S,A} - m_{S,IL}}$$

Burada,

$m_{S,A}$  : Numunenin havadaki ağırlığı (g)

$m_{S,IL}$  : Numunenin daldırma sıvısı içerisindeki ağırlığı (g)

$\rho_{IL}$  : Daldırma sıvısının yoğunluğu ( $g/cm^3$ )

$\rho_S$  : Numunenin yoğunluğu ( $g/cm^3$ )

## 4. Kalsinasyon (Kül) Testi

### 4.1. Testin Amacı

Bu testin amacı, polimer matrisli kompozit malzemelerin fiber hacim oranlarını belirlemektir.

### 4.2. Teorik Bilgiler

Polimer matrisli kompozitlerde yük taşıyıcı ana bileşen fiberlerdir. Bu nedenle kompozit malzemelerde fiber hacim oranının bilinmesi, mekanik dayanımları hakkında da önemli veriler sağlar. Genel olarak bir kompozit malzemenin fiber hacim oranı ne kadar yüksekse, mekanik dayanımları da (çekme, eğme, darbe gibi) o kadar yüksek olduğu söylenebilir.

### 4.3. Deneyin Yapılışı

Polimer matrisli kompozitlerde fiber hacim oranları BS EN ISO 1172 standardı uyarınca yapılan test ile belirlenir. Bu testin yapılışı sırasıyla:

- Boş bir kroze tartılarak ağırlığı gram cinsinden yazılır. ( $m_1$ )
- Kompozit malzemenin tamamını temsil edecek bir numune bu krozenin içine koyularak yine gram cinsinden tartılır. ( $m_2$ )
- Bu kroze, deney standardına göre 650°C sıcaklığında ve 30 dakika süresince kalsinasyon (kül) fırınında kalsine edilir.
- Kroze yeteri kadar soğuduktan sonra fırından çıkarılır ve içinde kalan fiber ile birlikte gram cinsinden tartılır. ( $m_3$ )

### 4.4. Hesaplama

BS EN ISO 1172 standardına göre cam fiber içeriği kütleli yüzde olarak aşağıda verilen eşitlik yardımıyla hesaplanır:

$$M_{cam} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100$$

Bu eşitlikte:

$m_1$  : Boş krozenin ağırlığı (g)

$m_2$  : Kompozit numune ile birlikte krozenin ağırlığı (g)

$m_3$  : Kalsinasyon işlemi sonrası fiber ile birlikte krozenin ağırlığı (g)

Gerekli görüldüğü takdirde matris ve cam fiber yoğunlukları da hesaba katılarak kompozit malzemenin fiber hacim oranı da hesaplanabilir.

## 5. Raporda İstenenler

1. Çekme Deneyi ile ilgili kısımda, 3 numune için de ayrı ayrı olacak şekilde,
2. Çekme deneyinden elde edilen verilerle (raw data) Gerilme – Gerinim grafiğini çizdiriniz. **(10 Puan)**
3. Elastisite Modülü (E-Modülü), Akma dayanımı ( $\sigma_{AD}$ ), Çekme dayanımı ( $\sigma_{CD}$ ) ve tokluk değerlerini hesaplayınız. **(20 Puan)**
4. 3 numune için elde ettiğiniz sonuçları yorumlayarak değerlendiriniz. **(10 Puan)**
5. Darbe deneyi ile ilgili tüm numuneler ile ilgili bilgileri vererek darbe dayanımlarını hesaplayınız ve bu dayanım değerlerini kıyaslayarak sonuçları yorumlayınız. **(20 Puan)**
6. Yoğunluk deneyinin yapılışını her adımı eksiksiz olacak şekilde yazınız. Her numunenin yoğunluk değerini hesaplayarak sonuçları yorumlayınız. **(15 Puan)**
7. Kalsinasyon ve yoğunluk deneyleri sonunda elde ettiğiniz verilerle iki kompozit numunenin fiber hacim oranı, porozite (boşluk) oranı değerlerini hesaplayınız. **(20 Puan)**
8. Deneyler sonunda öğrendiklerinizi, elde ettiğiniz kazanımları yazınız. Raporunuzu, standart deney raporu formatında yazıp kullandığınız veya yararlandığınız kaynakları, raporun sonunda “Kaynakça” kısmında yazınız. **(5 Puan)**

## 6. Kaynakça

- [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.

# Deney 9: Mekanik Testler

Arş. Gör. Zekeriya CÖMERT

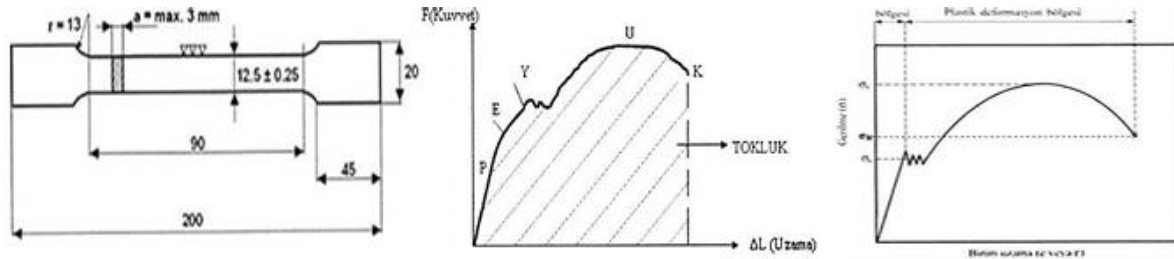
## 1. Çekme Deneyi

### 1.1 Deneyim Amacı

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

### 1.2 Çekme Deneyi Numuneleri ve Teorik Bilgiler

Çekme deneyine tabi tutulacak numuneler, temsil ettiği malzemenin tüm özelliklerini taşımalıdır. Bu nedenle, numunenin alındığı bölgenin, alınıp ve hazırlanış şeklinin büyük önemi vardır. Numune hazırlanırken, temsil ettiği malzeme özelliklerinde herhangi bir değişiklik oluşmamasına dikkat edilmelidir. Üretim sırasında aşın sıcaklık oluşumu önlenmeli, ayrıca deformasyondan kaynaklanan etkilerde elimine edilmelidir. Çekme deneyine tabi tutulacak numunenin şekil ve boyutları standartlarda belirtilmiştir. Bu nedenle deney sonuçlarının güvenilirliği ve karşılaştırılabilir olması açısından deneyler standartlara göre hazırlanmış numuneler ile yapılmalıdır. Alınacak malzemeye göre çekme numunesinin kesiti, dairesel, kare, dikdörtgen ve halka şeklinde ve hatta bazı durumlarda özel profil şeklinde olabilir. Türk standartları, TS EN ISO 6892-1’de çekme numunelerini şekil ve boyutlarına göre standartlaştırmıştır.



Şekil 1. Dikdörtgen kesitli metal malzemeler için çekme numunesi ölçüleri, gerilme-gerinim diyagramı ve Düşük karbonlu yumuşak bir çeliğin çekme diyagramı.

Çekme cihazı esas olarak; birbirine göre aşağı ve yukarı hareket edebilen, deney parçasının bağlandığı iki çene ve bunlara hareket veya kuvvet veren, bu iki büyüklüğü ölçen ünitelerden oluşur. Çenelerden birisi sabit hızda hareket ettirilerek deney parçasına değişken miktarlarda çekme kuvveti uygulanır ve bu kuvvete karşılık gelen uzama kaydedilir. Küçük kuvvet seviyelerinde uzama miktarı kuvvet ile doğru orantılıdır. Malzeme elastik davranış içindedir; yani kuvvet kaldırılınca uzama sıfırlanır. Bu karakter P noktasına kadar devam eder. Orantı limiti P den sonra lineer fonksiyon eğimini değiştirir. Ancak elastik davranış devam eder. Elastik davranış E “Elastik Limiti” noktasında sona erer. E den sonra kalıcı; yani fazla kuvvet alabilir hale gelir plastik deformasyonlar başlar. Kuvvet azaltıldığında lineer fonksiyona paralel bir yol izler. Ancak kuvvetin sıfır olduğu yerde deformasyon artık sıfır olmaz, belirli bir plastik deformasyon kalır. Malzeme yüklenmeye devam edilirse Y noktasında akar. Akma noktasında kuvvet aynı iken büyük miktarda plastik deformasyon oluşur. Akan malzeme “çalışma sertleşmesi” ne uğrar ve daha mukavim hale gelir. Bu malzeme üzerindeki kuvvet daha da artırılarak U noktasına ulaşılır. U noktası “maksimum gerilme” noktası olup, burada malzeme kesitinde lokal daralmalar başlar. Buna malzemenin “boyun vermesi” denir. Boyun verme de malzemenin çalışma sertleşmesine uğramasına sebep olur ve malzeme daha fazla gerilimler alabilir; ancak boyun bölgesinde kesit alanı daraldığından

taşıdığı net kuvvet azalır. Numune genellikle kontrolsüz bir şekilde K noktasına ilerler ve orada kopar. Kuvvet-uzama eğrisinin altında kalan alan o numuneyi bozunuma uğratmak için gereken enerjiyi eşit olup; tokluk adı verilir. Kuvvet-uzama eğrisi daha sonra yeniden ölçeklendirilir. Uzamalar malzemenin ilk uzunluğuna bölünerek “birim-uzama” ya çevrilir. Aynı şekilde kuvvet numunenin ilk kesit alanına bölünerek “gerilim” hesaplanır ve dikey eksen tekrar ölçeklendirilir.

### **Tanımlamalar**

Gerilme ( $\sigma$ ): Birim alana etkiyen yük anlamına gelir ve aşağıdaki formülle hesaplanır.

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

Birim Şekil Değiştirme ( $\epsilon$ ): Malzemeye kuvvet uygulandığı zaman oluşan boy değişiminin kuvvet uygulanmadan önceki ilk boy oranı.

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

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

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

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

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

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

Çekme Dayanımı ( $\sigma_{\text{ç}}$ ): Bir malzemenin kopuncaya veya kırılıncaya kadar dayanabileceği en yüksek çekme gerilmesi olarak tanımlanır. Bu gerilme, çekme diyagramındaki en yüksek gerilme değeri olup, aşağıdaki formül ile bulunur.

$$\sigma_{\text{ç}} = \frac{F_{\text{max}}}{A_0}$$

Kopma Gerilmesi ( $\sigma_K$ ): Numunenin koptuğu andaki gerilme değeridir.

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

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

$$\Delta L = L_k - L_0$$

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

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

Bağıntısı yardımıyla belirlenir. Bu değer malzemenin sünekliliğini gösterir. Yüzde Kesit Daralması (KD): Çekme numunesinin kesit alanında meydana gelen en büyük yüzde daralma veya büzülme oranı olup;

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

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

$$V_0 = V_K \quad A_0 \cdot L_0 = A_K \cdot L_K \quad A_K = A_0 (L_0 / L_K)$$

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



Şekil 2. (a) Gevrek malzemenin kırılma şekli (b) sünek malzemenin kırılma şekli.

### 1.3. Deneyin Yapılışı

Çekme deneyi için önce test edilecek malzemeden standartlara uygun bir çekme numunesi hazırlanır (Şekil 2). Bu numune üzerine işaretler konur. Çekme deney makinesinin çeneleri arasına düzgün ve ortalayacak bir şekilde sıkıştırılan bu numune gittikçe artan bir yük ile kopuncaya kadar çekilir. Bu sırada uygulanan  $F$  yükü ile buna karşı malzemenin gösterdiği uzamalar ( $\Delta L$ ) cihaz ve video ekstensometre ile ölçülür. Deney sonucu elde edilen yük ( $F$ ) ve uzama ( $\Delta L$ ) değerlerinden yararlanarak ( $F - \Delta L$ ) diyagramı elde edilir. Bu diyagrama çekme diyagramı da denir.

### 1.4 Deney Raporunda Bulunması Gereken Bilgiler

- Kuvvet ve video ekstensometreden alınan uzama verileri kullanılarak her ikisi için ayrı ayrı gerilme-şekil değiştirme diyagramının elde edilmesi.
- Gerilme-şekil değiştirme diyagramlarından elastisite modüllerinin hesaplanması.
- Gerilme-şekil değiştirme diyagramlarından akma gerilmesi, çekme dayanımı ve kopma gerilmelerinin hesaplanması.
- Yüzde kopma uzaması ve yüzde kesit daralmalarının hesaplanması.

## 2. Sertlik Deneyi

### 2.1. Deneyin Amacı

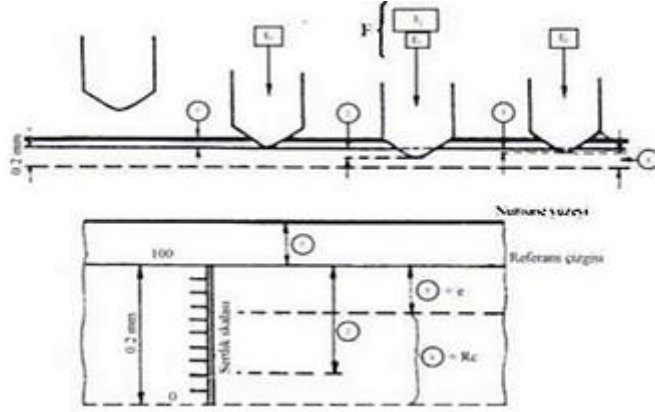
Malzemelerin sertliğinin ölçülmesi ve mukavemetleri hakkında bilgi edinilmesi.

### 2.2. Teorik Bilgiler

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

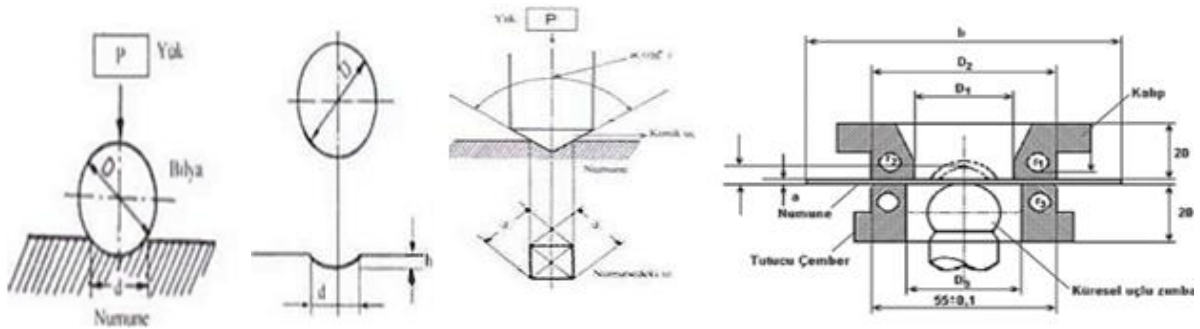
**Rockwell Sertlik:** Rockwell sertlik deney prensibi Şekil 3 ve 4' de verilmiştir. Rockwell sertlik deneyi yapılırken numune üzerine önce 10 kg'lık bir ön yük ( $F_0$ ) uygulanır. Bu ön yük numune ile uç arasındaki kesin teması sağlamak ve ölçü düzenindeki boşlukları gidermek amacıyla uygulanır.  $F_0$  ön yükünün uygulanmasıyla  $t_0$  derinliğine erişilir. Bu konum sertlik skalası için referans düzlemi olarak alınır. Ön yükün uygulanmasından sonra yukarıda farklı sertlik skalaları için verilen yük miktarlarına varıncaya

kadar bir ana yük (Fana), yaklaşık 10 saniye süreyle numune üzerine uygulanır. Ana yük değerleri Rockwell B deneyi için 90 kg, Rockwell C deneyi için ise 140 kg'dır. Fön kuvvetinden en az dört kat büyük olması gereken Fana deney yükünün numune üzerine uygulanmasından ve kaldırılmasından sonra, referans düzleminden itibaren kalıcı bir tb batma derinliği elde edilir. Söz konusu işlemlerin gerçekleştirildiği Rockwell cihazında, ölçülen kalıcı tb batma derinliği yerine, sertlik değeri göstergeden doğrudan okunur.



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

**Brinell Sertlik:** Şekil 4'te gösterildiği gibi belirli bir yükün (F), belirli bir çaptaki (D) sert malzemeden yapılmış bir bilya yardımıyla malzemenin yüzeyine belirli bir süre uygulanması sonucu yüzeyde kalıcı bir iz meydana getirilir.



Şekil 4 Soldan sağa sırasıyla Brinell Sertlik Prensibi, Vickers Sertlik Prensibi, Derin Çekme Cihazı

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

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

**F** = Uygulanan yük (kg), **D** = Bilya çapı (mm), **d** = İz çapı (mm) bağıntısı ile hesaplanır.

**Vickers Sertlik:** Sertliği ölçülecek malzemeye Şekil 5' de gösterildiği gibi piramit elmas uç belirli bir süre ve yükte kalıcı kare tabanlı iz oluşturur. Oluşan simetrik izin köşegen ortalaması belirlenerek aşağıda verilmiş olan bağıntı yardımıyla malzemenin Vickers sertlik değeri hesaplanır.

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

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



### 3. Derin Çekme

#### 3.1. Deneyin Amacı

Metalik sac ve bantların plastik şekil değiştirme yeterliliğini tayin etmek amacı ile yapılan bir deneydir. Deney sonunda “Erichsen çökertme değeri” belirli çapta küresel uçlu bir zımba yardımı ile deney numunesinin çökertilen kısmının yırtılması anında derinliği milimetre olarak ölçülerek değerlendirilir.

#### 3.2. Teorik Bilgiler

Erichsen deney sonuçları, malzemelerinin standardize etmek için kullanılmayıp, daha ziyade her malzemenin kendi standardındaki değerlerle mukayese imkânı veren değerler olarak incelenir (Şekil 6). Erichsen deneyi özellikle pres ile şekil verme, sıvama, derin çekme gibi işlemlerde kullanılan sac ve bantlarda uygulanan bir deneydir. İstampa bilyesinin saca ilk değdiği andan sacın çatladığı ana kadar aldığı yol derinliktir. Bu deney ile malzemenin plastik şekil değiştirme ye yatkınlığı ve oluşan çatlağın makroskopik incelemesi yapılır. Derinlik sac kalınlığına bağlıdır. Sac kalınlığı arttıkça ıstampa bilyesi değiştirilir ve daha fazla sıkıştırma kuvveti uygulanır. Her sac kalitesine ait eğrilerle belirlenmiş derinlik değerleri tespit edilmiştir. Malzemenin içinde bulunabilecek fosfor ve kükürt gibi kalıntılar ayrıca katılma hızı, haddelene şekli, ısıl işlemler biçimlendirilebilirlik özelliğini olumsuz etkiler. Deney, çatlak oluşana kadar veya belirli bir şekil değiştirmesine kadar yapılabilir. Genelde çelik sacın yırtılmaması istenir. En çok otomotiv ve beyaz eşya yapımında kullanılan saclarda uygulanır. Çökeltme tabanında malzemenin tane büyüklüğü görülebilir. Portakal şeklindeki bir yüzey (kenarları yırtık pırtık) kaba taneyi (istenmeyen bir özellik), parlak bir yüzey (dairesele çatlak) ise ince taneyi (uygun olan) belirtir. Elde edilen çıkıntı tabanında yırtılma olmadan çekilebilen en büyük D çapı yardımı ile “sınır çekme oranı” olarak adlandırılan D/d oranı bulunur. Baskı çemberinin basıncı çok büyükse sürtünme kuvvetleri artar ve sac erken yırtılır, tersine çok küçük ise sac basma gerilmelerinin etkisi ile çevrede katlanır ve yine yırtılma olur. Sınır çekme oranının büyüklüğüne göre şekillendirme kabiliyeti değerlendirilir. İstampa çapı ne kadar küçük ise, o kadar kolay çekme çatlama oluşur. Çökertme deney cihazı genel olarak, numuneyi tespit etmek için tutucu bir çember ve kalıp ile numune kalıbın içine doğru zorlayan bilye veya küresel uçlu bir zimbada ibarettir. Deney cihazı numunede kırılmanın başladığı anı kolayca ve doğru olarak tayinine imkân vermektedir. Bu maksatla, numunenin kırılmaya başlaması anında çökertilen kısmın en büyük derinliği ölçmeye imkan veren gösterge mevcuttur. Gösterge çökertilen kısmın derinliğini 0,01 mm aralıklarla ölçebilmektedir. Ayrıca numunenin kırılma kuvveti ile deneye başlamadan önce, numuneyi sıkıştırma kuvvetini ölçmeye yarayan göstergeler de var. Cihaz üzerindeki kalıp, tutucu çember ve küresel uçlu zımba yeterli sağlamlıkta ki malzemelerden üretilmiş olup böylece deney esnasında, sonuçlara etki edebilecek şekilde biçim değişimine uğramaları engellenmiştir.

#### 3.3. Deney Numuneleri

Deneye tabi tutulacak numuneler düzgün ve kıvrımsız olmalıdır. Normal hallerde numuneler en az 3 deney yapmak üzere hazırlanır. Deneyden önce numunenin, düzeltmek amacı ile sıcak veya soğuk işleme tabi tutulmaması gerekir. Numune kenarlarında çapak v.s. gibi hatalar bulunmamalıdır. Deneyde kullanılan numuneler, temsil ettiği sac veya bantların kalınlık ve genişliğine bağlı olarak boyutlandırılır. Bu boyutlandırma çizelgede verilmektedir. TS EN ISO 20482 Metalik malzemeler - Sac ve şeritler - Erichsen çökertme deneyi standardında her çeliğe ait ıstampa çapları belirtilmiştir.

Tablo 1 Numune ve zimba ölçüleri

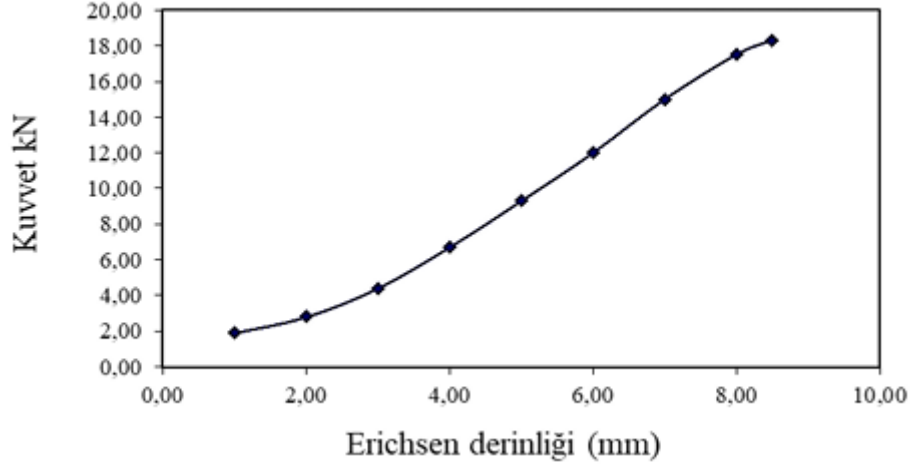
İşareti	Parçanın Adı	Ebatlar	Genişliği 90 mm'den fazla olan sac ve bantlar için		Genişliği 90 mm'den az olan sac ve bantlar için	
			Kalınlık mm		Kalınlık mm	
a	Numune	Numune Kalınlığı	0,2 – 2,0	2 – 3	0,2 – 1,0	1,0 – 2,0
b		Numune Genişliği	90 – 100	90 – 100	30 – 55	55 – 90
L		Num. Uzunluğu Min 3 Çökertme	270	400	270	270
D	Küresel Uçlu Zimba	Küresel Uç Çapı	20 ± 0,05	20 ± 0,05	8 ± 0,02	15 ± 0,02
D <sub>1</sub>	Kalıp	Kalıp Delik Çapı	27 ± 0,05	40 ± 0,05	11 ± 0,02	21 ± 0,02
D <sub>2</sub>		Kalıp Dış Çapı	55 ± 0,1	70 ± 0,1	55 ± 0,1	55 ± 0,1
r <sub>1</sub>		İç Taraf Köşe Yarı Çapı	0,75 ± 0,05	2 ± 0,05	0,75 ± 0,05	0,75 ± 0,05
r <sub>2</sub>		Dış Taraf Köşe Yarı Çapı	0,75 ± 0,05	1 ± 0,05	0,75 ± 0,05	0,75 ± 0,05
h		Delik Derinliği	3 ± 0,1	6 ± 0,1	3 ± 0,1	3 ± 0,1
		Kalıp Kalınlığı Min	20	20	20	20
D <sub>3</sub>	Tutucu Çember	Çember Delik Çapı	33 ± 0,1	33 ± 0,1	33 ± 0,1	33 ± 0,1
		Çember Dış Çapı	55 ± 0,1	55 ± 0,1	55 ± 0,1	55 ± 0,1
r <sub>3</sub>		Dış Taraf Köşe Yarı Çapı	0,75 ± 0,1	1 ± 0,1	0,75 ± 0,1	0,75 ± 0,1
		Tutucu Çember Kalınlığı Min.	20	20	20	20

### 3.4. Deneyin Yapılışı

Numune 0,01 mm duyarlılıkla tespit edilir. Numune ve küresel uçlu zimba %23 – 28 grafit içeren gres ile yağlanır. Kalıp ve tutucu çember arasına 500 –100 kg arası yük ile sıkıştırılır. Numuneyi yerleştirirken çökertme bölgesinin merkezi kenarlardan eşit uzaklıkta olmasına dikkat edilir. İlk önce sac pres yükü ile cihaz içine sıkıştırılır. Çeliğin cinsine ve kalınlığına göre yerleştirilen ıstampanın saca dalma hızı ayarlanır. Sonra yük uygulanmaya başlaması ile bombe oluşmaya başlar. Uygulanan yük dijital ve analog göstergelerden kontrol edilir. Bir süre yükün artmaya devam ettiği ancak sonrasında yük değerinin azaldığı gözlemlenir. Azalma başladığı zaman malzemede yırtılma istenmediği için yük uygulamasına son verilir ve cihaz durdurulur. Dalma miktarı, yükteki azalma ve maksimum yük göstergelerden okunur. Cihazda hem analog hem de dijital aksam bulunmasının nedeni, akım ve voltajın değişkenliği mekanik aksamı etkilememesidir. Aşırı voltaj oynamaları söz konusu olduğunda mekanik aksamı analog göstergelerin daha güvenli olduğu bilinmektedir. Örnek bir deney verileri aşağıda verilmiştir. 8,5 mm ve 18,3 kN değerleri numune çatlama değerleridir.

Tablo 2 St13 Soğuk haddelenmiş çelik sac deney verileri.

Derinlik (mm)	Uygulanan Kuvvet (kN)
1	1,9
2	2,8
3	4,4
4	6,7
5	9,3
6	12
7	15
8	17,5
8,5	18,3



Şekil 7. St13 Sođuk Haddelenmiř Çelik Sac Deney Çökertme eđrisi.

#### 4. Deney Raporunda Bulunması Gereken Bilgiler

Test edilen numunelere ait kuvvet derinlik eđrilerini ölçekli olarak çizip, yorumlayınız.

#### 5. Referanslar

[1] Kayalı, E.S. Ensari, C. Dikeç, F. 1996, Metalik Malzemelerin Mekanik DeneYleri

[2] William F. Smith 2006, "Malzeme Bilimi ve Mühendisliđi" (Çeviren: Nihat G., Kımıkođlu). Kimya Metalurji Fakültesi, Ofset Atölyesi, İstanbul.

[3] TS EN ISO 6892-1 Metalik malzemeler - Çekme deneyi - Bölüm 1: Ortam sıcaklıđında deney yöntemi

[4] TS EN ISO 20482 Metalik malzemeler - Sac ve şeritler - Erichsen çökertme deneyi

[5] TS EN ISO 6506-1 Metalik malzemeler - Brinell sertlik deneyi - Bölüm 1: Deney metodu

[6] TS EN ISO 6507-1 Metalik malzemeler - Vickers sertlik deneyi - Bölüm 1: Deney metodu

[7] TS EN ISO 6508-1 Metalik malzemeler- Rockwell sertlik deneyi- Bölüm 1: Deney metodu

# Deney 10: Jominy Sertleşebilirlik Deneyi

Arş. Gör. Öğr. SAZCI

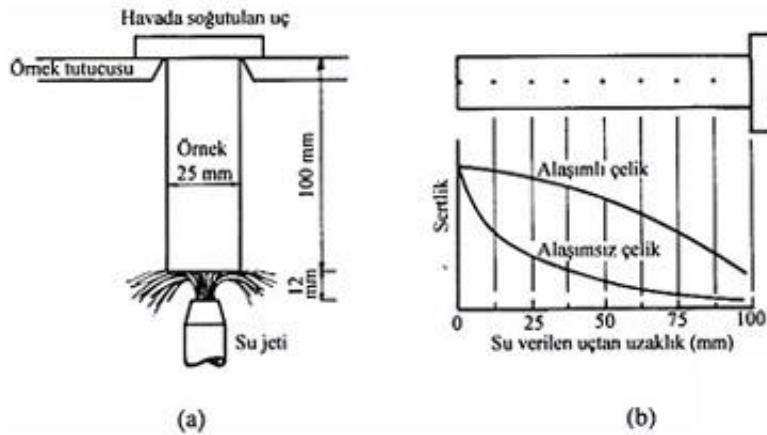
## 1. Deneyin Amacı

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. Teorik Bilgi

### Sertleşebilirlik

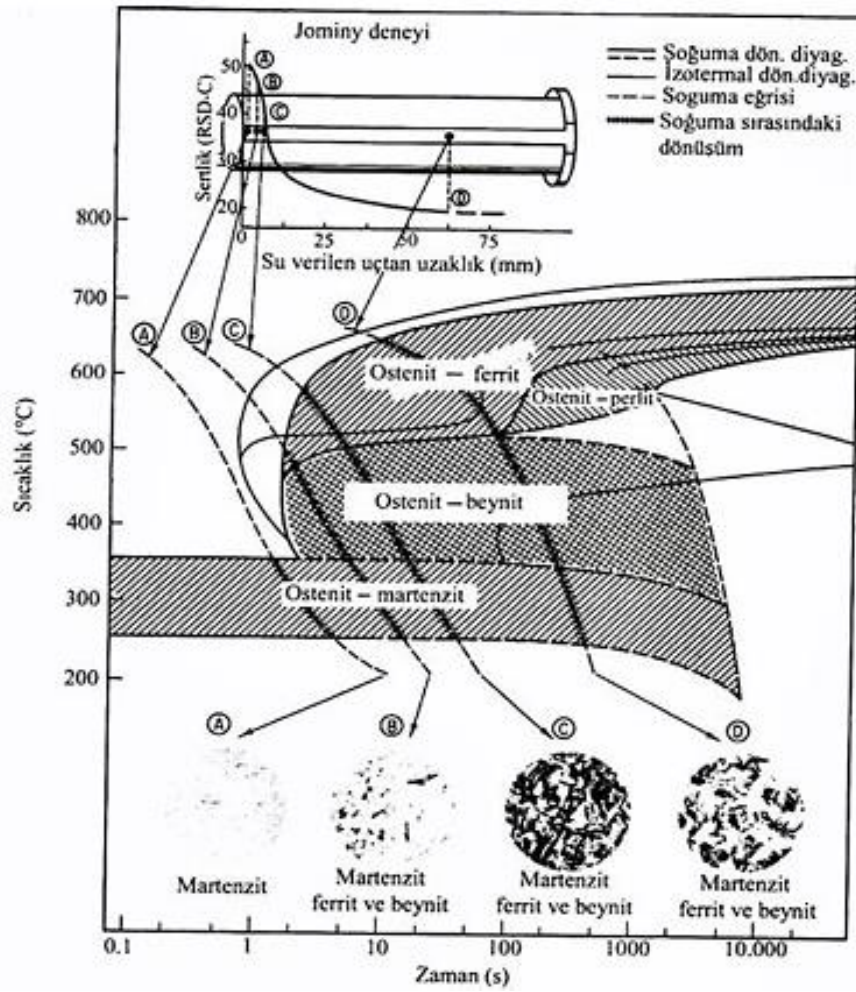
Çelik seçiminde, genel olarak kimyasal bileşim esas alınır. Ancak, bu yöntem çeliğin karbon ve alaşım elementi oranlarının önemli ölçüde değişimine izin verir. Örneğin AISI 4340 (34CrNiMo6) çeliğinin bileşiminde % (0,38-0,43) C, % (0,60-0,80) Mn, % (0,20-0,35) Si, % (1,50-2,00) Ni, % (0,70-1,10) Cr ve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



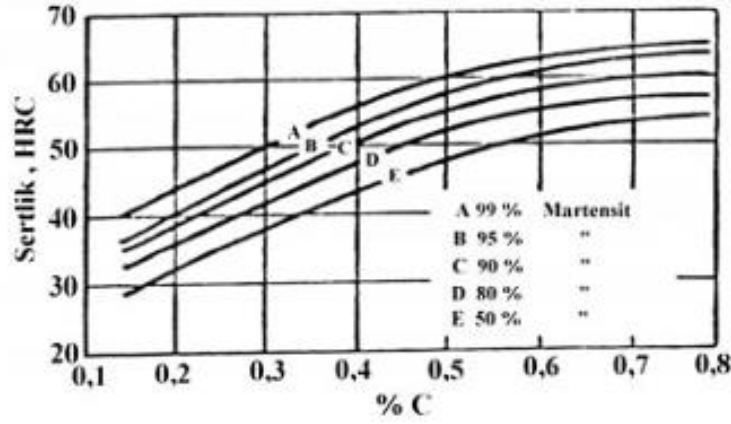
Şekil 1. Jominy deneyi: (a) Deneyin yapılışı, (b) alaşımlı ve alaşımsız çeliklerin sertliklerinin su verilen uçtan mesafeye bağlı olarak değişimini gösteren eğriler.

Jominy numunesi üzerindeki her bir nokta, farklı soğuma hızına sahiptir. Bütün çeliklerin ısıtma özellikleri 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.

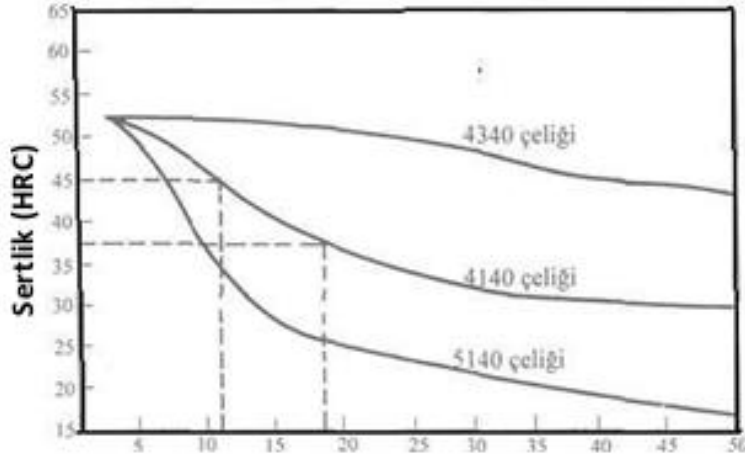


Şekil 2. AISI 8630 çeliği için Jominy deneyinden elde edilen verilerle CCT ve TTT (zaman- sıcaklık- dönüşüm) arasındaki ilişkilerin gösterimi.



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, 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***

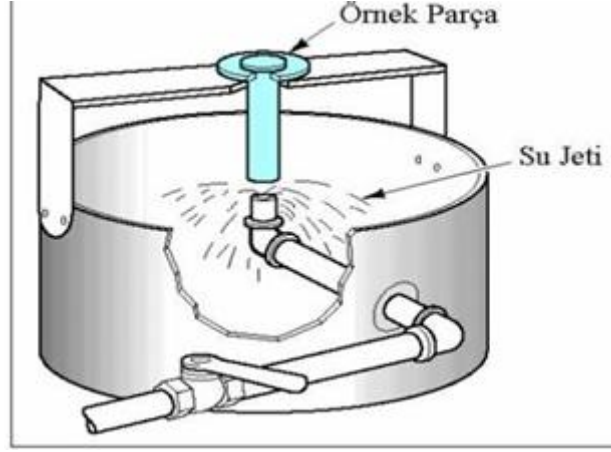
Alaşım elementlerinden sertleşebilirliği en fazla C, B, Cr, Mn, Mo, Si ve Ni etkiler. Karbon, martenzitin sertliğini kontrol eder. Çelikte %0,6'ya kadar C içeriği arttığında çeliğin sertliği artar. Daha yüksek seviyelerdeki karbon içeriği olduğu durumda, östenitten martenzite dönüşüm tamamlanamaz. Bu da yapıda kalıntı östenit bulunmasına sebep olur. Bu durumda yapıda martenzitin yanında ostenit 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 arttırırlar. Östenit tane boyutunun artması ile sertleşebilirlik artar. Ferrit ve perlitin çekirdeklenmesi, östenit tane sınırında heterojen çekirdeklenme ile gerçekleşir. Östenit tane boyutunun artması çekirdeklenme için gereken bölgenin daha az olmasını sağlar ve faz dönüşümü gecikir. Bu yüzden ostenitleme 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. Deneyin Yapılışı**

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 İstenilenler

- 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 alaşımli 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.