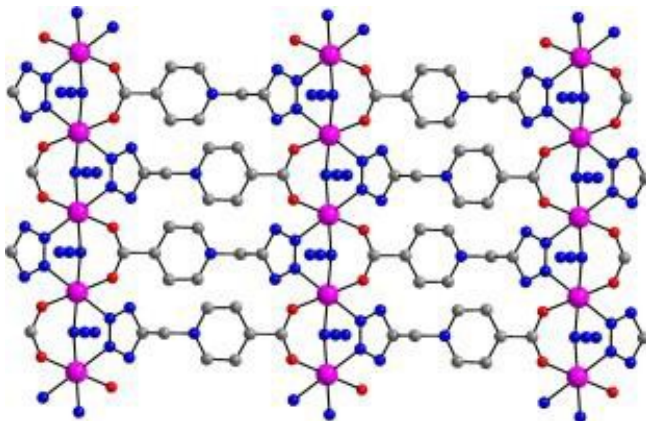
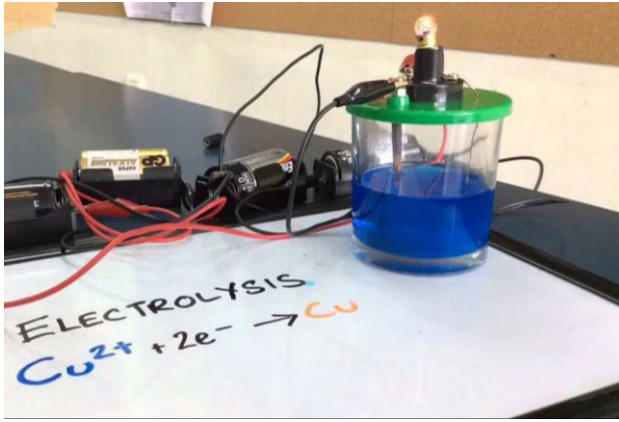




T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
KİMYA METALURJİ FAKÜLTESİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
2020-2021 BAHAR
LABORATUVAR-II
DENEY FÖYÜ



İÇİNDEKİLER

LABORATUVAR GÜVENLİĞİ TALİMATI.....	Hata! Yer işareti tanımlanmamış.
1. METALOGRAFİ.....	3
2. POLİMER.....	19
3. ÖLÇME VE KALİBRASYON	25
4. KUM KALIPLAMA, ERGİTME ve DÖKÜM.....	29
5. SERAMİK HAMMADDE HAZIRLAMA - REOLOJİ.....	37
6. JOMİNY	41
7. İKİLİ FAZ SİSTEMLERİ	47
8. BİYOSERAMİK DOKU İSKELESİ ÜRETİMİ	Hata! Yer işareti tanımlanmamış 63
9. CEVHER HAZIRLAMA	73
10. SOL-JEL.....	82



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
Laboratuvar-II Deney Föyü

LABORATUVAR GÜVENLİĞİ TALİMATI

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



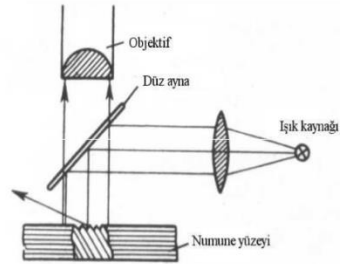
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

1. METALOGRAFİ

İŞIK MİKROSKOBU

1. Giriş

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



Şekil 1. Metal Işık Mikroskobu

Görme Gücü

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

Ayırma Gücü

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

$$\rho = \text{ayırma gücü} \quad \rho = \frac{0.61\lambda}{A} = \frac{0.61\lambda}{n \sin \alpha}$$

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

λ = kullanılan ışığın dalga boyu

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

En ideal şartlarda ışık metal mikroskobunun ayırma gücü $1000 A^\circ$

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Alan Derinliği (Netlik Derinliği)

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

Işık Kaynakları

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

Wolfram Tel Lambalar

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

Xenon Lambaları

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

Optik Kısımlar

Objektifler

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

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

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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

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

M = Toplam büyütme

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

D= izdüşüm uzaklığı

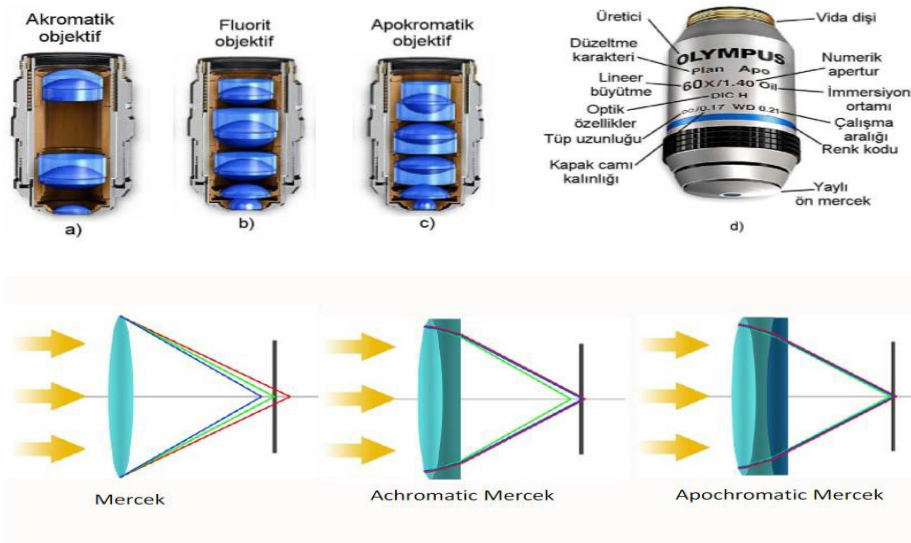
Objektiflerin büyütmesi, oluşturduğu ara görüntünün, görüntüsü oluşan cismin büyüklüğüne oranı olarak verilir. Buda objektifin üzerinde (. . . x) simgesi ile işlenir.

Objektifler üç gruba ayrılır:

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

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

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



Şekil 2. Objektif çeşitleri.

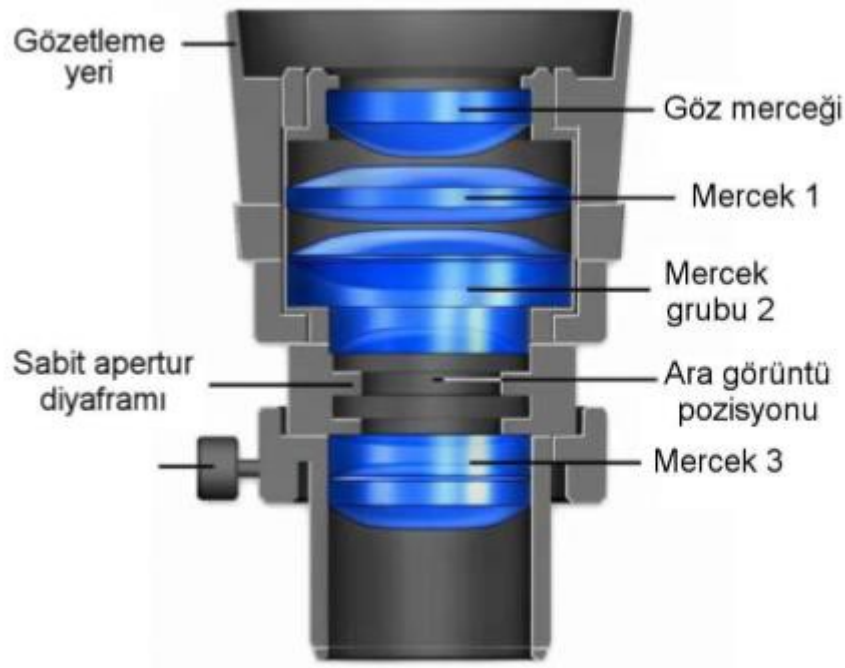


Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Okülerler

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

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

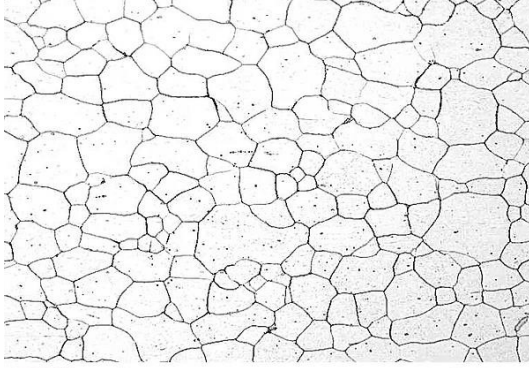


Şekil 3. Oküler



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

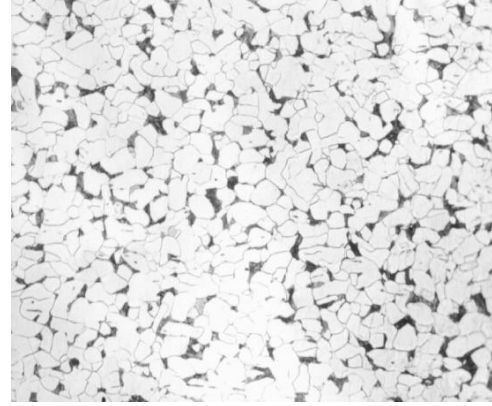
Çelik Mikroyapıları



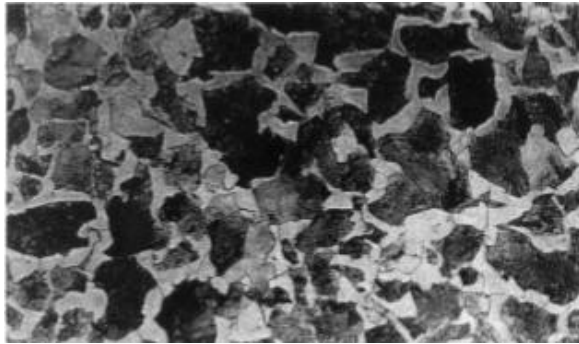
onedio Sosyal İçerik Platformu

<http://onedio.com>

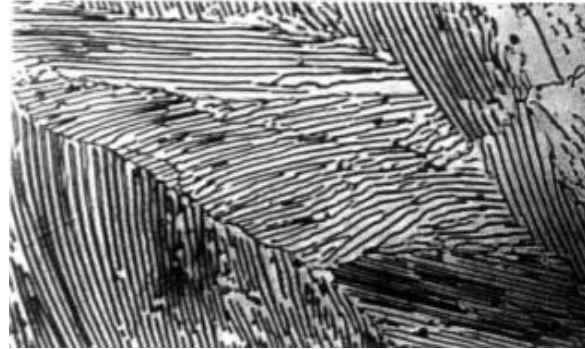
Düşük karbon içeren ferritik yapı



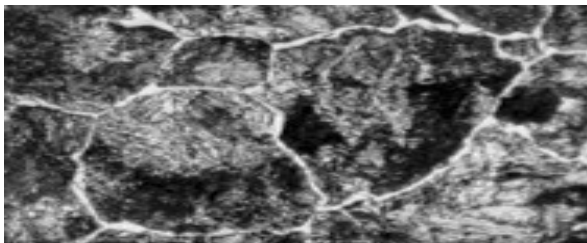
% 0.15 karbon içeren ferritik-perlitik



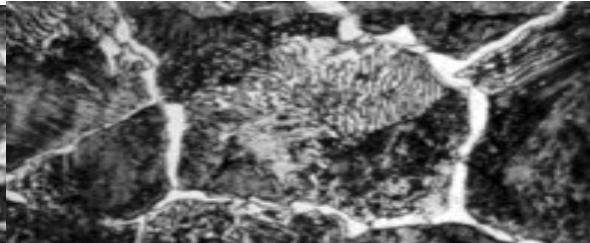
% 0.45 karbon içeren ferritik-perlitik yapı



% 0.8 karbon içeren kaba perlitik yapı



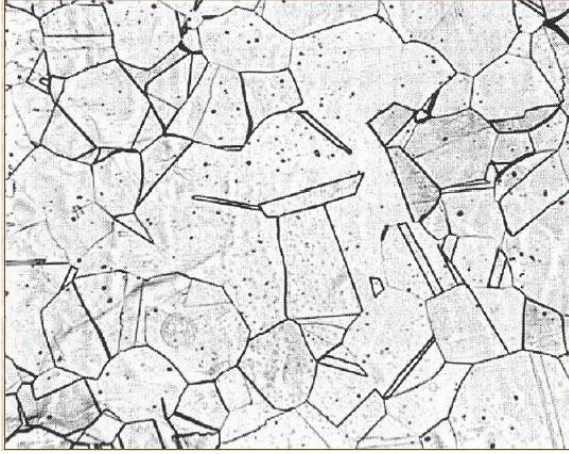
%1.1 karbon içeren perlit-2.sementit



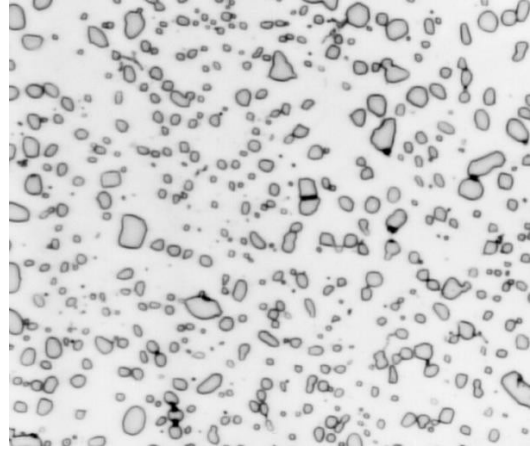
%1.3 karbon içeren perlit-2.sementit



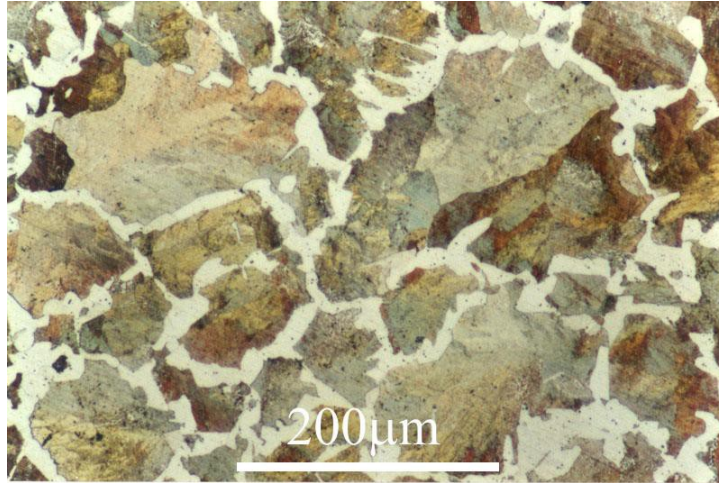
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
Laboratuvar-II Deney Föyü



Östenit



Küreselleşme tavlı uygulanmış çelik



Normalizasyon çelik yapısı

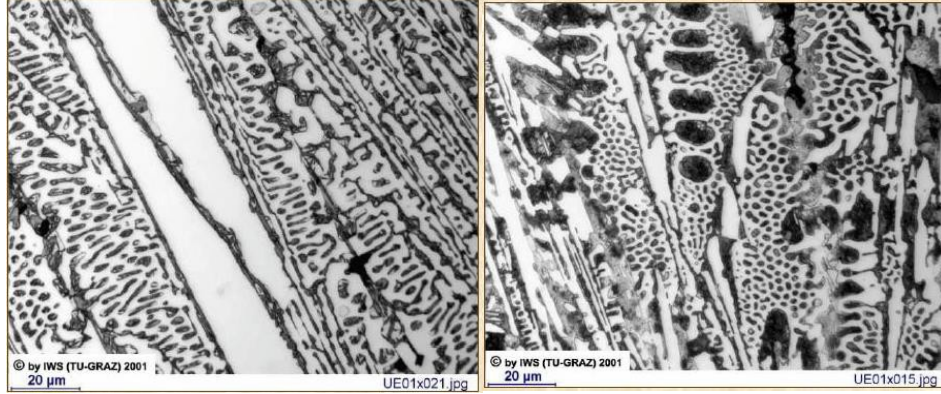


X 700

Martenzit



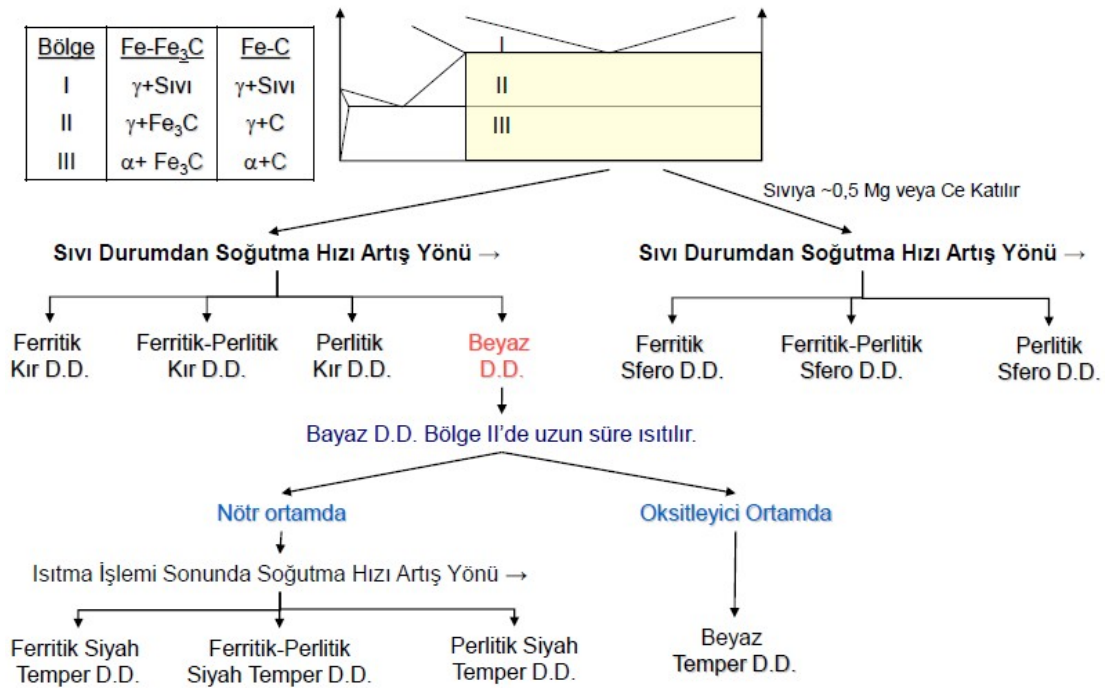
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

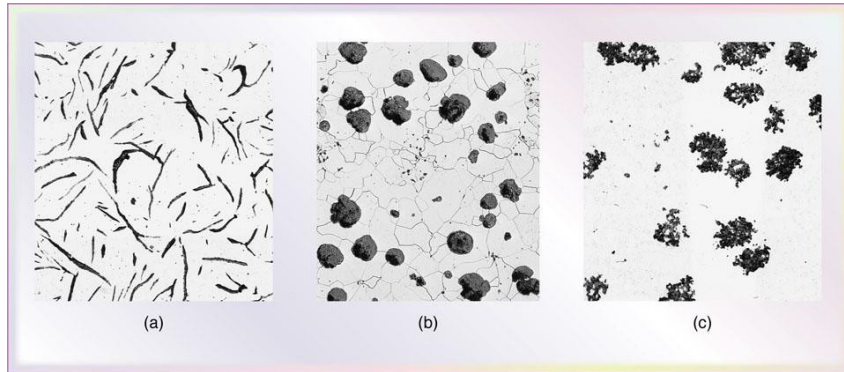
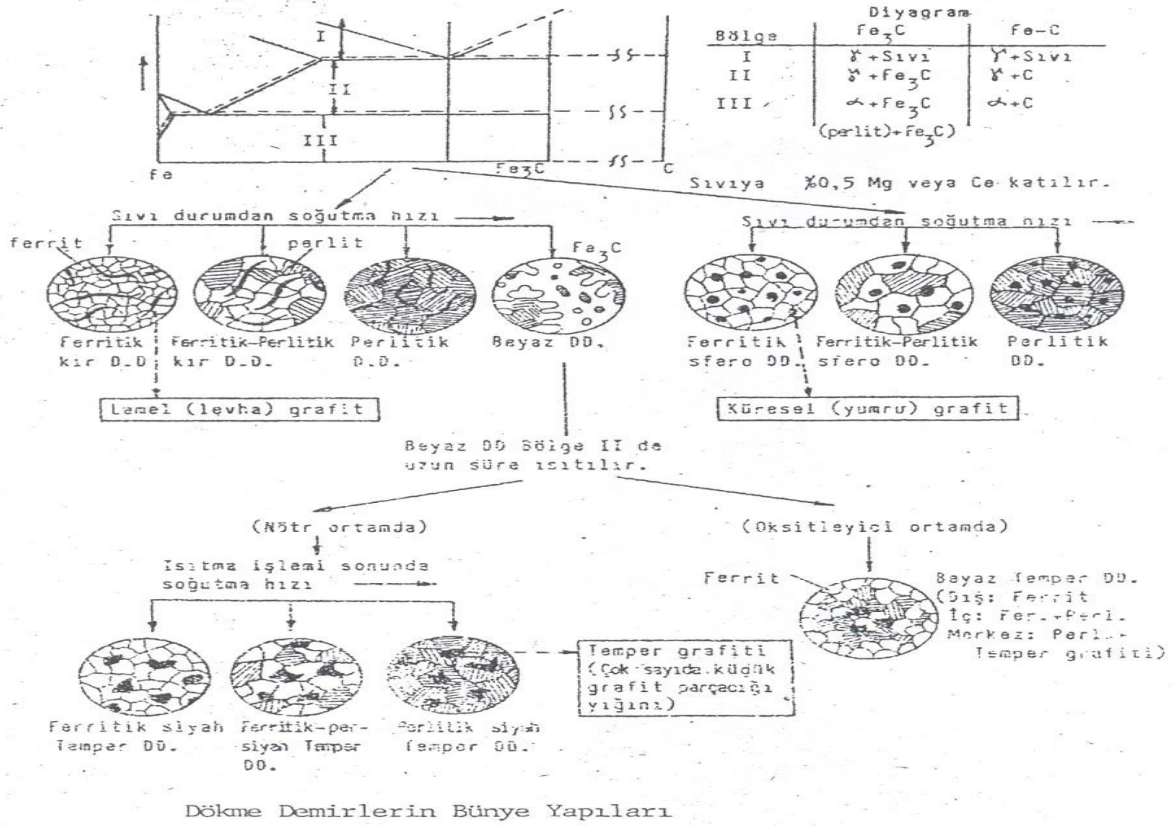


Perlit + 1.Sementit + Ledeburit

Perlit + 2.Sementit + Ledeburit

Dökme Demir Mikroyapıları

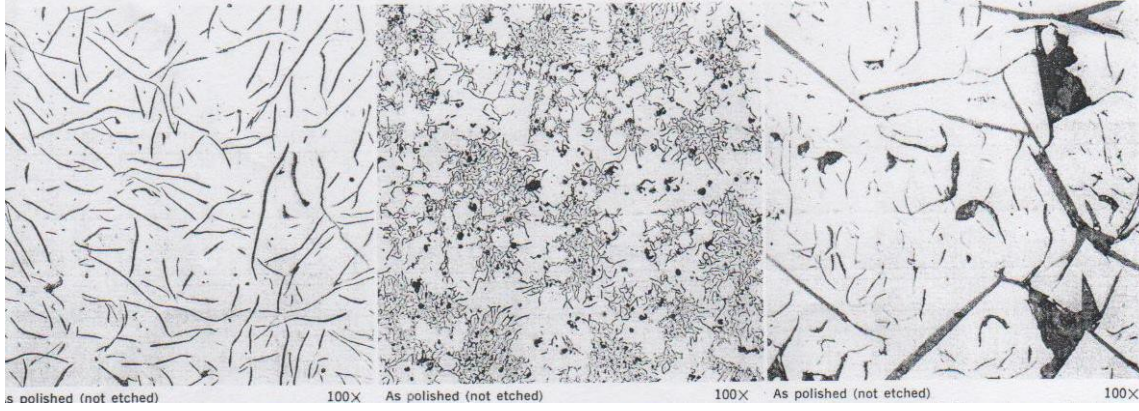




(a) Lamel grafitli dökme demir, (b) Küresel grafitli dökme demir, (c) Temper dökme demir



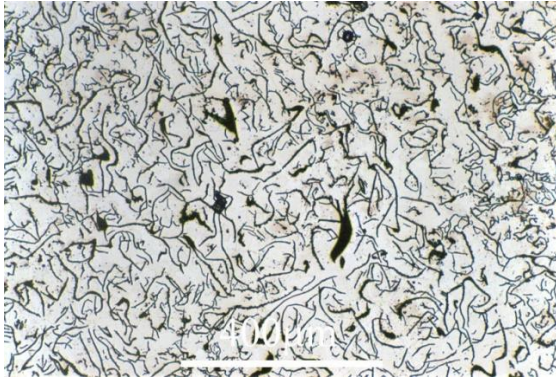
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



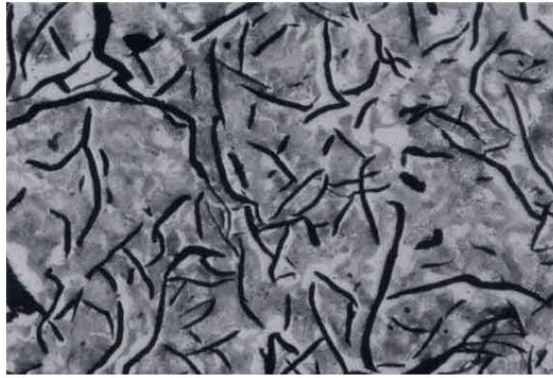
A tipi lamel grafitlere sahip gri dökme demir yapısı. Uniform dağılıma ve rasgele yönlenmeye sahip olarak nitelendirilir.

B tipi lamel grafitlere sahip gri dökme demir yapısı. Rozet şeklinde dağılıma ve rasgele yönlenmeye sahip olarak nitelendirilir.

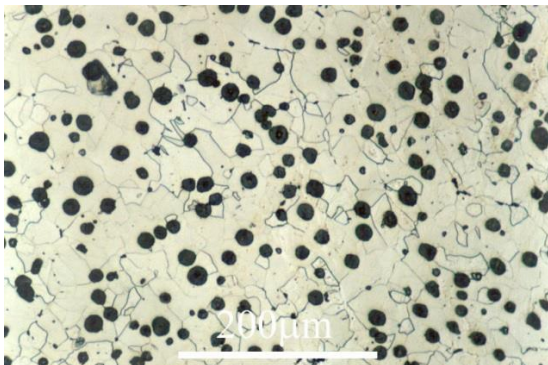
C tipi lamel grafitlere sahip gri dökme demir yapısı. Rasgele yönlenmeye sahip lamel yapısı.



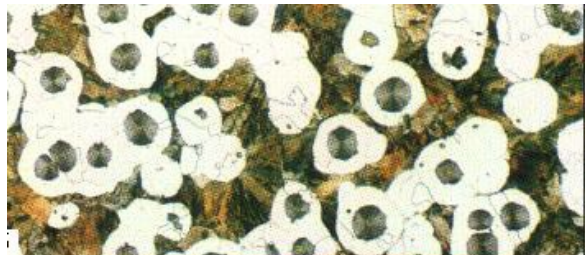
Ferritik lamel grafitli dökme demir



Perlitik lamel grafitli dökme demir



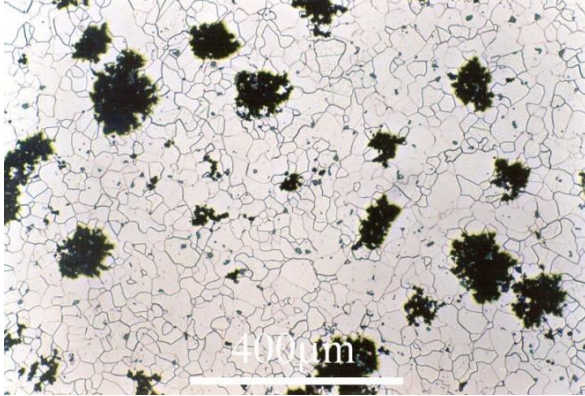
Ferritik küresel grafitli dökme demir



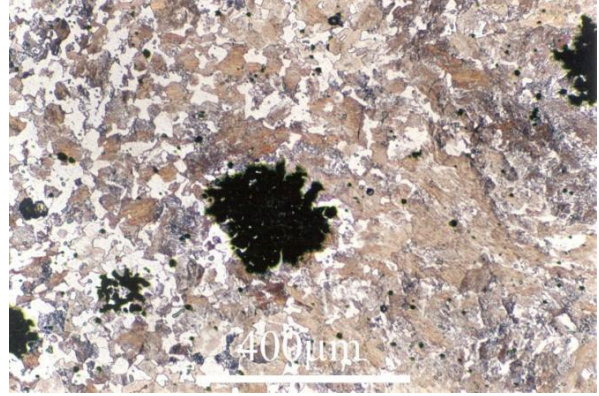
Ferritik perlitik küresel grafitli dökme demir



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



Ferritik temper dökme demir



Ferritik-perlitik temper dökme demir

MAKROSKOBİ

1. Giriş

Metalik malzemelerin yüzey ve iç yapılarını gözle veya küçük büyütmelemlerle incelenmesi işlemine makroskopi denir. Deneyde amaçlananlar;

- 1- Kaynak dikişinin belirlenmesi.
- 2- Malzemenin imalat yönteminin belirlenmesi.
- 3- Kükürdün malzeme içindeki dağılımının belirlenmesi.

2. Deneyin Yapılışı

Deneyde Kullanılan Malzemeler ve Cihazlar

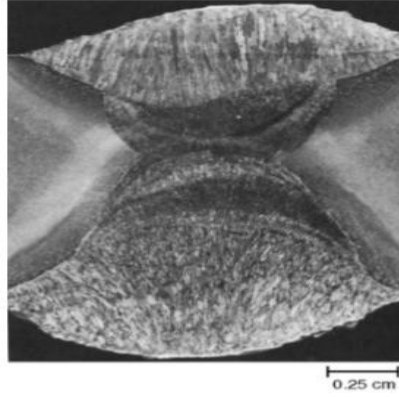
Zımpara kağıdı, Fotograf kartı, Nital 10, % 50 HCL % 2H₂SO₄

Kaynak Dikişinin Belirlenmesi

400 nolu zımpara ile zımparalanan parça yüzeyine ayraç (Nital 10) pamuk ile sürülür. Eğer parça kaynak ile birleştirilmişse kaynak bölgesi (ısıнын etkisi altında kalan bölge) dağlama sonucu açıkça görülecektir. Eğer parça kaynak ile birleştirilmemiş ise dağlama her yerde aynı koyulukta olacaktır.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



Şekil.1. Kaynak dikişi.

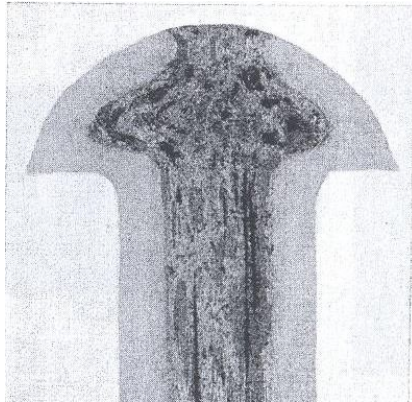
Malzemenin İmalat Yönteminin Belirlenmesi

Numune önce zımparalanır. Daha sonra %50 HCL, % 50 saf su karışımı içinde 10 – 15 dakika kaynatılır.

Deneyin esası fazla deformasyona uğrayan bölgenin ayaç ile fazla reaksiyon göstermesidir. Kaynatma sırasında liflerin etrafı aşınır ve girinti çıkıntılar meydana gelir.

Zımparalama sırasında yüksekte kalan lifler zımparanın etkisi ile parlar çukurda kalan lif araları ise siyah görüntüsünü koruduğu için parçanın imalat yöntemi liflerin gidiş yönüne bakılarak tespit edilir.

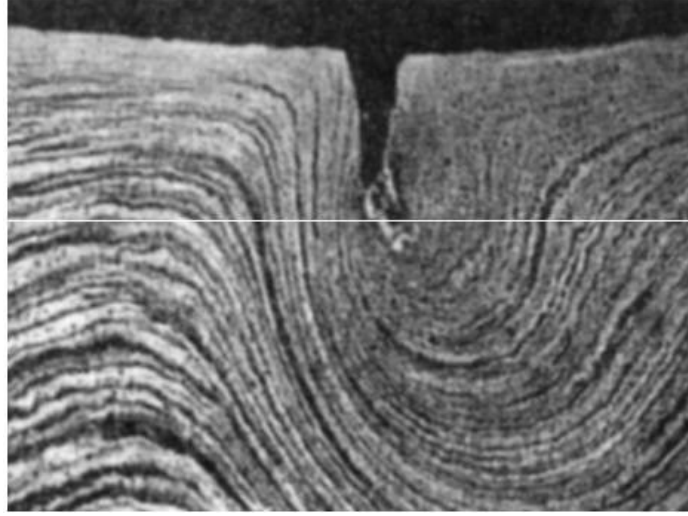
- a- Talaşlı şekillendirilmiş malzemelerde lifler köşelerde kesikliğe uğrar ve boyuna çentik etkisi yapar.
- b- Plastik şekil verme yöntemi kullanılarak şekillendirilmiş parçada (talaşsız imalat) lifler kopmaz devam eder, çentik etkisi yapmaz.



Şekil 2. Talaşsız şekillendirilmiş perçin.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



Şekil 3. Talaşsız şekillendirilmiş

Kükürdün Malzeme İçindeki Dağılımının Belirlenmesi

Numune 400 nolu zımpara ile zımparalanır. Fotoğraf kartı % 2' lik H₂ SO₄ içinde 5 dakika bekletilir. Zımparalanan parça fotoğraf kartının parlak kısmına arada hava kalmayacak şekilde bir dakika bastırılır. Fotoğraf kartı tespit banyosunda 15 dakika bekletildikten sonra yıkanır ve kurutulur. Deney sırasında (1) nolu reaksiyona göre oluşan h₂s siyah noktalar halinde fotoğraf kartı üzerinde görülür.



Şekil 4. Kükürdün malzeme içinde dağılımı.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

METALOGRAFİK NUMUNE HAZIRLAMA

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

MONTE

1. Giriş

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

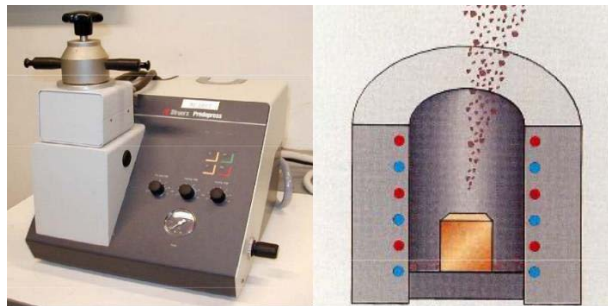
2. Deneyin Yapılışı

Plastik Monte

a. Sıcak Monte

Isı ve basınç uygulaması gerektiren monte işlemidir. Sıcak montede, ısıtma işlemi sırasında numune, 140-160°C arasına ısındığından bu sıcaklıktan etkilenecek malzemelere kesinlikle soğuk monte işlemi uygulanmalıdır. Bu işlemde, plastik ısı ve basınç altında numunenin çavresinde katılaştırılır. Kullanılan plastik malzeme toz ya da granül biçimindedir. Basınç ile çalışan gömme reçinelerde iki ayrı plastik türü kullanılır: Termoplastik reçineler, ısıtıldıklarında ergirler ve soğutma sonucu sertleşirler; sıcaklık 70-80 °C'ye düşmeden termopresden çıkarılmamalıdır.

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



Şekil 1. Sıcak Monte cihazı.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

b. Soğuk Monte

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



Şekil 2. Soğuk Monte

Monte Yapımında Dikkat Edilecek Noktalar

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

ZIMPARALAMA-PARLATMA-DAĞLAMA

1. Giriş

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

2. Deneyin Yapılışı

Zımparalama

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

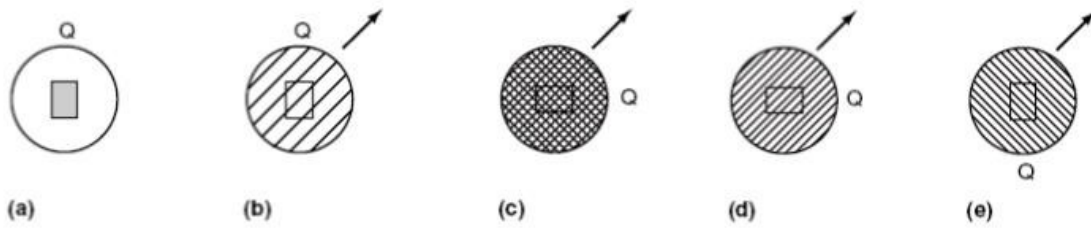
Zımparalar zımpara tozunun 1 inç² (2,54 cm²) deki tanecik sayısına göre sınıflandırılır. İnç² başına düşen tanecik sayısı arttıkça zımpara numarası büyür.

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



Şekil 1. Yaş zımparalama için zımparalama seti.

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



Şekil 2. Elle zımparalama

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

4. Eğik yüzeylerin olmamasıdır.

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

Parlatma

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

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



Şekil 3. Otomatik parlatma makinesi.

Dağlama

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

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

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

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

Dağlama bitince numune derhal ılık akan su da yıkanır, alkolde çalkalanır ve hava akımında kurutulur.



2. POLİMER

TERMOPLASTİK POLİMERLER: POLİSTİRENİN YIĞIN (KÜTLE) POLİMERİZASYON YÖNTEMİ İLE ELDESİ

Amaç: Stirenin yığın polimerizasyonu üzerine başlatıcı konsantrasyonu ve sıcaklığın etkisini incelemek.

Teori:

Termoplastik, ısı etkisiyle eritilerek yeniden şekillendirilebilen polimerler için kullanılan genel bir kavramdır. Günlük eşya ve malzemelerin yapımında en fazla kullanılan polimerler, polietilen (PE), polistiren (PS), poli(vinil klorür) (PVC) ve polipropilen (PP) termoplastikleridir. Bu polimerlere temel plastikler (genel amaçlı, standart plastikler) adı verilir.

Bilinen en eski vinil polimerlerinden biri olan polistiren (PS); sert, kırılğan, şeffaf, ucuz, kokusuz ve işlenmesi kolay bir polimerdir. Saf PS, kristal polistiren olarak da adlandırılır ancak bu adlandırma PS'nin kristalliğinin yüksek olmasından değil, polimerden yapılan ürünlerin parlak ve şeffaf oluşundan kaynaklanır. Gerçekte PS kristalin değildir, amorf yapıdadır. Camsı geçiş sıcaklığı (T_g) 100 °C civarındadır ve -70 °C ile 70 °C sıcaklıkları arasında kullanıma uygundur.

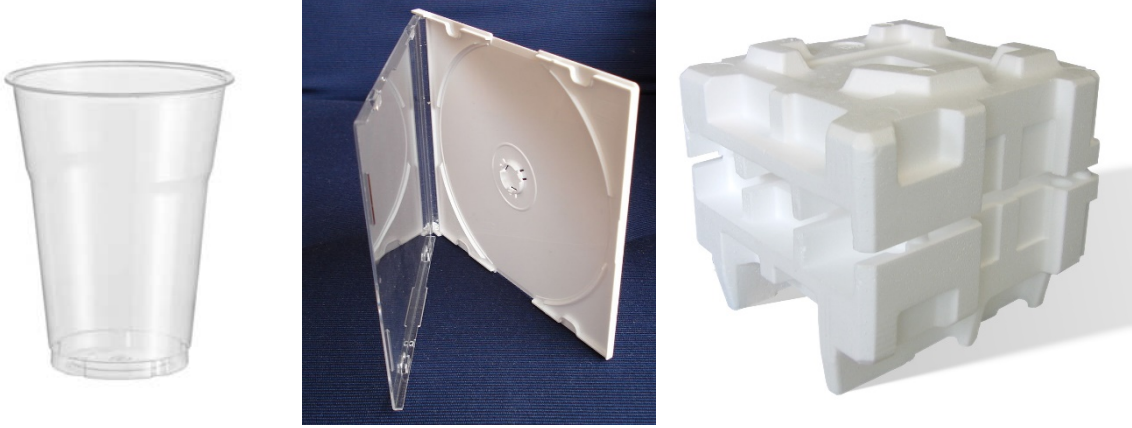
PS'nin şekillendirilmesinde ekstrüzyon, enjeksiyon, vakum şekillendirme, dönerek kalıplama gibi yöntemler kullanılır. Polimer işleme sıcaklığı 180-200 °C dolayındadır, yüksek sıcaklıklarda ısıl bozunma gözlenir. PS sulu çözeltilere ve bazlara karşı dayanıklıdır, ancak birçok organik çözücüde çözünür. UV ışınları PS'nin bozunmasına neden olur. Bütün frekans ve sıcaklık bölgelerinde elektrik kaybı düşüktür. PS'nin zayıf noktalarından birisi darbe dayanımının düşüklüğüdür. Bu özelliğini iyileştirmek amacıyla; PS üretimi sırasında polimerizasyon ortamına küçük parçalar halinde elastomerler (polibütadien gibi) karıştırılır ve bu şekilde hazırlanan polimere, *yüksek darbe dayanımlı polistiren* veya *antişok polistiren* denir.

Stirenin genel amaçlı (kristal) ve antişok homopolimerlerinin yanı sıra stiren-akrilonitril (SAN), stiren-maleik anhidrid (SMA), stiren-bütadien (SBR) ve stiren-akrilikler gibi çeşitli kopolimerleri bulunur. Böylece PS ve kopolimerleri, ambalajdan mutfak eşyasına, oyuncaktan alçak gerilim elektronik sektörüne, sentetik reçineden sentetik kauçuğa, köpük PS'nin ses ve ısı yalıtım



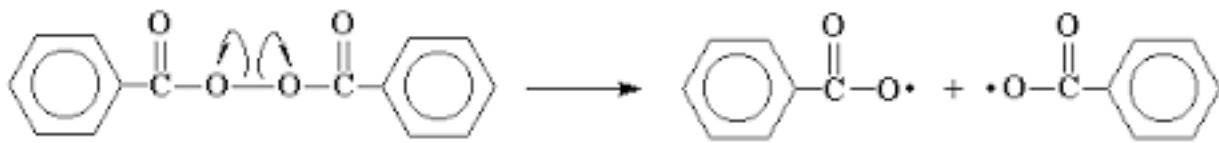
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

malzemesi olarak kullanımından çapraz bağlı polistirenin iyon değıştirici reçine olarak kullanımına kadar çok geniş ve yaygın bir kullanım alanına sahiptirler.



Şekil 1. Polistirenden elde edilen çeşitli ürünler.

Stiren polimerizasyonu genellikle serbest radikal mekanizması üzerinden yapılır; polimerizasyon başlatıcının ısı olarak parçalanıp serbest aktif radikaller oluşmasıyla başlatılır. Laboratuvarında veya endüstride radikalik polimerizasyonu başlatmak amacıyla çoğunlukla serbest radikaller üretebilecek kimyasal bileşiklerden yararlanılır. Organik peroksitler, azo bileşikleri gibi kimyasalların çözeltileri belli bir sıcaklığa ısıtıldığında polimerizasyon için yeterli sayıda radikal üretirler (Şekil 1).

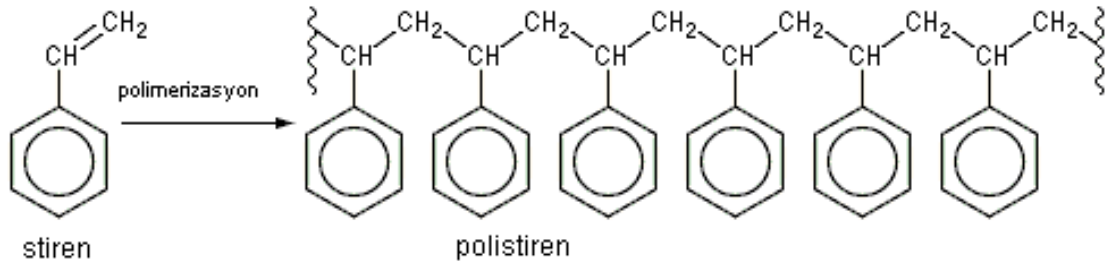


Şekil 2. Benzoil peroksit başlatıcısının ısı olarak parçalanıp serbest radikal oluşturmaları.

Sonraki aşamada, aktif radikaller stiren monomeriyle birleşerek yeni ve daha büyük bir radikal meydana getirir; bu yeni radikal de diğeri bir monomeri kendisine katar; peşpeşe katılmalarla uzun polimerik zincirler meydana gelir (Şekil 2).

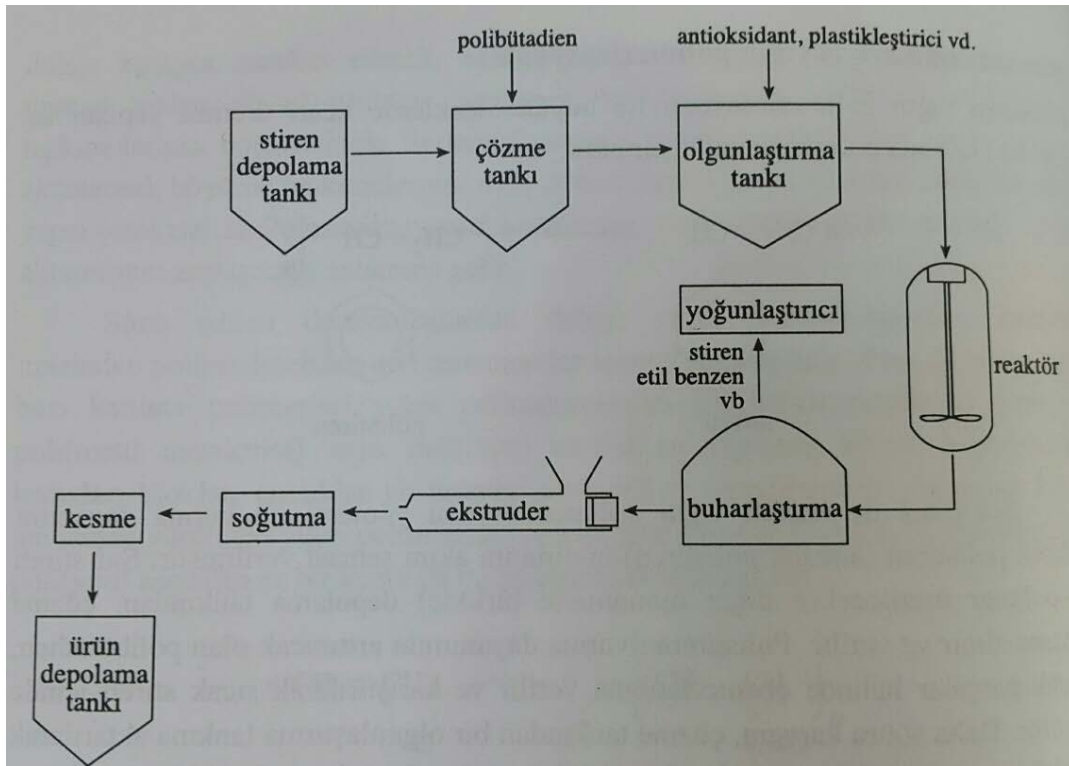


Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



Şekil 3. Polistiren zincirinin oluşumu.

Stirenin polimerizasyonu, yığın (kütle), çözelti, emülsiyon ve süspansiyon yöntemleri ile sağlanabilmektedir. Polistirenin ticari üretiminde genelde yığın veya süspansiyon yöntemleri kullanılır. Yığın polimerizasyonu, monomerlerin doğrudan başlatıcı, ısı ve ışın gibi polimerizasyonu başlatıcı etkenler yardımıyla polimerleştirildiği tekniktir. Uygulama kolaylığı, ekonomik olması, polimerizasyon hızının yüksekliği, dönüşümün yüksekliği, temiz polimer eldesi ve polimerin doğrudan işlenebilmesi bakımından yığın polimerizasyonu diğer polimerizasyon tekniklerinden üstündür. Polistiren de yığın polimerizasyonu ile büyük ölçeklerde ticari üretimi yapılan az sayıda katılma polimerlerinden biridir. Bu prosesle genel amaçlı (kristal dereceli) polistiren, yüksek darbe dayanımlı polistiren, stiren-akrilonitril reçineler, ve parlaklık derecesi yüksek, gerilmeye dayanıklı çeşitli polistirenler üretilir.





Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Şekil 4. Stirenin kesikli yığın polimerizasyonunun akım şeması.

Şekil 3'te kesikli (batch) yığın polimerizasyonu yöntemi ile darbe dayanımı yüksek (antişok) polistiren üretiminin akım şeması verilmiştir. Saf stiren (kopolimer üretilecekse diğer monomer ile birlikte) depolama tankından çözme tankına alınır ve ısıtılır. Polistirenin darbe dayanımını arttıracak olan polibütadien, küçük parçalar halinde çözme tankına verilir ve karıştırılarak sıcak stiren içinde çözülür. Daha sonra karışım, çözme tankından bir olgunlaştırma tankına aktararak içerisine antioksidan, plastikleştirici türü katkıları katılır, ardından ön-polimerizasyon yapılır. Kesikli reaktöre alınan kısmen polimerleştirilmiş karışım, polimerizasyonu sürdürmek amacıyla ısıtılır. Polimerizasyon, çözme tankına ayrıca serbest radikalik başlatıcı konarak da başlatılabilir. Polimerizasyon tamamlandıktan sonra erimiş haldeki polimer bir vakum buharlaştırıcıya pompalanarak tepkimeye girmemiş stiren, safsızlıklar ve oligomer yapılar uzaklaştırılır. Erimiş polimer, vakum buharlaştırıcının altından alınarak ekstrudere gönderilir ve ekstruder çıkışında su banyosundan geçirilerek soğutulduktan sonra granül halinde kesilerek torbalanır (Şekil 4).



(a) Genel amaçlı kristal PS ve (b) Antişok PS granülleri.

Kullanılacak kimyasal maddeler ve ekipmanlar:

Monomer: Stiren (st)

Başlatıcı: Benzoil peroksit (BPO)

Çözücü: Benzen ve metanol

Diğer malzemeler: Deney tüpü, beher, ısıtıcı, termometre, pipet, puar, baget, cam huni, parafilm ve süzgeç kağıdı.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Deneyin Yapılışı:

- 1) Stirenin yığın polimerizasyonu üzerine başlatıcı konsantrasyonunun etkisi: üç tane deney tüpünü 1, 2, 3 olarak numaralandırınız. Polimerizasyon başlatıcısı olarak seçilen benzoil peroksitten sırası ile monomerin (2 g, m_1) ağırlıkça % 1, % 2 ve % 4'ne karşılık gelen miktarlar kadar tartıp deney tüplerine koyunuz. Deney tüplerine 2'şer gram stiren ilave ederek başlatıcının çözünmesini sağlayınız. Deney tüplerinin ağızlarını parafilm ile kapatarak azot gazı geçiriniz. Azot gazı geçirme işlemi bittikten sonra deney tüplerini 85 °C'de sabit sıcaklıktaki su banyosuna yerleştiriniz ve 60 dakika bekletiniz. Bu süre sonunda tüpleri banyodan çıkarınız ve musluk suyu altında soğutunuz. Soğutma sonrasında her bir tüpten elde ettiğiniz polimer çözeltisinin viskozitesini ölçünüz. Tüplerin ağzını açınız ve bir miktar çözücü (benzen) ile viskoz çözeltiyi seyreltiniz. İlave ettiğiniz çözücü miktarının yaklaşık 15 katı kadar metanolü bir beherin içine dökünüz. Tüplerdeki seyreltik çözeltiyi metanolün içerisine damla damla karıştırarak ilave ediniz. Her bir tüp için bu işlemi ayrı ayrı yapınız. Polimerlerin çökmesi tamamlandıktan sonra çözeltiyi süzgeç kâğıdı kullanarak süzünüz, kâğıtta kalan polimerleri vakum altında kurutunuz. Kurutma işlemi tamamlandıktan sonra elde ettiğiniz polimerleri tartınız (m_2).
- 2) Stirenin yığın polimerizasyonu üzerine sıcaklığın etkisi: üç tane deney tüpünü 1, 2, 3 olarak numaralandırınız. Polimerizasyon başlatıcısı olarak seçilen benzoil peroksitten monomerin (2 g, m_1) ağırlıkça % 1'ine karşılık gelen miktarlar kadar tartıp deney tüplerine koyunuz. Deney tüplerine 2'şer gram stiren ilave ederek başlatıcının çözünmesini sağlayınız. Deney tüplerinin ağızlarını parafilm ile kapatarak azot gazı geçiriniz. Azot gazı geçirme işlemi bittikten sonra deney tüplerinin 1.'sini 80 °C'de, 2.'sini 90 °C'de ve sonuncusunu 100 °C'de sabit sıcaklıktaki su banyolarına yerleştiriniz. 60 dakika bekletiniz. Bu süre sonunda tüpleri banyodan çıkarınız ve musluk suyu altında soğutunuz. Soğutma sonrasında her bir tüpteki elde ettiğiniz polimer çözeltisinin viskozitesini ölçünüz. Tüplerin ağzını açınız ve bir miktar çözücü (benzen) ile viskoz çözeltiyi seyreltiniz. İlave ettiğiniz çözücü miktarının yaklaşık 15 katı kadar metanolü bir beherin içine dökünüz. Tüplerdeki seyreltik çözeltiyi metanolün içerisine damla damla karıştırarak ilave ediniz. Her bir tüp için bu işlemi ayrı ayrı yapınız. Polimerlerin çökmesi tamamlandıktan sonra çözeltiyi süzgeç kâğıdı kullanarak süzünüz, kâğıtta kalan polimerleri vakum altında kurutunuz. Kurutma işlemi tamamlandıktan sonra elde ettiğiniz polimerleri tartınız (m_2).



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Sonuçlar ve Tartışma:

- 1) Her iki basamakta gerçekleştirilen her bir polimerizasyon için % dönüşüm (polimerleşme) miktarlarını Denklem 1'e göre hesaplayınız:

$$\% \text{ dönüşüm} = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad (1),$$

İlk deney için başlatıcı konsantrasyonuna karşı dönüşüm eğrisini, ikinci deney için ise sıcaklığa karşı dönüşüm eğrisini çizin; eğri davranışlarını belirleyiniz.

- 2) Gerçekleştirdiğiniz polimerizasyonlarda elde ettiğiniz viskoz polimer çözeltilerinin viskozite değerlerini kullanarak, iki deney basamağı için başlatıcı konsantrasyonuna karşı viskozite ve sıcaklığa karşı viskozite olacak şekilde 2 ayrı grafik çizin.
- 3) Stirenin yığın polimerizasyonu ve elde edilen polimerin özellikleri üzerine başlatıcı konsantrasyonunun ve sıcaklığın etkisinin incelendiği deneylerdeki gözlemlerinizi ve deneysel sonuçları yorumlayınız.

Kaynakça

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

3. ÖLÇME VE KALİBRASYON

1. DENEYİN AMACI

Kumpas ve mikrometre kullanımı ile imalat parçalarının boyut kontrollerinin yapılması.

1. Metroloji ve Ölçme Tekniğinin Temelleri

Teknik problemlerin çözümünde ölçme tekniğinden yararlanılır. Ortaya atılan teorik hipotezler gereken deney ve gözlemler yapılmak suretiyle ölçme tekniği vasıtasıyla doğruluğu ispat edilerek desteklenirler.

Metroloji, ölçü ile ilgili bilim sahasıdır. Metroloji, doğruluk seviyesi ve uygulama alanına bakmaksızın, ölçmeye dayanan pratik ve teorik tüm konuları kapsar.

Yalın üretim, akıllı üretim, değiştirilebilir imalat teknolojisi gibi modern imalat sistemlerinde, kaliteli ürün, üretim ve kaliteli imalat prosesleri için ölçme tekniği bir temel oluşturur ve kaçınılmazdır. Sistemin bir bütün olarak değerlendirilmesi, farklı yerlerde imal edilen mamullerin belirlenen spesifikasyonlara uyması ve bir ölçü birliği içinde üretimin gerçekleşmesi gerekmektedir.

Endüstride kullanılan bir ölçü aletinin yaptığı ölçümün bütün dünyada tanınması ve yapılan diğer ölçümlerle aynı olduğunun kabul edilmesi, bu ölçümün, bir ölçme referans zinciri ile en yüksek hassasiyetli temel ölçme standardına ulaşması ile mümkündür.

2. Kalite Kontrol

Kalite kontrolü yapmak; en ekonomik, en kullanışlı ve tüketiciyi her zaman memnun eden kaliteli bir ürünü geliştirmek, tasarlamak, üretmek ve bakımını yapmak demektir (K.ISHIKAWA). Bu amaca ulaşmak için şirketteki üst yöneticiler, şirket içindeki bütün bölümler ve tüm çalışanlar dahil olmak üzere herkes kalite kontrole katılmalı ve gelişmesine yardım etmelidir.

Kalite kontrolde ilk adım tüketicilerin isteklerini bilmektir. Kalite kontrolde diğer bir adım tüketicilerin ne satın alacaklarını bilmektir. Maliyet bilinmeden kalite tanımlanamaz.

Üretim işlemini istenilen ortalama kalite ve kalite tekdüzeliği altında yürütmek, en ekonomik ve en güvenilir bir biçimde ancak istatistiksel kalite kontrol metotlarını uygulamakla mümkündür. Kalite kontrolü ile üretim işlemi sonunda elde edilen ürünlerin istenilen standartlara uyup uymadığı tespit edilir ve standartlara uymayan ürünler ya bazı işlemler ile düzeltilir, ya düşük fiyatla satılır veya imha edilir.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Buna göre, kalite kontrolünün amacı; standart dışı üretimi önlemek veya önemsiz bir seviyeye düşürmektir. İstatistiksel kalite kontrolü ise; üretim işleminin normal koşullar altında kurulmasını ve yürütülmesini sağlamada çok önemli rol oynayan, bir aksaklık veya özel bir nedenle üretimin kontrol dışına çıkması halinde bu durumu hemen ortaya çıkartarak gerekli tedbirlerin zamanında alınmasını sağlayan metotların uygulanmasıdır. Özetle, bu metotlar üretim işlemlerine istenilen yönü vermek için imalatçının başyardımcısıdır.

3. İstatistiksel Kalite Kontrolü (İKK)

Gittikçe artan tüketici ihtiyaçları ve buna paralel olarak genişleyen üretim hacmi, muayeneye dayalı bir denetim sisteminin uygulanmasını kimi zaman olanaksız, kimi zaman da yüksek maliyetli kılmaya başlayınca istatistik temelli yeni arayış ve çözümler gündeme geldi.

İlk gelişme W.A. Shewhart'ın uyguladığı "Kontrol şemaları" ile Dodge ve Romig'in geliştirdiği "Örnekleme ile muayene" sistemleri ile oldu. Bu basit oysa son derece etkili araç ve sistemler istatistiksel örnekleme temeline dayanıyordu. Bu araçların yaygın olarak kullanılmaya başlaması ile "İstatistiksel Süreç Denetimi-kontrolü — SPC" adı altında hatalı üretimi en aza indirmeyi hedefleyen yöntemler ile örnekleme muayene sistemleri günümüze kadar başarıyla uygulanmaya gelmiştir.

İstatistik tekniklerin yoğun olarak kullanıldığı başlıca 3 alandan söz edilebilir. Bunlar,

1. Dışarıdan satın alınan ham ya da yarı mamul maddenin kontrolü (GİRİŞ KONTROL)
2. Dış kuruluşlara ya da ayrı kuruluşun diğer kısımlarına gönderilen malzeme veya ürünün kontrolü (ÇIKIŞ KONTROLÜ)
3. Üretim sırasındaki kontrol (PROSES -Süreç- KONTROLÜ)

Bunlardan ilk ikisinde KABUL ÖRNEKLEMESİ diye adlandırılan teknikler, sonuncusunda ise KONTROL GRAFİKLERİ kullanılır. Birçok durumda Kabul örnekleme yöntemi ile kabul edilen malın kalitesi %100 muayene sonucunda kabul edilenden daha iyi olmaktadır.

Çünkü , %100 muayenenin bıkırtıcı ve yoğunluk yaratan etkileri kalitenin düşmesine sebep olmaktadır. Ancak, örneklemeğe uygun olmayan bazı kritik parçaların %100 muayene ile kontrolü kaçınılmaz olmakta bu durumda muayene maliyeti önem kazanmaktadır. Kaliteye ilişkin maliyetler her üretici kuruluş için mutlaka büyük önem taşımaktadır.

İstatistiksel kalite kontrolün hedefi, prosesi kontrol ve kabul edilebilen bir durumda tutmaktır. Böylece ürünlerin talep edilen kriterlere uygunluğu garanti edilecektir.

İstatistiksel proses kontrolünün temelini kalite kontrol kartları oluşturur. Kalite kontrol kartları, prosesin kontrolü ve denetimi için kullanışlı görsel yardımcılardır.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

4. Kalite Kontrol Kartları

Kontrol kartlarının temelini Shewhart adıyla anılan diyagram oluşturur. Bu tür diyagramlarda, üretim prosesinden düzenli olarak belli aralıklarla alınan veriler işlenir. Bu aralıklar, zaman ölçüsü olabileceği gibi (örneğin saat) miktar ölçüsü olarak da (örneğin parça adedi) tanımlanabilir. Kalite kontrol kartları, bir prosesin istatistiksel kontrol altında çalışıp çalışmadığını, prosese hakim olup olmadığını gösterir. Kalite kontrol kartları, rastgele ve sistematik değişikliklerin birbirinden ayırt edilebilmesine izin verirler. Bu sayede sistematik değişikliklerin ne olduğu tespit edilip proseste yapılan ayarlamalarla kompanzasyon sağlanır.

DENEYDE KULLANILAN MALZEME VE CİHAZLAR

- Mekanik Kumpas
- Mekanik Mikrometre
- İmalat Parçaları

4. DENEYİN YAPILIŞI

Örnekler bir eksantrik pres makinesinden alınmıştır. Pulların teknik resim iç çap değeri 13 ± 0.3 mm, dış çap değeri $23,80 \pm 0.3$ mm ve kalınlık değeri 2.5 ± 0.3 mm olarak verilmektedir. İSK tablosuna iç çap, dış çap ve kalınlık değerleri ölçülüp yazılmıştır. Numune büyüklüğü $n=5$ olup, imal edilen her tepsiden bir numune grubu alınmakta, operatör tarafından ölçülmekte tabloya kaydedilmektedir. Her beşli grubun toplamı, Xort. olarak ortalaması ve en büyük ölçü ile en küçük ölçü arasındaki aralık hesaplanarak, R olarak tabloya işlenmektedir.

Bu çizelgede bir defada alınacak numune büyüklüğünün seçimi, sürecin özelliğine bağlıdır. Genel prensip numune alınması esnasında süreci özel nedenlerin etkileme olasılığının mümkün olduğu kadar az olması ve ürünler arasındaki farkların sadece genel nedenlerden etkilenmesidir. Bu açıdan artarda üretilen 5 parçanın numune grubu olarak alınması genelde tercih edilir.

Aritmetik ortalama ($\bar{x}$) ve aralık (R) - Kalite kontrol kartı, standart değerler verilmeden:

1. Numune sayısının belirlenmesi
2. Numunelerin ölçülmesi
3. Aritmetik ortalama ve aralığın hesaplanması



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
Laboratuvar-II Deney Föyü

Tablo 1. Ölçüm değerlerinin tabloya işlenmesi ve hesaplama

Grup Numune No.	A	B	C	D	E
1.	2,32	2,53	2,57	2,53	2,56
2.	2,31	2,62	2,53	2,55	2,34
3.	2,60	2,55	2,56	2,52	2,57
4.	2,52	2,36	2,58	2,26	2,27
5.	2,46	2,54	2,55	2,44	2,49
ΣX	12,21	12,60	12,79	12,31	12,23
$\bar{x}_i$	2,44	2,52	2,56	2,46	2,45
R_i	0,29	0,26	0,05	0,29	0,30

4.

$$\bar{x} = \frac{\Sigma X'}{n} \text{ den } \bar{x} = \frac{12,21}{5} = 2,44; \quad \bar{y} = \frac{12,60}{5} = 2,52; \quad \bar{z} = \frac{12,79}{5} = 2,56 \dots$$

$$\bar{x} = \frac{\bar{x} + \bar{y} + \bar{z} + \bar{y} + \bar{x}}{n} = 2,49 \text{ bulunur.}$$

5.

$$R_i = R_{\max} - R'_{\min} \text{ den; } R_A = 2,60 - 2,31 = 0,29; \quad R_B = 2,62 - 2,36 = 0,26 \dots$$

$$\bar{R} = \frac{R_A + R_B + R_C + R_D + R_E}{n} = 0,238 \text{ bulunur}$$



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

4. KUM KALIPLAMA, ERGİTME ve DÖKÜM DENEYİ

I. Amaç

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

II. Teorik Bilgi

2.1 Giriş

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

Döküm yolu ile biçimlendirmede sıvı metal ve alaşımların akışkanlığından ve bir boşluğu doldurarak şekil alabilme kabiliyetinden faydalanılır. Metal ve alaşımlar ergitilir, bazen bileşim ayarlaması yapılır ve takiben daha önceden hazırlanmış bir kalıba veya boşluğa dökülür ve katılaşır. Yapımı düşünülen parçanın döküm yoluyla imali için parçanın iç ve dış şeklini verecek bir kalıbın hazırlanması, malzemenin ergitilmesi ve hazırlanan kalıba dökülerek şekillendirilmesi gerekir.

Döküm yöntemleri iki ana gruba ayrılmaktadır; bunlar ;

A- harcanan kalıp kullanan yöntemler

B-kalıcı kalıp kullanan yöntemler

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

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

2.2 Model Tasarımı ve İmalatı

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

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

Modellerin yapımında aşağıdaki noktalar dikkate alınır.

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

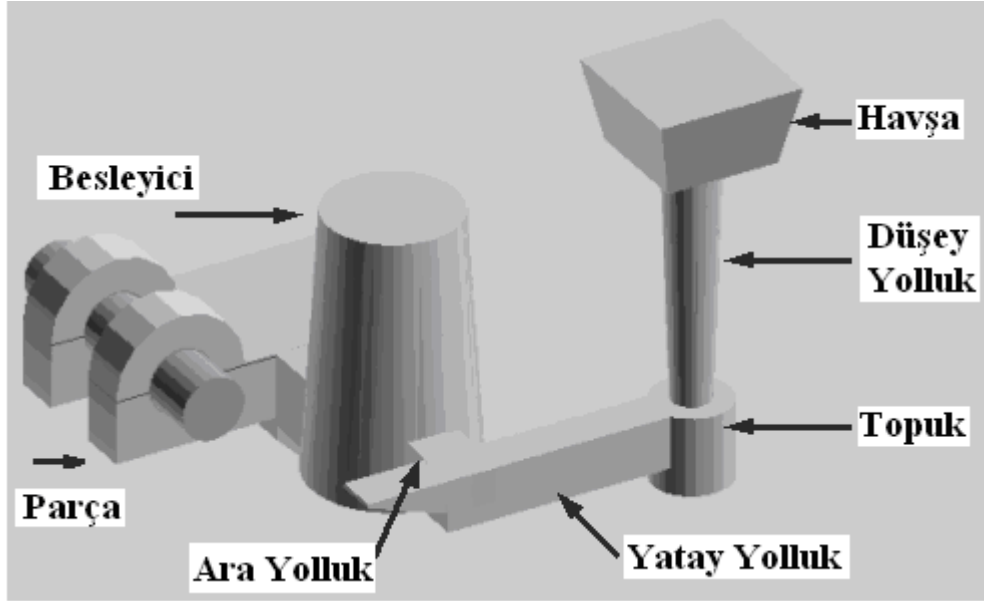
b) Bölme Yüzeyi: Modellerin kalıplama işleminden sonra kolayca çıkarılması ve bu suretle sıvı metalin katılaşacağı boşluğun oluşturulması için parçaların bölünmesi gerekir Bu bölümleri oluşturan düzlemler bölme yüzeyi (ayırma yüzeyi) olarak adlandırılır.

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



Şekil 1. Yolluklama sisteminin temel elemanları

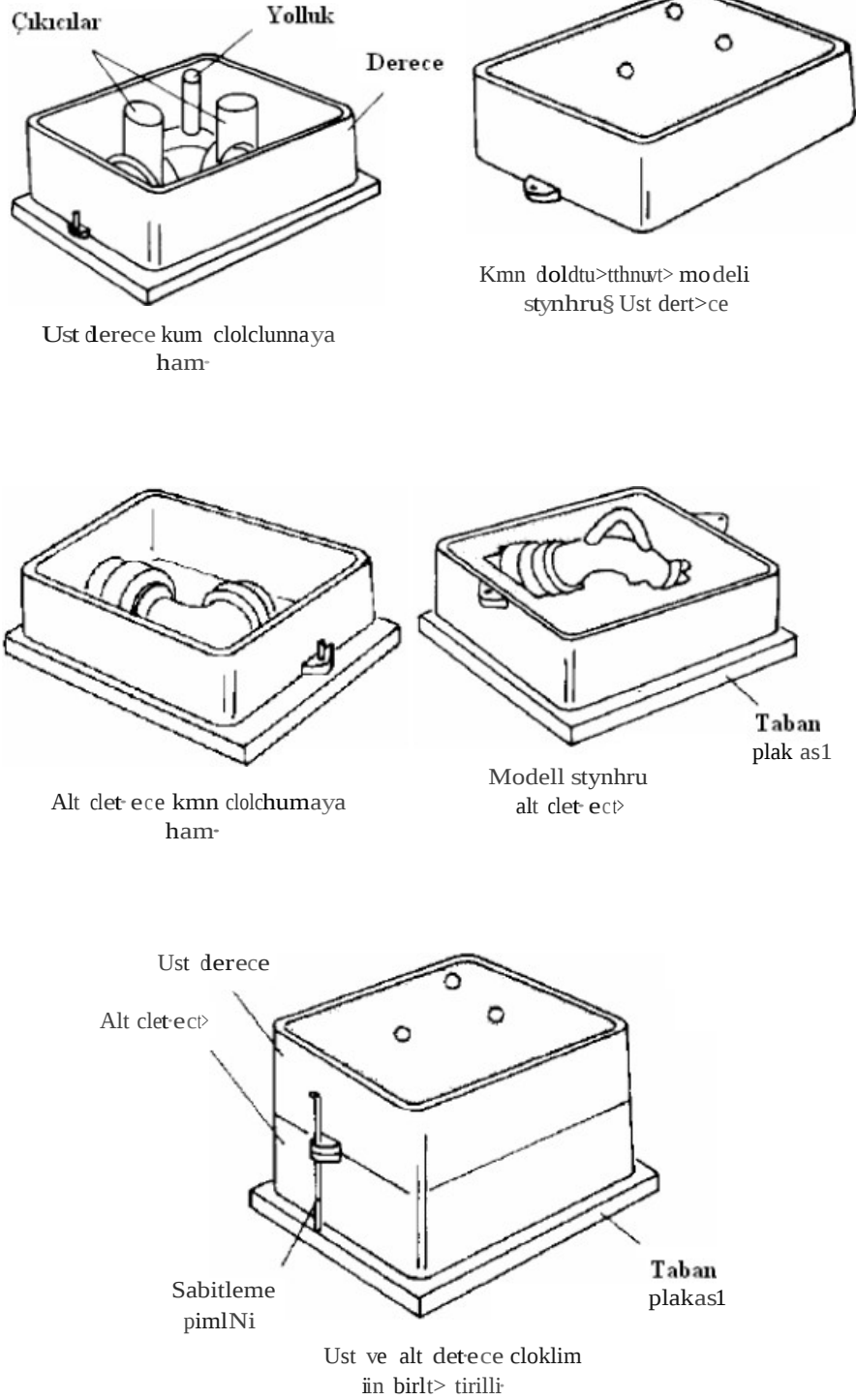
2. 3 Kalıp ve Maça Hazırlama (Kalıplama)

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

El ile kalıplama işlemi model ile derecede veya yerde model plakası yardımı ile derece içerisinde yapılabilir. Kalıplama kolaylığı sağladığı için plaka modeller yaygın olarak tercih edilir. Kalıpların sıkıştırma basıncından, çevrilmesinde ve taşınmasında dağılmaması için derece adı verilen çerçeveler kullanılır. Dereceler ahşaptan veya metalden yapılmaktadır. Kum kalıplama şematik olarak şekil 2’ de kalıbın yandan görünüşü de şekil 3’de görülmektedir.



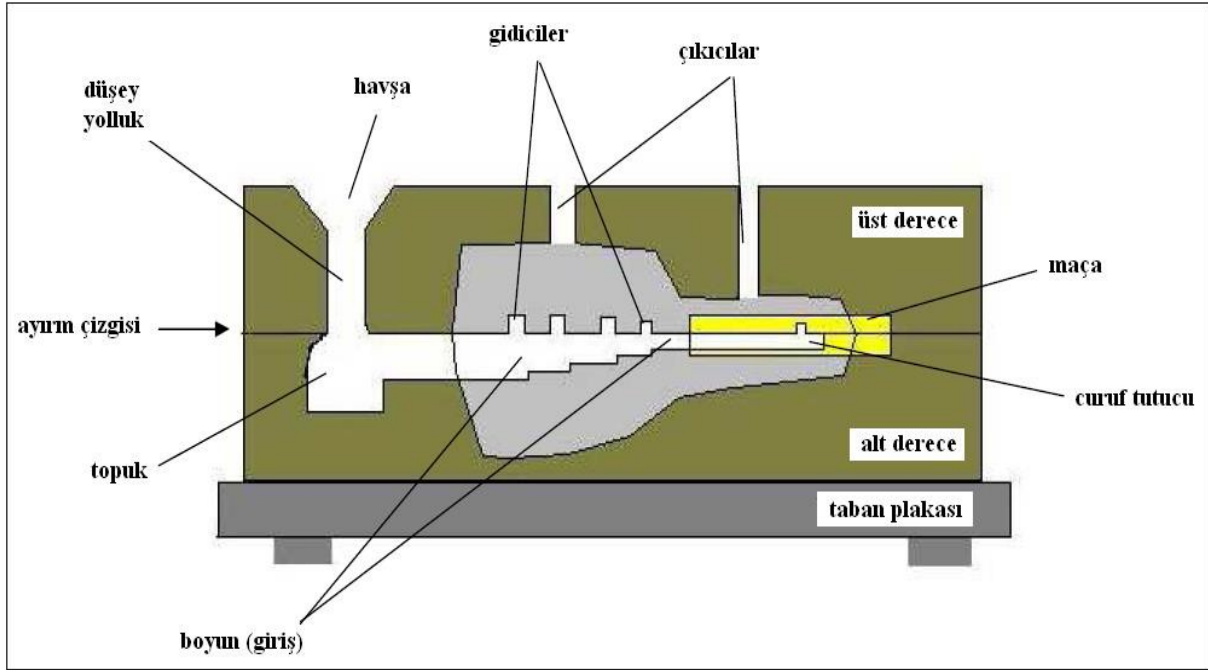
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-11 Deney Foyii



Şekil2. Kum kahp yap1m emas1



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



Şekil 3. Bir kum kalıbın kesit resmi

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

2.3. 1 Kalıp Malzemeleri

Kalıp ve maça yapımında yaygın olarak silika kumu kullanılır. Silika kumu kolay elde edilen ucuz bir kalıp malzemesidir. Diğer tip kumlar yüksek refrakterlik, yüksek ısı iletkenlik ve düşük ısı genleşme gerektiren özel uygulamalarda kullanılır. Silika kumları minimum %95-96 oranında SiO_2 içermelidir. Kumun SiO_2 içeriği düştükçe refrakterlik özelliği azalır.

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

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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

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

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

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

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

Kimyasal bağlayıcılar iki şekilde kullanılır:

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

İşlemlerle sertleştirmede ise kum ve bağlayıcı karıştırılır ve şekillendirilir, bu esnada herhangi bir sertleşme reaksiyonu meydana gelmez, sertleşme ısı veya katalizör gaz uygulamasıyla kısa sürede gerçekleşir. Bu yöntem genellikle maça yapımında veya küçük parçaların kalıplanmasında kullanılır.

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

Diğer bazı kendiliğinden sertleşen reçineler fenolik izosiyanatlar (fenolik üreanlar) ve alkalik fenolik reçinelerdir.

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Kum Kalıba Döküm Yönteminin Avantajları

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

Kum Kalıba Döküm Yönteminin Dezavantajları

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

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

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

III. Deneyin Yapılışı

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

1) Kalıp Yapımı:

- Belirlenmiş miktarda kum, bentonit ve su büyük kum karıştırıcıya yüklenir.
- Kalıplamaya uygun hale gelene kadar karıştırılır.
- Alt ve üst derece kalıplama plakasının üstüne yerleştirilir.
- Plaka model iki derece arasına yerleştirilir.
- Alt derece üste gelecek şekilde çevrilir.
- Model üzerine grafit serpilir.
- Dereceye kum doldurulur.
- Kademeli olarak el aletleri ve havalı tokmak ile kum sıkıştırılır.
- Fazla kum sıyırma cetveli ile derece üzerinden sıyırılır.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

- Kalıp ters çevrilerek aynı işlem üst derece için tekrar edilir.
- Yolluğun ağzı genişletilerek havşa açılır.
- 30-40 mm aralıklarla şiş çekilir.
- Dereceler birbirinden ayrılarak model çıkartılır.
- Gerekliyse kalıp içinde tamirat yapılır.
- Dereceler tekrar birleştirilerek kalıp döküme hazır hale getirilir.

2) Ergitme ve Döküm:

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

VIII. Raporda Bulunması Gerekli Bilgiler

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

IX. KAYNAKLAR

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

5. SERAMİK HAMMADDE HAZIRLAMA - REOLOJİ

1. Deneyin Amacı

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

2. Teorik Kısım

2.1. Seramik Çamurunun Hazırlanması ve Reolojisi

Bir seramik çamuru seramik hammaddeleri, su ve bağlayıcılar, deflokülan 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 deflokülan 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 kırılgan olmasına neden olur.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

2.1.1. Flokülasyon, Deflokülasyon, Deflokülant

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

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

Deflokülantlar

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

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

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

3. DeneySEL Bölüm

3.1. Gerekli Aletler

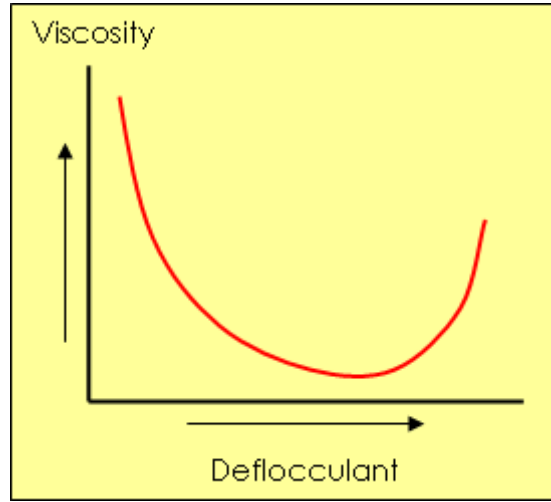
Değirmen, Viskozimetre, Karıştırıcı, Piknometre, Elek (90 μm), Kurutma Fırını, Tartı Aleti.

3.2. Deneyin Uygulanması

Öncelikle, hammaddeler kompozisyona göre tartılır ve karıştırılır. Daha sonra karışıma, gerekli miktarda su ve deflokülan eklenir. Hazırlanan çamur, bilyalı değirmenlerde öğütülür. Öğütme işleminden sonra çamurun yoğunluğu bir piknometre kullanılarak bulunur. Çamurun yoğunluk değerine ilişkin olarak, çamurdan yoğunluğa karşılık gelen ağırlık alınır ve 90 mikron elekten geçirilir. Büyük boyutlu partiküller öğütülmüş karışımın ortalama partikül boyutunu verecektir. Ortalama partikül büyüklüğünün belirlenmesinden sonra hazırlanan çamur, 700 rpm hıza sahip bir karıştırıcı ile karıştırılır. Bu süre zarfında, 4-6 Poise (yer karoları için gerekli değer) arasındaki viskozite seviyesini sabitlemek için çamura deflokülan ilavesi başlatılır. Eklenen deflokülan miktarı, başparmak kuralı ile belirlenir. Her ilave işleminden sonra, çamur 3 dk. karıştırılır ve 20 rpm dönüş hızına sahip bir analog viskozimetre kullanılarak viskozite değeri belirlenir. Çamurun viskozite değeri, katı konsantrasyonu stabilize etmek için fazladan su ilave edilmeden 4-6 Poise arasında optimize edilmiştir. Tiksotropiyi belirlemek için, her viskozite ölçümünden sonra çamur 5 dk. dinlendirilir. Daha sonra viskozite tekrar ölçülür, bu iki viskozite değeri arasındaki fark tiksotropiyi verir. Viskozitenin stabilizasyonu 4-6 Poise arasında stabil hale geldikten, deflokülanın eklenmesi durdurulur. Çamur nihai viskozitesine ulaştığı zaman, eklenen deflokülan, çamura daha fazla miktarda deflokülan ilave edilene kadar viskoziteyi etkilemez. Bu yüksek miktarda deflokülan, beklendiği gibi davranmaz ve çamurun viskozitesini artırır. Dolayısıyla, viskozitenin ulaşılan değerinin kanıtı stabilite ve takibinde eklenen deflokülan ile birlikte viskozitedeki artıştır.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



Şekil 1. Viskozite-İlave edilen deflokülan diyagramı

4. Sonuçlar

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

Kaynaklar

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

6. JOMİNY

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 Bilgiler:

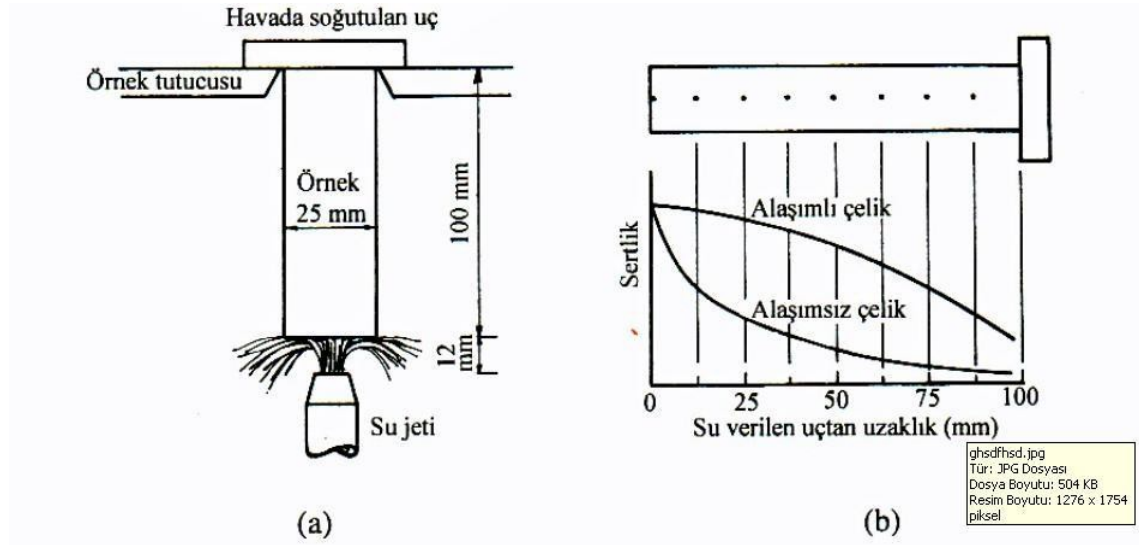
Sertleşebilirlik:

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 ısıtılma özelliklerinin değişmesine neden olur. Malzeme seçiminde en önemli özellik mekanik dayanım olduğundan, malzemelerin sertleşme kabiliyetlerine göre sınıflandırılması daha yararlı ve ekonomik olur. Bu nedenle, çeliklerin sertleşme kabiliyetini, standart bir deney yöntemi ile belirlemek gerekir. Malzemelerin sertleşme kabiliyetini belirlemek için en yaygın olarak uygulanan yöntem Jominy deneyidir. Bu deneye uçtan su verme yöntemi de denir. Çeliklerin yüzeyden derinlere kadar martenzite dönüştürülebilme yeteneği, malzemenin sertleşebilirliği olarak adlandırılır. 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.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



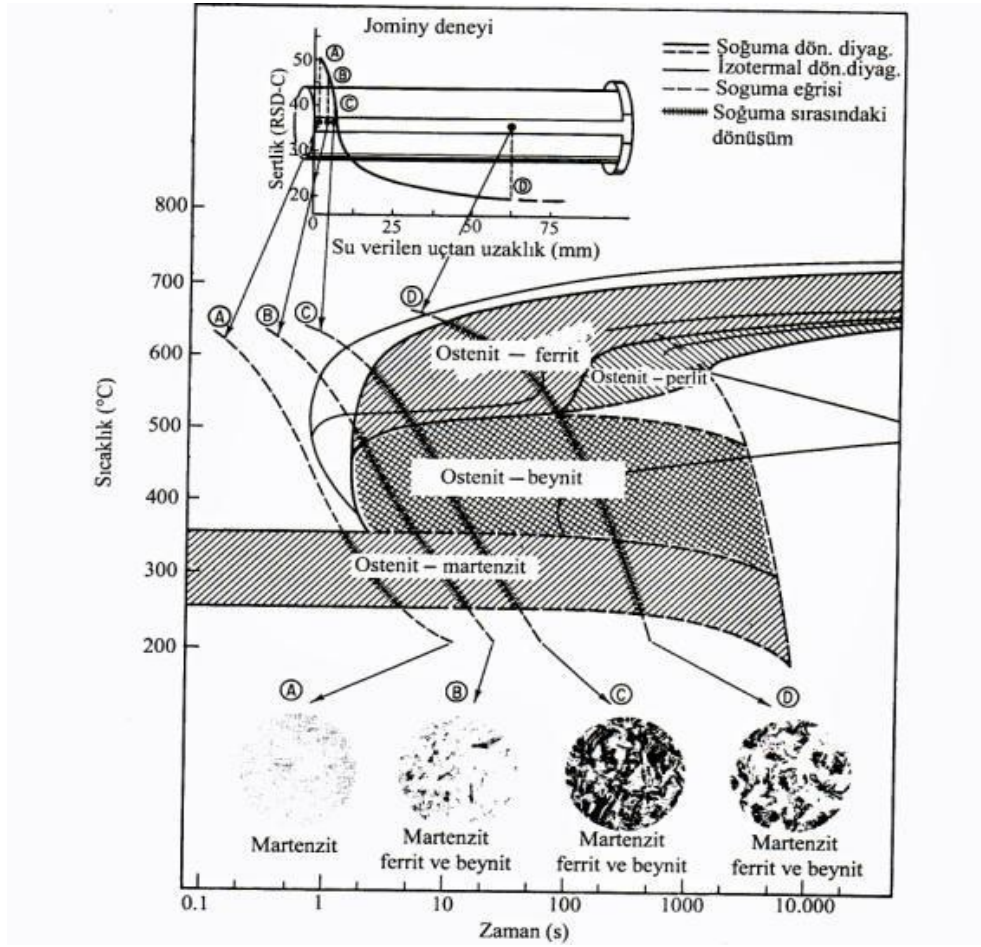
Şekil 1. Jominy deneyi: (a) Deneyin yapılışı, (b) alaşımlı ve alaşımsız çeliklerin sertliklerinin su verilen uçtan mesafeye bağlı olarak değişimini gösteren eğriler

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

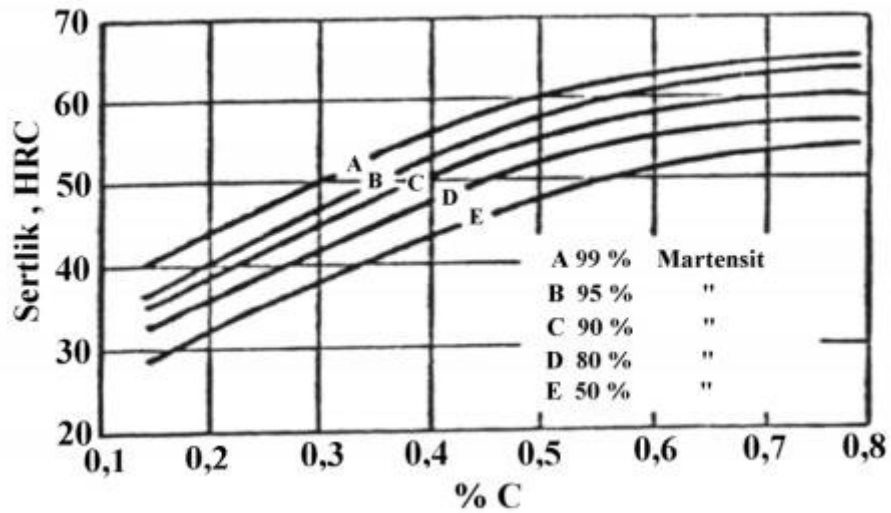
AISI 8630 çeliğinin Jominy örneği üzerinde yer alan değişik noktaların soğuma eğrilerinin, bu çeliğe ait sürekli soğuma dönüşüm diyagramı (CCT; continuous cooling transformation) üzerindeki gösterimi Şekil 2’de verilmiştir. Bu diyagram, uçtan su verme deneyinden elde edilen verilerle söz konusu çeliğin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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



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



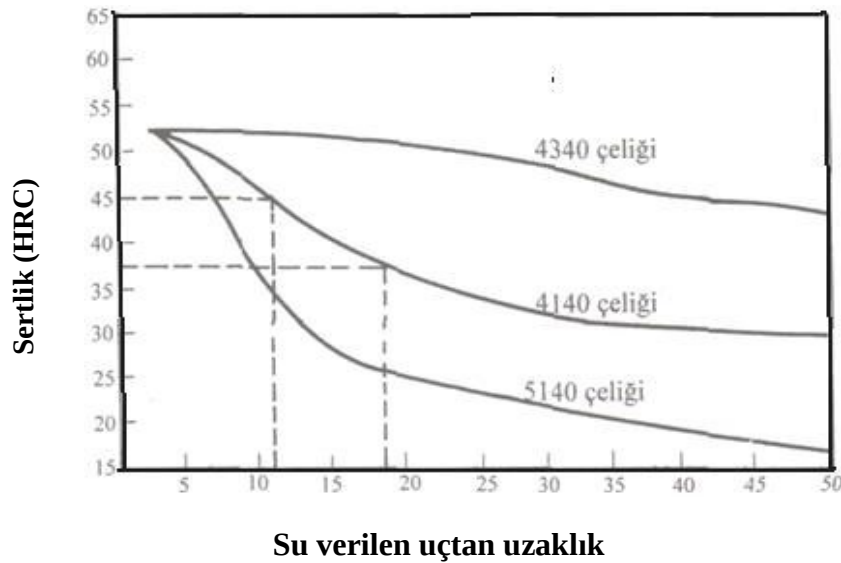
Şekil 3. Martenzit miktarı, sertlik ve karbon miktarı arasındaki ilişki



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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

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



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

Çeliklerin sertleşme yeteneği ya istenilen mesafedeki maksimum ve minimum sertlik değerlerine ya da istenilen sertliğe karşı gelen maksimum ve minimum mesafeye göre belirlenir. Bu derinlik, martenzit miktarının yüzeyden itibaren yarıya indiği ya da % 50 martensit 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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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 kayduğunda ise yüzey sertliğinde de azalma olur. Temel sertleşebilirlik verileri çelik tüketicileri ve ısıl işlemciler için önemlidir. Bu nedenle sertleşebilirliğin saptanabileceği çok sayıda basit yöntem geliştirilmiştir. Bunlardan biri Grossman sertleşebilirlik deneyi diğeri ise Jominy uçtan su verme deneyidir. Çeliklerin sertleşebilirliklerinin ölçülmesinde Jominy uçtan su verme deneyi Grossman deneyine göre daha pratik ve daha az maliyetlidir.

Sertleşebilirliğe Etki Eden Faktörler:

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

Jominy Eğrilerinin Pratik Uygulamaları:

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

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

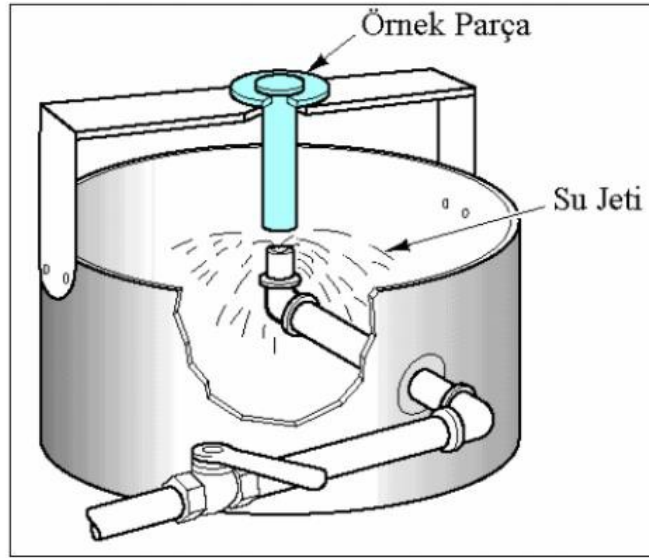


Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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



7. İKİLİ FAZ SİSTEMLERİ

1. DENEYİN AMACI

İkili faz sistemleri deneyinin amacı, serbest enerji eğrisini, denge faz diyagramlarıyla nasıl ilişkili olduğunun arkasındaki termodinamik prensipleri anlamak ve soğuma eğrilerinden ikili bir faz diyagramı oluşturabilmektir.

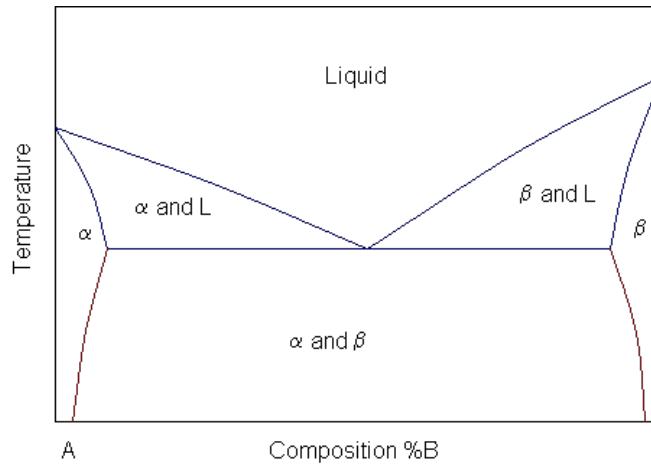
2. TEORİK BİLGİLER

2.1. GİRİŞ

Faz diyagramı metalurjinin önemli bir parçasıdır. Karışımın denge durumunu gösterirler ve dolayısıyla verilen bir sıcaklık ve kompozisyonda, hangi fazın ve hangi miktarda olabileceğini hesaplayabilir.

Faz diyagramlarının arkasındaki ana teori, karışım soğutulup faz değiştiğinde açığa çıkan gizli ısıya dayanmaktadır. Bunun anlamı, farklı kompozisyonların değişimi sıcaklık ve zaman grafiklerini çizerek, hangi sıcaklıkta farklı fazların oluştuğunu görmek mümkün olmalı.

Kabaca bir ikili faz diyagramı çizmek oldukça kolaydır, fakat faz diyagramının üst kısmından okuma almak oldukça hızlı olmasına rağmen, bu oldukça fazla zaman alır ve böylece bir katı faz değişimi olduğu zaman değişimleri izlemek için daha hassas ekipmanlar kullanılır. Basit bir ikili faz diyagramı Şekil 1 de gösterilmiştir.



Şekil 1 Tipik bir basit ikili faz diyagramının şematik gösterimi.

Sırasıyla L-sıvı, A ve B iki bileşen, α ve β ise A ve B'ye zengin iki katı fazdır. Mavi çizgiler erime ve katılaşma eğrilerini ifade ederler ve ölçümleri oldukça basittir. Kırmızı çizgiler katı-katı dönüşüm içerir ve dolayısıyla daha hassas ekipmanlar gerekir.

Fakat, faz diyagramlarının arkasında daha problemliler ve kompleks sistemleri tahmin edebilen birçok termodinamik teori vardır, ve bütün stabil fazların toplanması oldukça uzun zaman



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

alabildiği ve bu tarz pratik uygulamalar için her zaman yeterli vakit olmadığı için, bu faz diyagramlarının daha hızlı oluşturulmasına yol açar.

Hatırlanması gereken önemli bir nokta, bir faz diyagramı her zaman denge fazları göstermelidir ve dolayısıyla kinetik problemlerden dolayı daha düşük sıcaklıklarda bunların elde edilmesi zordur. Hatta yüksek sıcaklıklarda, sistem soğudukça katının tamamıyla dengeye ulaşması için gerekli zamanda problem olabilir.

2.2 TERMODİNAMİK: TEMEL İFADELER

2.2.1 İç Enerji, U

Bir sistemin iç enerjisi potansiyel ve kinetik enerjilerinin toplamıdır. Birçok uygulama için, iç enerjide dikkate değer ufak bir değişim gereklidir. Bir sistemin dU su;

$$dU = dq + dw = CdT - PdV = TdS - PdV \quad (1)$$

dq sisteme uygulanan ısı, dw sistem üzerine yapılan iş, C ısı kapasitesi, dT sıcaklık değişimi, P basınç, dV hacimdeki değişimdir. Sabit bir hacimde;

$dU = C_v dT$ olarak ifade edilir.

2.2.2 Entalpi, H

İç enerjisinin sabit hacimdeki versiyonudur. Entalpi,

$$H = U + PV$$

Dolayısıyla, entalpideki küçük değişimler için,

$$dH = TdS + VdP \quad (2)$$

Sabit basınçta, $dP = 0$, yani

$$dH_p = C_p dT$$

2.2.3 Entropi, S

Sistemin düzensizliğinin bir ölçüsüdür. Moleküler düzensizlik bakımından, entropi konfigürasyonel düzensizlik (farklı atomların özdeş taraflara dizilmesi) ve atomların ana pozisyonlarında termal titreşimden oluşur. Entropideki bir değişim,

$$dS > \frac{dq}{T} \quad (3)$$

olarak tanımlanır.

* Tersinir bir değişim için; değişim denge durumunun altındadır $dq < TdS$

* Doğal bir değişim için; dengesiz durumun altındadır $dq = TdS$



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

2.2.4 Gibbs Serbest Enerji, G

Gibbs serbest enerjisi bir sistemin denge durumunu ifade etmek için kullanılır. Bu enerji sadece sistemin özellikleriyle ilgilenir, çevresindeki özelliklerle ilgilenmez. Bu düşüncesel olarak faydalı iş yapmak için sistemde bulunan enerji olarak düşünülebilir.

Serbest enerji, G

$$G = H - TS = U + PV - TS \text{ olarak tanımlanır.}$$

Küçük bir değişim için;

$$dG = -SdT + VdP$$

Sabit basınç ve sıcaklıkta olan bir değişim için;

$$dG = -SdT$$

Dolayısıyla;

- $dG = 0$ tersinir (denge) değişimi
- $dG < 0$ tersinir olmayan değişimler

Buradan da anlaşılacağı üzere, G denge durumunda en düşük değerde olmaya eğilimlidir.

2.3 ÇÖZELTİ TERMODİNAMİĞİ

A ve B iki fazın mekanik olarak karıştırıldığı düşünüldüğünde. Eğer bu A ve B atomlarının atom yerlerine rastgele dağılımıyla tek çözelti fazına dönüşüyorsa, o zaman,

- Entalpideki bir değişim A ve B atomları arasındaki etkileşimle ilgilidir, ΔH_{mix}
- Entropideki bir değişim, ΔS_{mix} , atomların rastgele karışımıyla ilgilidir
- Bir karışımın serbest enerjisi,

$$\Delta G_{mix} = \Delta H_{mix} - T\Delta S_{mix} \quad (5)$$

Bir sistemin N atomdan oluştuğu düşünülürse: $x_A N$ A ve $x_B N$ B, $x_A = A$ atomlarının

fraksiyonu and $x_B = 1 - x_A$ B atomlarıdır.

2.3.1 Karışımın Entalpisi

ΔH_{mix} hesaplamasında sadece potansiyel enerjisi teriminin karıştırma esnasında önemli değişim gösterdiği kabul edilmektedir. Bu değişim en yakın komşu atomların birbiriyle etkileşiminden kaynaklanmaktadır. Bir alaşım A ve B atomlarından oluştuğu düşünülürse. Eğer atomlar komşularını (aynı tip) tercih ederse, A atomları toplanma eğimi gösterir aynı şekilde B atomlarında, dolayısıyla daha büyük sayıda A-A ve B-B bağları oluşabilir. Eğer en



yakınındakini tercih etmezlerse daha çok sayıda A-B bağları oluşur. Eğer bir tercih olmazsa A ve B atomları rastgele dağılıbilir.

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Laboratuvar-II Deney Föyü



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

w_{AA} en yakın A-A komşuları arasındaki etkileşim enerjisi,

w_{BB} en yakın B - B için ve

w_{AB} en yakın A-B içindir.

Atomlar arasındaki mutlak ayırım için otansiyel enerjileri sıfır oldukça, bütün bu enerjiler negatiftir.

Her bir A ve B atomukoordinasyon sayısına sahiptir z .

Dolayısıyla, en yakın komşu atom çiftlerinin toplam sayısı $Nz/2$ dir.

A-A olasılığı $= X_A^2$

B-B olasılığı $= X_B^2$

A-B olasılığı $= 2X_A X_B$

Bir katı çözelti için toplam etkileşim enerjisi,

$$H - U = \frac{zN}{2} (X_A^2 w_{AA} + X_B^2 w_{BB} + 2X_A X_B w_{AB})$$

$$\text{Saf A için, } H_A = \frac{zN}{2} w_{AA}$$

$$\text{Saf B için, } H_B = \frac{zN}{2} w_{BB}$$

Böylece karışımın entalpisi,

$$\Delta H_{mix} = \frac{zN}{2} X_A X_B (2w_{AB} - (w_{AA} + w_{BB})) \quad (6)$$

şeklinde verilir.

Etkileşim parametersinin aşağıdaki gibi tanımlayabiliriz;

$$W = \frac{zN}{2} (2w_{AB} - (w_{AA} + w_{BB}))$$

Dolayısıyla,

$$\Delta H_{mix} = W X_A X_B$$

- $W > 0$ durumunda A-A ve B-B etkileşimi A-B etkileşimden enerjik olarak daha uygundur. Yani, So, $\Delta H_{mix} > 0$ ve A ca zengin ve B ce zengin çözelti oluşumu eğilimindedir.
- Eğer A-B etkileşimi A-A ve B-B etkileşiminden enerjik olarak daha mümkün olursa. $W < 0$, $\Delta H_{mix} < 0$, ve düzenli yapılar ya da ara bileşikler oluşumu eğilimindedir.
- Son olarak, eğer çözelti ideal ve bütün etkileşimler enerjik olarak eşdeğerse, o zaman $W = 0$ ve $\Delta H_{mix} = 0$ dır.



2.3.2 Karışımın Entropisi

Boşluğun her molü,

$$\Delta S_{mix} = -kN(X_A \ln X_A + X_B \ln X_B) = -R(X_A \ln X_A + X_B \ln X_B) \quad (8)$$

(Bu sonuç Stirling yaklaşımının kullanılmasından ortaya çıkmaktadır.) N = Avogadro sayısı, ve $kN = R$, gaz sabiti. A bir ΔS_{mix} karşı x_A grafiği ΔH_{mix} den farklı şekle sahiptir. Eğri $x_A = 0$ ve $x_A = 1$ de sonsuz eğime sahiptir.

Karışımın serbest enerjisi;

$$\Delta G_{mix} = \Delta H_{mix} - T\Delta S_{mix} = W X_A X_B + RT(X_A \ln X_A + X_B \ln X_B) \quad (9)$$

şeklinde verilir.

- $W < 0$ için, ΔG_{mix} bütün sıcaklıklarda negatiftir ve karışım ekzotermiktir.
- $W > 0$ için, ΔH_{mix} pozitiftir ve karışım endotermiktir.

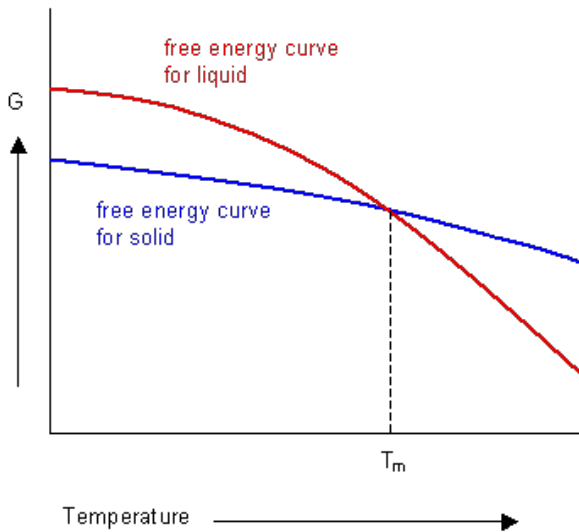
2.4 SERBEST ENERJİ EĞRİLERİ

Herhangi bir faz için, G serbest enerji, sıcaklık, basınç ve kompozisyona bağlıdır.

2.4.1 Saf Malzemeler

Saf malzemelerde kompozisyon değişmez ve basınca çok az bağlıdır. Dolayısıyla serbest enerjisi değişimi en yüksek sıcaklıkla değişir.

En düşük serbest enerjiye sahip faz verilen bir sıcaklıkta en stabil olabilir. Bir malzemenin katı ve sıvı fazlarının serbest enerjilerinin eğrileri Şekil 2 de çizilmiştir. Erime sıcaklığının altında katı faz en stabildir ve bu sıcaklığın üzerinde sıvı faz stabildir. İki eğrinin kesiştiği erime sıcaklığında katı ve sıvı fazlar dengededir.



Şekil 2 Katı ve sıvı erime noktasına yaklaştığında serbest enerjileri arasındaki farklılık.



2.4.2 Çözeltiler

Birden fazla bileşen içeren bir çözelti durumunda, bu çözeltinin serbest enerjisi onun kompozisyonunun yanı sıra sıcaklığına bağlı olabilir. Bu karışımın serbest enerjisinin üstünde;

$$\Delta G_{mix} = \Delta H_{mix} - T\Delta S_{mix} = W X_A X_B + RT(X_A \ln X_A + X_B \ln X_B) \quad (9)$$

gösterilir.

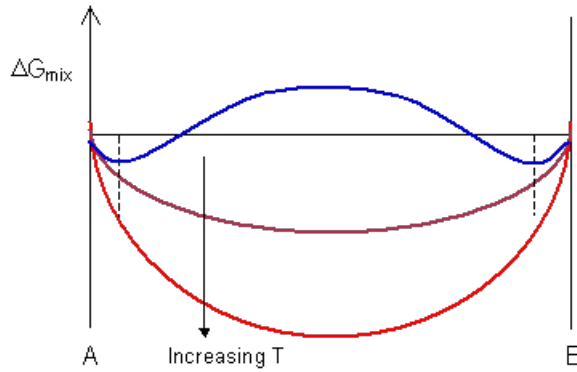
ΔG_{mix} eğrisinin şekli sıcaklığa bağlıdır. Şekil 3 de gösterilen pozitif ΔH_{mix} değeri, düşük sıcaklıklarda eğri üzerinde bir maksimuma yol açar. ΔS_{mix} gradyanı $x_A = 0$ ve $x_A = 1$ de sonsuz iken, düşük çözünen içeren konsantrasyonlar için ΔG_{mix} her zaman negatiftir.

Yüksek sıcaklıklarda, tam çözelti ve bir tek minimum sahip bir eğri vardır. Düşük sıcaklıklarda, eğri bir maksimum ve iki minimum sahiptir. İki minimum arasındaki kompozisyon aralığında (kesikli çizgilerle belirtilmiş) iki fazlı bir karışım tek-fazlı bir çözeltiden daha stabildir.

Düzenli bir katı çözeltinin serbest enerjisi ΔG_{sol} , karışımın toplam enerjisi ΔG_{mix} ve erimenin serbest enerjisi ΔG_{fus}

$$\Delta G_{solution} = \Delta G_{mix} + \Delta G_{fusion} \quad (11)$$

olarak ifade edilir.



Şekil 3 ΔH_{mix} ve T nin ΔG_{mix} üzerine etkisi.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

2.4.3 Erimenin serbest enerjisi

Bir sıvı katılaşırken, atomlar hareket ederek yakınlaştıkça ve kristal katı bir form oluşturdukça, donma serbest enerjisinde değişimler olur. Saf bir k bileşen için Richard kuralını kullanarak deneysel olarak hesaplanabilir:

$$\Delta G_{fusion} = -9.5 (T_m - T) \quad (10)$$

T_m erime sıcaklığı, T mevcut sıcaklık.

- $\Delta G_{fusion} = 0$ bileşen erime sıcaklığında.
- $\Delta G_{fusion} < 0$ bileşenin erime sıcaklığının altında.
- $\Delta G_{fusion} > 0$ bileşenin erime sıcaklığının üstünde.

2.5 FAZ DİYAGRAMLARI

2.5.1 Basit bir Faz Diyagramı

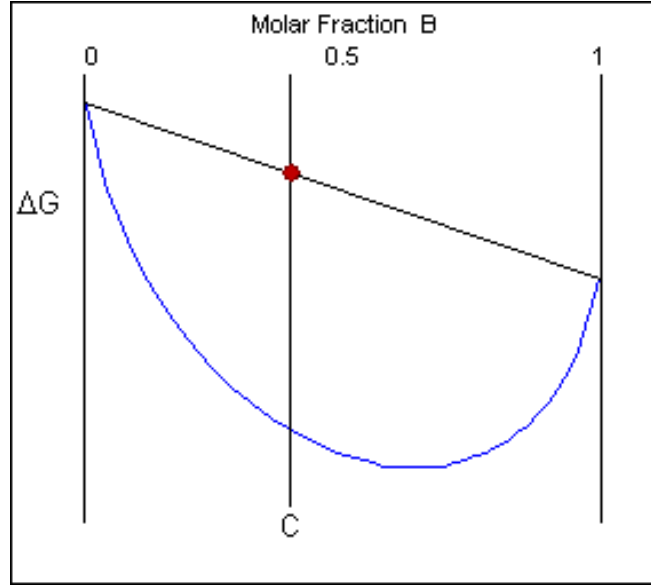
Serbest enerji eğrileri bir sistemde en stabil fazın, verilen bir sıcaklıkta ve kompozisyon için en düşük serbest enerjili faz ya da faz karışımının belirlenmesinde kullanılır. Bir alaşım katı fazı için serbest enerji eğrisinin bir şematiği Şekil 4 de gösterilmiştir. Katı ister bir karışım olarak ya da A ve B homojen çözeltisi olarakta bulunsa göstermiştir. Şekil 4 ve 5 bir alaşımın farklı serbest enerjiyle farklı konfigürasyonda oluşan C kompozisyonunu gösterir. Şekil 4 de A ve B nin karışmamış serbest enerjisi diagonal siyah çizgi olarak gösterilmiştir. C kompozisyonundaki bu karışımın serbest enerjisi kırmızı nokta olarak gösterilmiştir.

Sistemlerin çoğu için birden fazla faz ve ilgili serbest enerji eğrisi olduğu düşünülmelidir. Verilen bir sıcaklıkta bir sistem için en stabil faz kompozisyonla değişim gösterebilir. Sistem verilen sıcaklık ve kompozisyonda tümüyle en stabil fazdan oluşsa bile, eğer iki fazın keşimlerinin serbest enerji eğrileri, bütün sistemden farklı olarak iki fazın karışımı olan bir kompozisyon en stabil konfigürasyonudur.

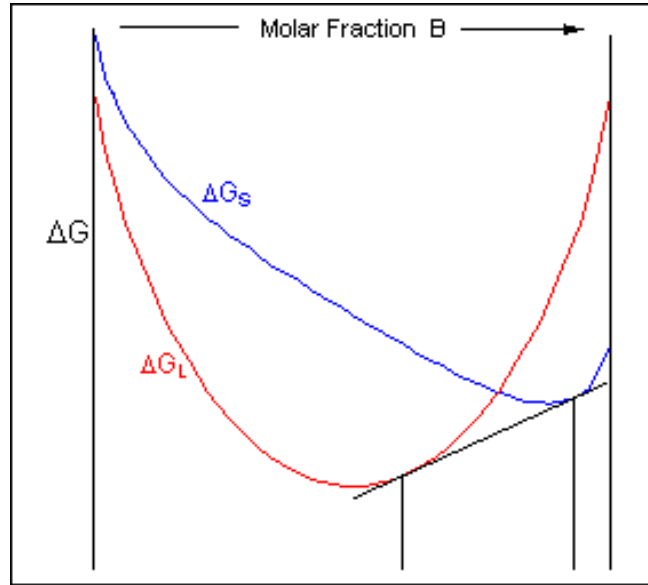
Verilen iki fazlı yapıdaki herhangi bir sistemin toplam serbest enerjisi, bir serbest enerji grafiğinde söz konusu iki fazı düz bir doğru ile bağlayarak bulunur. İki serbest enerji eğrisine ortak bir tanjant çizgisi çekilirse bütün sistemin en düşük serbest enerjisi üretilebilir. Çizgi serbest enerjiyle karşılaştığı yerde her bir fazın kompozisyonunu tanımlar. Tek ve iki fazlı bölgeler arasındaki sınırlar faz diyagramındaki katılaşma ve erime eğrilerini gösterir.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



Şekil 4 a (çözelti) fazı için molar serbest enerji eğrisi.

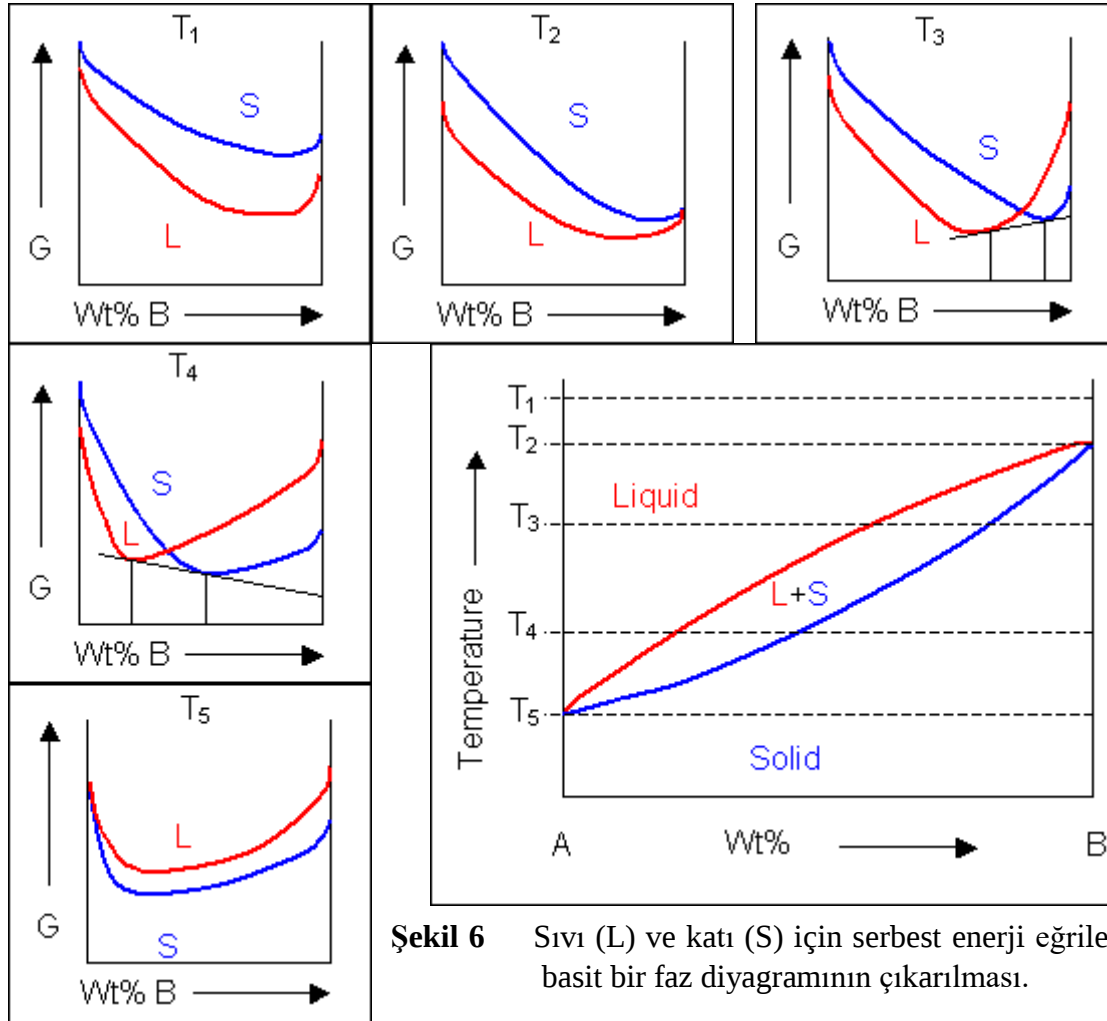


Şekil 5 Katı ve sıvı fazlar ve dengedeki ortak tanjant uygulaması için molar serbest enerji eğrileri.

Sıcaklık denge durumundaki katı ve sıvının kompozisyonunu değiştirir ve faz diyagramında katılaşma ve erime eğriler oluşturur. Şekil 6 da bir ikili sistem faz diyagramında gösterilen bir sıcaklık aralığındaki katı ve sıvı fazların serbest enerji eğrileri boyunca görülebilir.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



Şekil 6 Sıvı (L) ve katı (S) için serbest enerji eğrilerinden basit bir faz diyagramının çıkarılması.

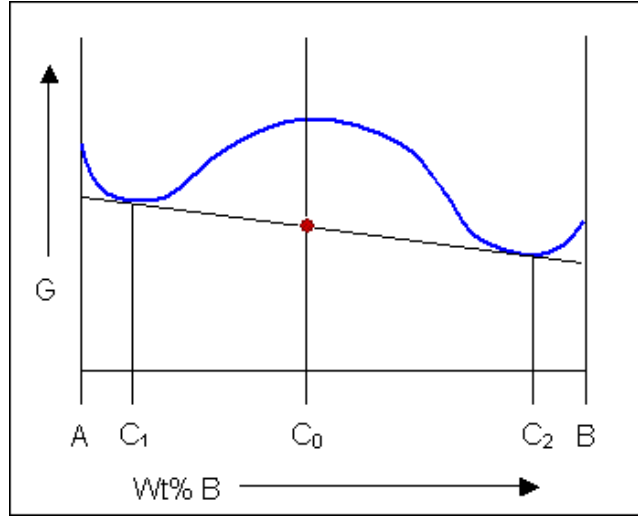
2.5.2. Basit Ötektik Sistemler

Serbest enerji eğrileri ve faz diyagramları bütün kompozisyonlarda ve sıcaklıklarda çözelti olarak bulunan bütün sistemler için basit bir faz diyagramında tartışılacaktır. Çoğu gerçek sistemde bu durum olmaz. Bu benzer olmayan komşu atomlar arasındaki olumsuz etkileşimden kaynaklı pozitif bir ΔH_{mix} dan dolayıdır. Sıcaklık düştükçe ΔH_{mix} terimi daha önemli hale gelir ve eğri daha önceden tanımlanan iki minimum ve bir maksimum eğri sonucunda orta kompozisyonda yükselen tarafa döner, Sonra bir ortak tanjant iki minimum arasına çizilir bu iki farklı fazın karışımı olarak mevcut sistemin kendi serbest enerjisini düşürdüğü gösterir.

C_0 kompozisyonundaki bir sistemin serbest enerjisi, C_1 and C_2 kompozisyonlarında iki katı fazın karışımı olarak minimize edilebilir.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



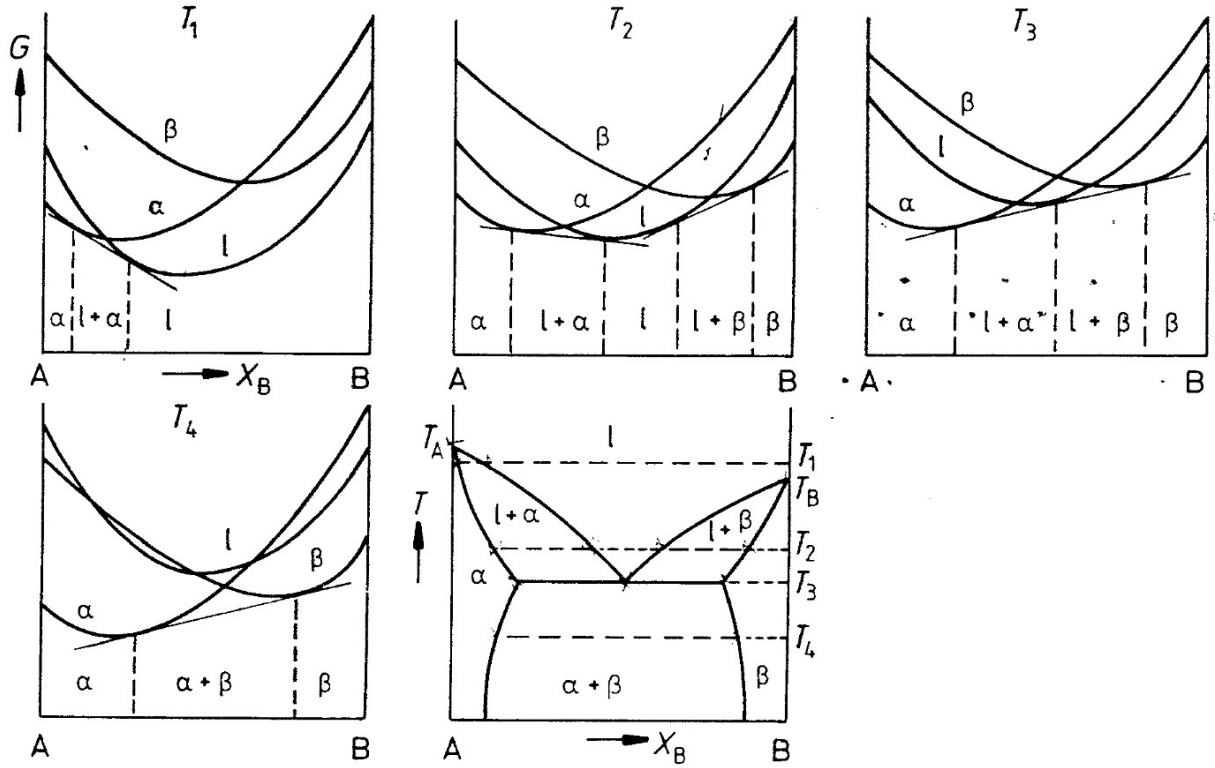
Şekil 7 Denge durumunda, C_0 alaşımı G_0 minimum serbest enerjisine sahiptir, $C_1 + C_2$ nin karışımı olduğunda.

Bu etki bir sistemin tek faz katılaşıırken soğumada iki ayrı katı faza ayrışmasına sebep olabilir (Cr-W).

Diğer muhtemel bir sonuç, sıvının serbest enerji eğrisi sıcaklığın bir katı çözelti oluşturmasından daha yüksek olmadan önce katının serbest enerji eğrisi ile kesişir. Sıcaklık arttıkça, sıvının serbest enerji eğrisi katının eğrisine göre aşağı tarafa hareket eder ve iki parça katı serbest enerji eğrisi ve bir parça sıvı serbest enerji eğrisi ile ortak tanjantın bağlantı olduğu pozisyona ulaşır. Bu sıcaklıkta, üç faz dengededir. Burada sistem ötektik sıcaklığında dengededir ve üç faz ortak bir tanjant ile birbirine bağlıdır.

Bu ötektik sıcaklığı olarak bilinir. Bu sıcaklıkta bir kompozisyonda iki katı faz tek bir sıcaklıkta karşılıklı olarak katılaşabilir. Bu ötektik kompozisyonudur. Bu sistemin en düşük erimen noktası gösterdiği kompozisyonudur.

Ötektiğin üzerindeki sıcaklıklarda iki ortak tanjant aynı sıcaklıkta iki iki-fazlı bölge üretirler. İki farklı katı fazlar genellikle α ve β olarak isimlendirilirler. Dolayısıyla ötektik sistem bir ötektik sabit-reaksiyon çizgisinin olduğu bir V içeren ötektik nokta erime eğrisine sahiptir. Burada bir ötektik faz diyagramı örneği vardır. α ve β ikisi de katı fazlardır. Faz diyagramındaki iki-fazlı katı bölge alaşımın ötektikaltı ya da ötektiküstü olmasına bağlı olarak ötektik ve α ya da β fazının karışımından oluşabilir. Denge durumu altındaki bir alaşım bileşenleri onun faz diyagramından bulunabilir.



Şekil 8 Herbir katı fazın farklı kristal yapılarına sahip olduğu ötektili faz diyagramının elde edilmesi.

2.6 SOĞUMA EĞRİLERİNİN YORUMLAMASI

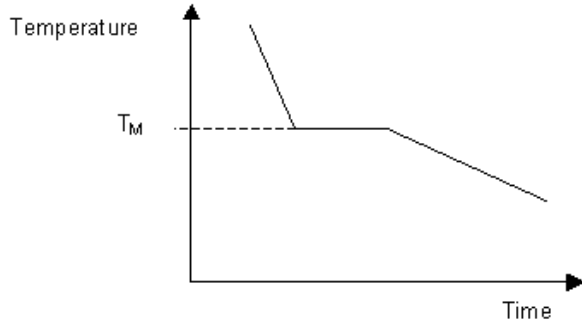
Sabit basınçta herhangi bir saf metalin erime sıcaklığı (bir- bileşenli sistem) tek benzersiz bir sıcaklıktır. Sıvı ve katı fazlar sadece bu denge sıcaklığında bir arada bulunabilir. Erime sıcaklığına ulaşana kadar, erimiş malzemenin sıcaklığı sabit bir şekilde düşürülür.

Bu sıcaklıkta malzeme kristalleşmeye başlar, malzeme boyunca sabit sıcaklık sağlayan katı sıvı arayüzeyinde gizli ısı gelişmesine neden olur. Katılaşma tamamlandığında, sabit soğuma durur. Katılaşma esansında soğumadaki bu bekleme, sıcaklık zaman eğrilerinde malzemenin erime noktasını belirlemeyi sağlar.

İki ya da daha fazla bileşenden oluşan sistemlerin çoğu katı ve sıvı fazların dengede olduğu durumlarda bir sıcaklık aralığı gösterir. Tek bir erime sıcaklığı yerine, sistem sıvılaşma ve katılaşma olarak iki farklı sıcaklığa sahiptir, sıvıdan katıya geçişin tanımlanması gerekir.



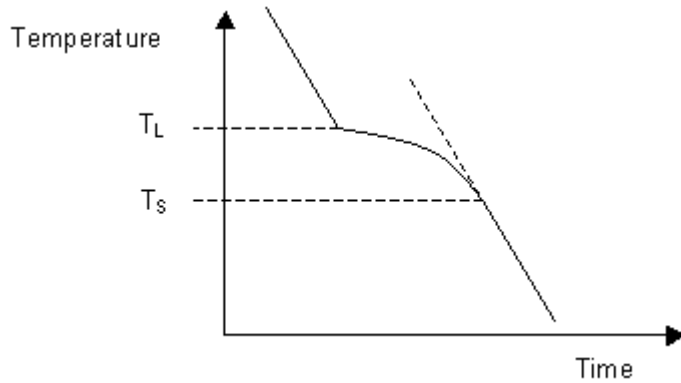
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



Şekil 9 Saf malzemeler için sıcaklık-zaman eğrisi.

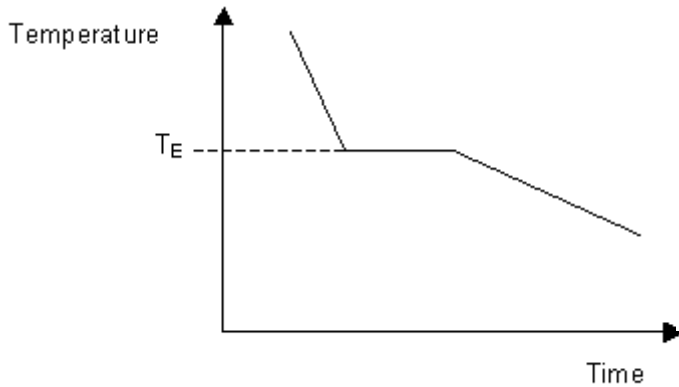
Sıvılaşma sıcaklığı üzerindeki sistem tamamen sıvıdır, katılaşma sıcaklığının altında ise tamamen katıdır. Bu iki nokta arasında katı ve sıvı fazlar dengededir. Sıvılaşma eğrisi sıcaklığına ulaşıldığında katılaşma başlar ve gizli ısının gelişmesi soğuma hızında bir azalışa neden ve soğuma eğrisi değişiminde nihai bir azalışa yol açar.

Katılaşma tamamlana kadar, katılaşma eğrisi sıcaklığı belirlenene kadar soğuma eğrisi tekrar değişir. Diyagramın altında görüldüğü üzere, gradyanındaki bu değişim sıvılaşma eğrisi sıcaklığı T_L ve katılaşma eğrisi sıcaklığının T_S tanımlanmasını sağlar.



Şekil 10 İki bileşenli bir sistemde sıcaklık-zaman eğrisi.

Soğuyan malzeme ötektik kompozisyonda olduğunda, bütün yapının katılaşması tek bir sıcaklıkta meydana gelir. Bu da ötektik sıcaklığında katılaşan bir sistemin tek-bileşenli bir sistemle benzer şekilde soğuma eğrisi göstermesine sebep olur.



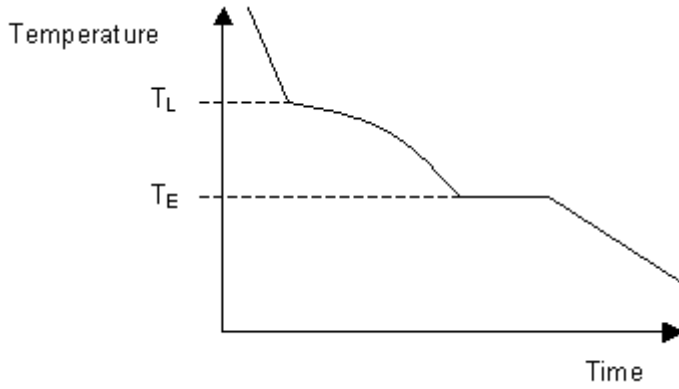
Şekil 11 Ötektik kompozisyondaki ikili bir ötektik sistem için sıcaklık-zaman eğrisi.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Ötektikaltı ve ötektiküstü alaşımların katılaşmasında, ilk olarak sıvıdan farklı bir kompozisyonda tek bir faz katılaşır. Soğuma devam ettikçe bu sıvı kompozisyonun ötektik kompozisyona yaklaşmasına neden olur. Sıvı ötektik sıcaklığına ulaştığında, iki faz karışımı katı bir ötektik formda katılaşır ve ötektik kompozisyonudur.

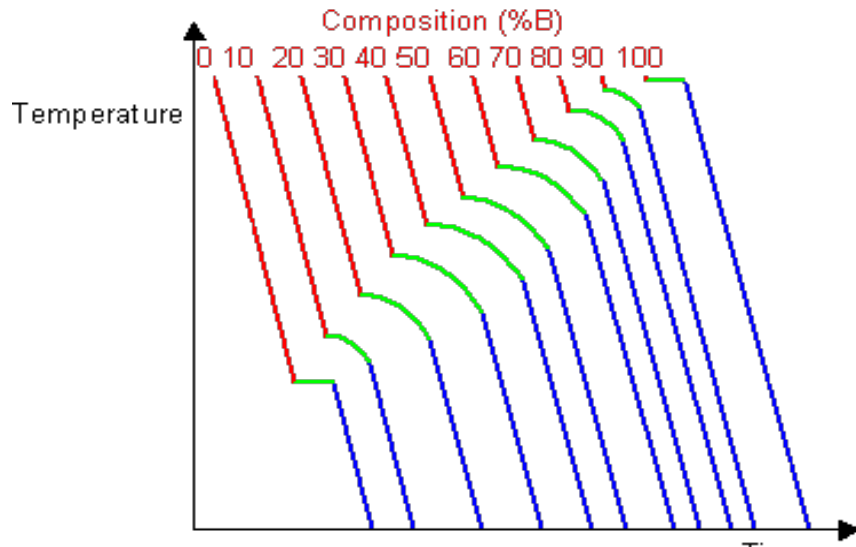
Ötektiğin oluşumu katılaşma tamamlanana kadar sistemin soğumasının durmasına neden olur. Soğuma eğrisi sonuçlarındaki iki bölümde, yokuşlu kısım tek fazın, düz yer ötektiğin katılaştığı yeri gösterir.



Şekil 12 Ötektik kompozisyonun altındaki ve üstündeki bir ikili sistem için sıcaklık-zaman eğrisi.

Aynı sistemden bir kompozisyon aralığında katılaşma ve erime sıcaklıkları alınarak her bir kompozisyonun erime ve katılaşma eğrileri faz diyagramlarının belirlemek için eşleştirilerek belirlenebilir.

Aynı sistem için soğuma eğrilerinin altına farklı kompozisyonlar zaman ekseninde yer değiştirilerek kayıt edilir. Kırmızı bölgeler malzemenin sıvı olduğu, mavi bölgeler malzemenin katı olduğu ve yeşil bölgelere katı ve sıvı fazların dengede olduğu yerlerdir.

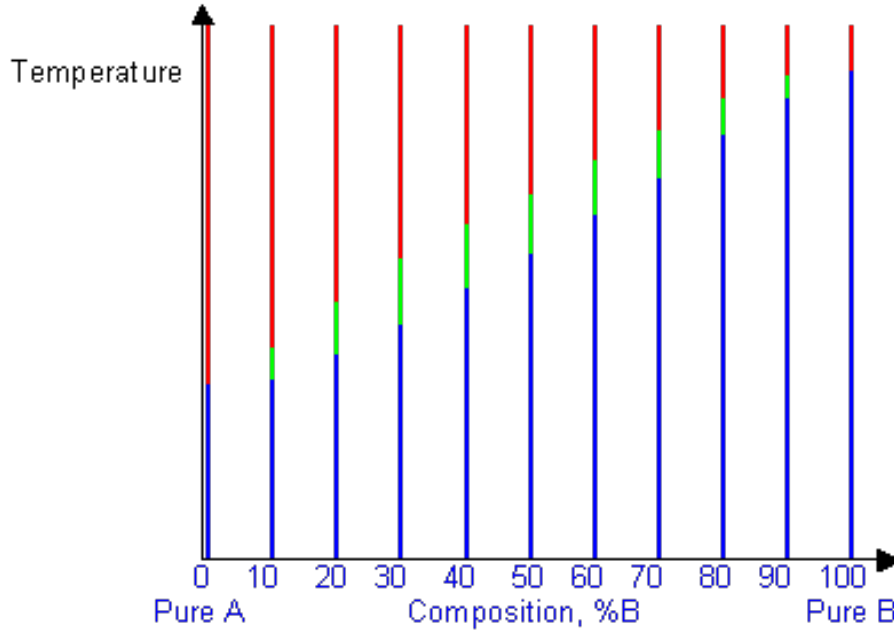


Şekil 13 Farklı kompozisyonlardaki ikili ötektik sistemler için sıcaklık-zaman eğrileri.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Zaman eksenin eğrilerden çıkartılıp yerine kompozisyon getirilerek, soğuma eğrileri verilen bir kompozisyon için katılaşma ve erime eğrilerinin sıcaklığını gösterir. Bu faz diyagramı üretmek için katılaşma ve ergime eğrilerinin çizilmesini sağlar.



Şekil 14 Soğuma eğrilerinden basit faz diyagramlarının çıkarılması.

3. EKİPMAN ve MALZEMELER

Ekipman: Vakum ergitme fırını, veri kaydedici, bilgisayar

Malzemeler: Metaller (Pb ve Sn), grafit kröze, temokupllar, (K tip)

4. DENEYSEL PROSEDÜR

Bir faz diyagramı oluşturmanın en kolay yolu sıvının soğuyarak katıya döndüğü sıvı sıcaklığına karşı zaman grafiği çizmektir. Soğuma eğrisinin yorumlanmasında tartışıldığı üzere, katılaşma ve erime eğrileri grafikte gizli ısının yayınımdan dolayı soğuma geciktirildiği noktalar olarak görülebilir.

Farklı kompozisyonlardaki iki metalin alaşımlarının soğuma eğrilerini kaydederek faz diyagramları hakkında bilgi sahibi olmak için bir deney uygulanabilir. Laboratuvarda hızlı ve kolay bir şekilde ısıtılıp soğutulabildiği için, düşük ergime sıcaklığına sahip kalay-kurşun (Sn-Pb) bu örnek için seçilmiştir. Dolayısıyla, saf kalaydan %10 kurşun içeren alaşıma kadar 3 farklı kompozisyon kullanıldığı deney makul süre içerisinde gerçekleştirilebilir. Bütün kompozisyonlar ağırlıkça ölçülür.

Pb ve Sn kullanarak yaklaşık olarak 100 mm uzunluğunda ve 30 mm çapında grafit kröze içerisinde hedeflenen kompozisyonda erimiş bir alaşım üretmek için yeterli miktarda metalik

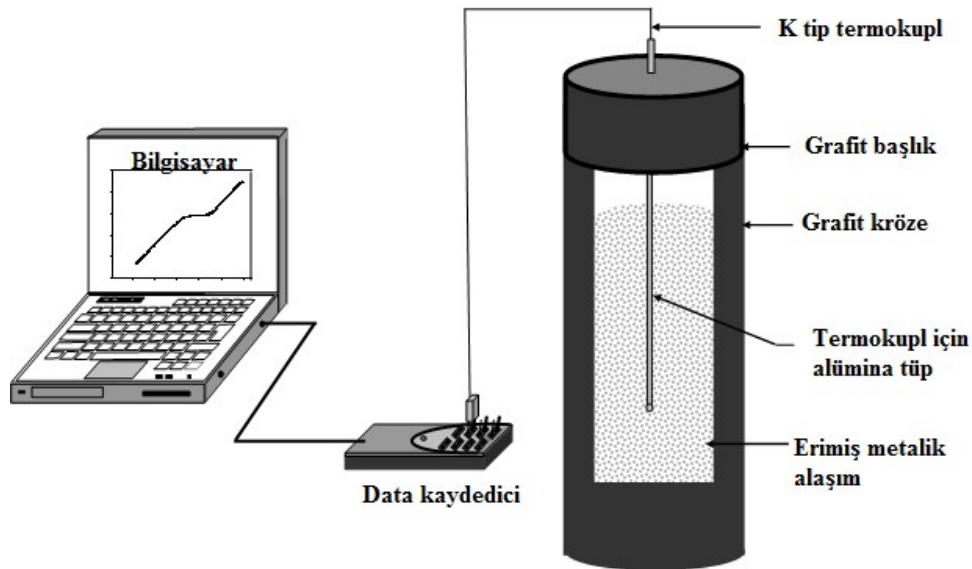


Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

malzemelere vakumlu bir fırında eritilmiştir. Vakum ergitme fırının resmi Şekil 15’de gösterilmiştir ve 1100°C ye kadar kullanılabilir. Sn ve Pb nin saflıkları %99.99 dur. Karıştırma sonrası, erimiş metalik alaşım içeren grafit kröze dışarı çıkartılır ve termokuplı grafit kapak krözenin üstüne yerleştirilir. Termokuplın ucu erimiş alaşımın sıcaklık-zaman eğrisini kaydetmek için data kaydedicisine bağlanır. Soğuma eğrisi kaydedici sistem Şekil 16’da şematik olarak gösterilmiştir. Metalik alaşımın sıcaklığı ergime sıcaklığının 20°C altına düştüğünde kayıt durdurulur.



Şekil 15 Vakum ergitme fırını.

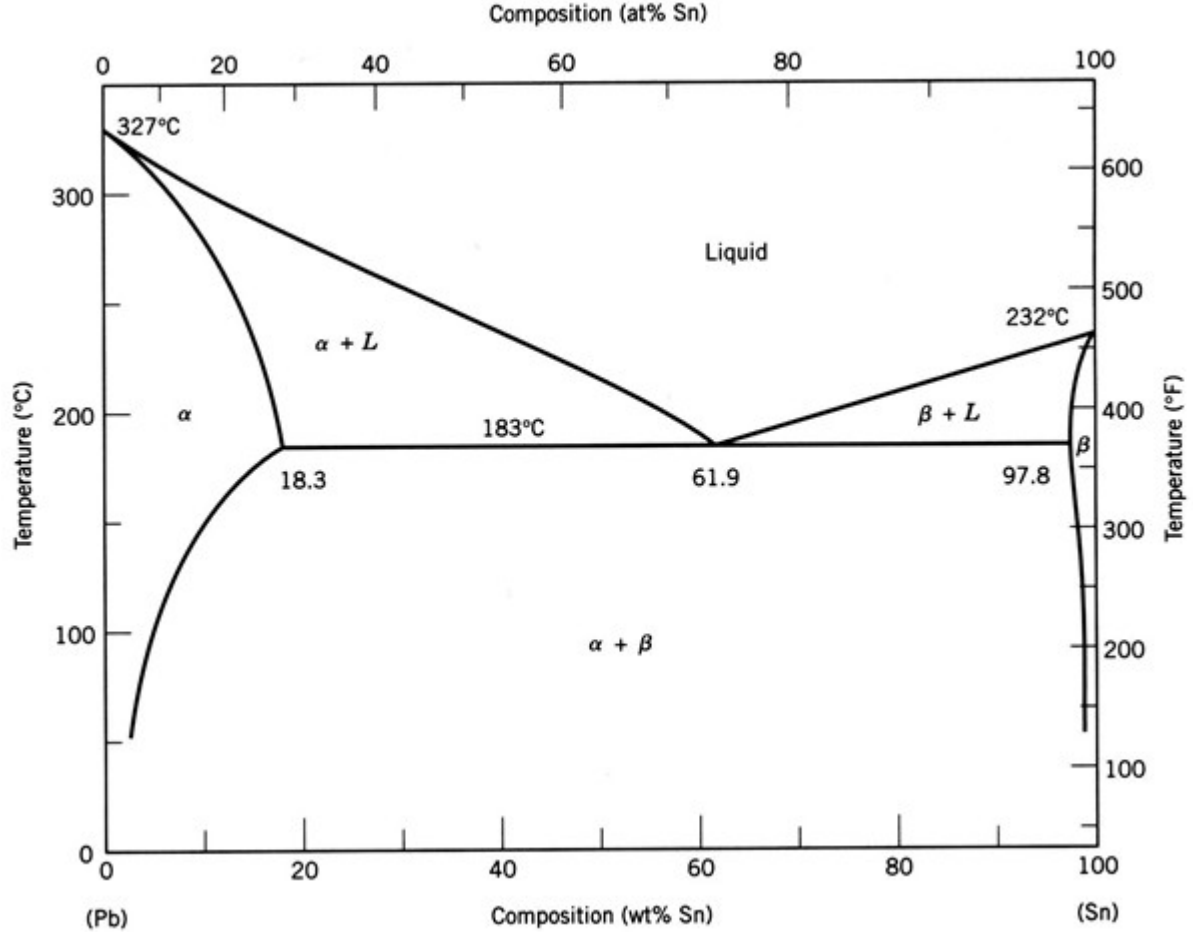


Şekil 16 Metalik alaşımların soğuma eğrisini elde etmek için bir tipik deneysel düzeneğin şematik gösterimi.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Pb-Sn ikili sisteminin faz diyagramı şekil 17 de gösterilmiştir.



Şekil 17 Pb-Sn ikili sisteminin faz diyagramı.

5. İSTENENLER VE ÖDEVLER

1. İkili faz diyagramlarının deneysel metodu ve prosedürü hakkında ayrıntılar veriniz.
2. Sn-Pb ikili sisteminde üç farklı kompozisyon için ölçülmüş olan katılaşma ve ergime sıcaklıklarını kullanarak Sn-Pb ikili alaşımının Sn ce zengin tarafına ait faz diyagramını çiziniz.

6. KAYNAKLAR

1. Porter, D. A. and Easterling K, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 2nd edition, Routledge, 1992.
2. Smallman, R. E, *Modern Physical Metallurgy*, Butterworth, 1985.
3. John, V, *Understanding Phase Diagrams*, Macmillan, 1974.



8. BİYOSERAMİK DOKU İSKELESİ ÜRETİMİ

1. DENEYİN AMACI

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

2. TEORİK BİLGİLER

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

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

2.1 KEMİĞİN YAPISI

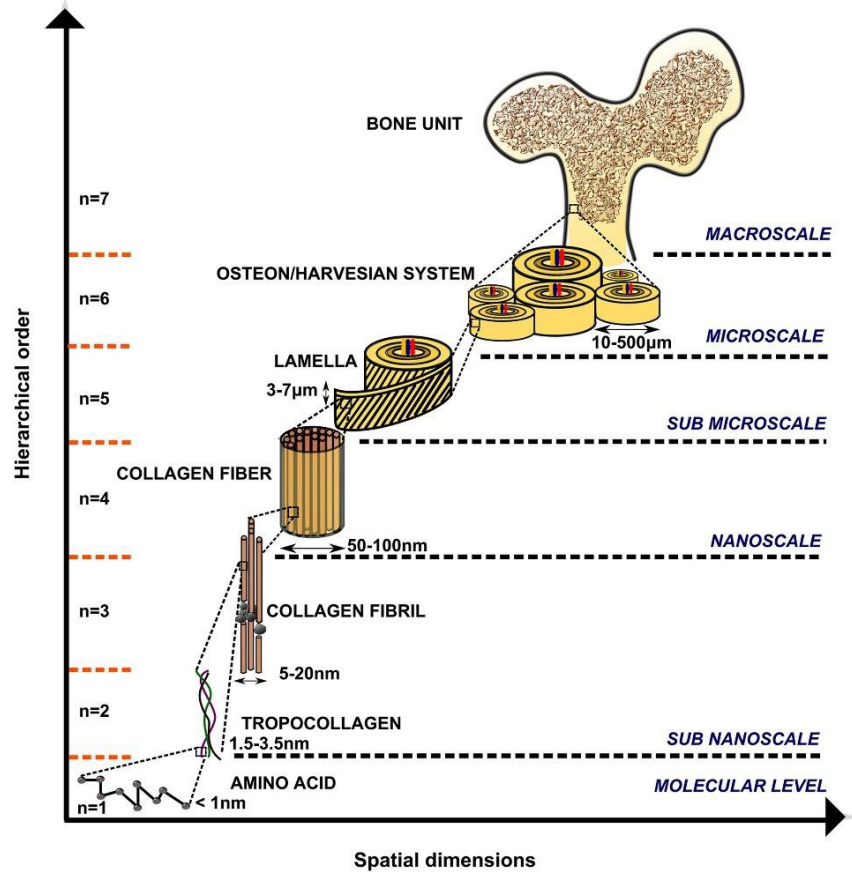
Kemik, makro düzeyden nano düzeye kadar iyi bir şekilde organize olmuş doğal bir kompozit yapıdır (Şekil 1). Kemiğin organik kısmının temel bileşeni kollajen (polimer) ve inorganik kısmının temel bileşeni ise hidroksiapatit (seramik) mineralidir. En önemli iki kemik tipi kortikal ve süngerimsi kemiktir.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

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

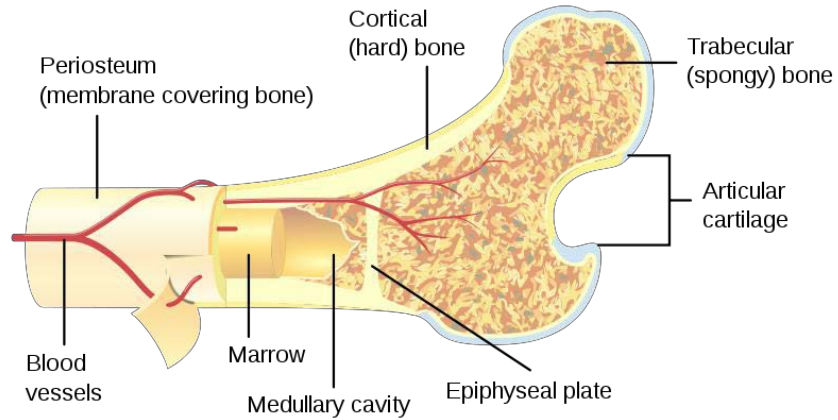
Osteoporoz, kemik yıkımının kemik yapımından daha hızlı meydana gelmesi sonucu ortaya çıkan bir hastalıktır. Bu hastalık trabeküllerin incelmesine neden olarak toplam kemik yoğunluğunda ve mukavemetinde bir azalmaya yol açar. Hastalık sonunda özellikle kalça, bilek, diz ve omurgada kemik kırılması meydana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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



Şekil 1 Çeşitli uzunluk ölçeklerinde kemiğin hiyerarşik düzenlenmesi [2]



Şekil 2 Kemiğin kesiti [3]



2.2 KEMİK ONARICI BİYOMALZEMELER

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

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

2.2.1 Kullanılan Malzeme Türleri

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

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

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

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

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

2.3 DOKU İSKELESİ ÜRETİM TEKNİKLERİ

2.3.1 Geleneksel Üretim Yöntemleri

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

2.3.1.1 Çözücü döküm/Partikül uzaklaştırma

Çözücü döküm/partikül uzaklaştırma yöntemi doku iskelesi üretiminde en çok kullanılan yöntemdir. Bu yöntemde; doku iskelesi üretimi amacıyla, hazırlanan polimer çözeltisine suda çözünebilir partiküller eklendikten sonra, çözelti istenilen şekildeki kalıba dökülmektedir. Çözücünün uzaklaştırılmasının (buharlaştırılması ya da liyofilizasyonu) ardından elde



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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



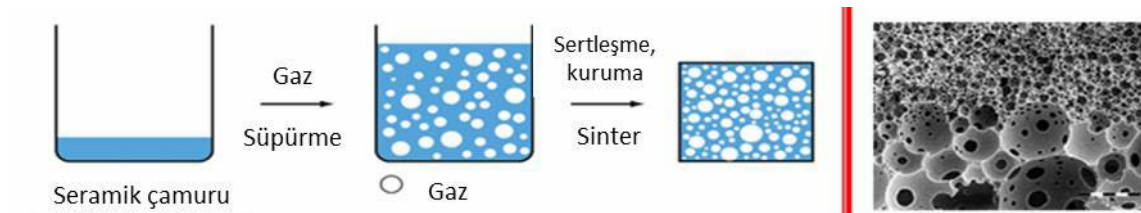
Şekil 3 Çözücü döküm/partikül uzaklaştırma yönteminin şematik gösterimi [6]

2.3.1.2 Gaz Köpükleştirme Yöntemi

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

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

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



Şekil 4 Gaz köpükleştirme yönteminin şematik gösterimi [8]



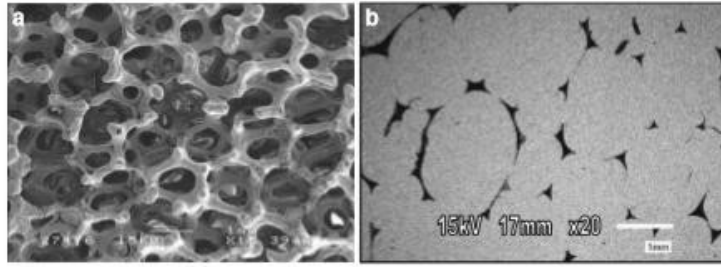
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

2.3.1.3 Replika Yöntemi

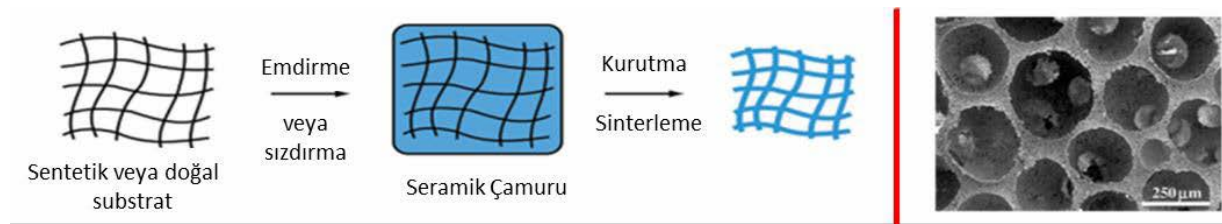
Gözenekli seramik malzemeler üretmek için polimerik köpük substratlar da kullanılabilir. Seramik çamuru ya köpüğe emdirilir ya da köpük seramik çamuru ile kaplanır ve yakma işleminden önce kurummasına izin verilir. Yakma işlemi sırasında polimer substart yanar ve seramik biribrine bağlı gözenekler içeren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

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

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



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



Şekil 6 Replika Yönteminin Şematik Gösterimi [8]

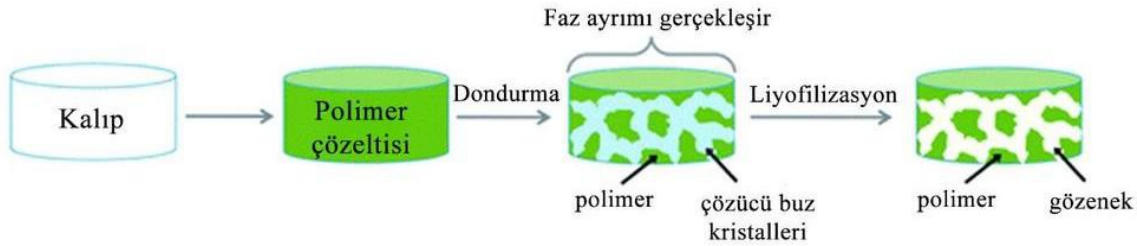
2.3.1.4 Faz Ayrımı Yöntemi

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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



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

2.3.1.5 Fiber Bağlama Yöntemi

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

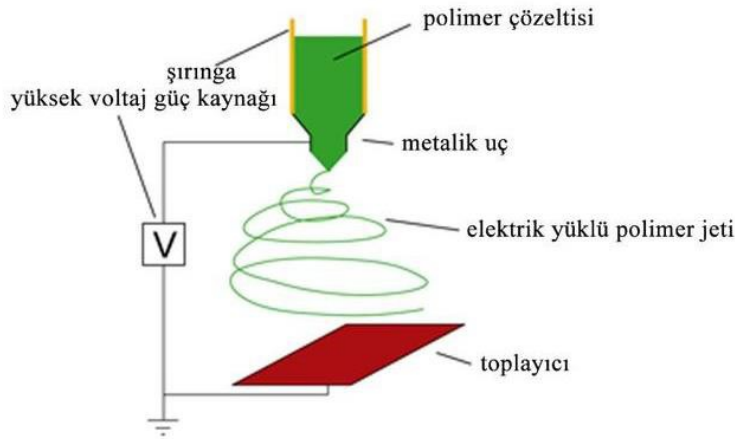
2.3.1.6 Elektroeğirme Yöntemi

Elektroeğirme yöntemi elektrostatik kuvvetler kullanılarak polimerlerin fiber yapıda elde edilmesi esasına dayanmaktadır. Bu yöntemde kapiler bir besleme ünitesinde bulunan polimer çözeltisine yüksek voltaj uygulanır. Oluşan elektrostatik kuvvetler polimer çözeltisinin yüzey



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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



Şekil 8 Elektroegirme yönteminin şematik gösterimi [6]

2.3.1.7 Eriyik Kalıplama Yöntemi

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

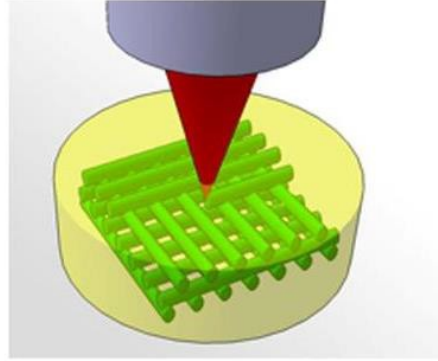
2.3.2 Hızlı Prototipleme Yöntemleri

Hızlı prototip yöntemler, gelişmiş bilgisayar teknolojisine dayanan doku iskelesi üretim yöntemleridir. 3D baskılama, stereolitografi (SLA), eriyik biriktirme yöntemi (fused deposition method- FDM) ve seçici lazer sinterleme (SLS) yöntemleri hızlı prototip yöntemleridir. Bu yöntemlerde karmaşık şekilli yapıların tasarımı bilgisayar destekli tasarım (CAD), bilgisayarlı tomografi (CT) ve manyetik rezonans görüntüleme (MRI) gibi yazılımlar



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

kullanılarak yapılır. Hazırlanan dijital bilgi, cihaz için katman serileri olarak özel kesit formatına çevrilir. Özgün cihazlar kullanılarak işlenen polimer katmanları arasına bağlayıcı yayılmasıyla doku iskelesi üretimi gerçekleştirilir [5]. Bu yöntemler kontrollü gözenek yapısı ve şekline sahip iskele üretimi için başarıyla uygulanmaktadır [1].



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

3. DENEYDE KULLANILAN MALZEMELER VE CİHAZLAR

- Cam ve Diğer Malzemeler: Beher, Baget, Spatül, Mezür, Numune Tartım Kabı, Büret, Ayırma Hunisi, Filtre kağıdı
- Cihazlar: Manyetik Karıştırıcı, pH Metre, Hassas Terazî, Etüv, Sinter Fırını
- Kimyasallar: $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, HCl, NH_4OH , Porojen (Nişasta), Bağlayıcı (Trietil fosfat), Distile su

4. DENEYİN YAPILIŞI

4.1 HİDROKSİAPATİT SERAMİKLERİNİN ÜRETİMİ

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



- 1M kalsiyum nitrat tetrahidrat [$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] ve 1.2M diamonyum hidrojen fosfat [$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$] sırası ile 1L ve 0,5L distile suda ayrı ayrı çözündürülür.
- 4 mL/dk ekleme hızı ile Ca-içeren çözelti, P-içeren çözeltiye eklenir.
- Çözeltinin pH değeri amonyak [NH_4OH] ile 9’a ayarlanır.
- Çözelti 1 s süresince karıştırılır ve daha sonra 24 sa 37°C’de yaşlandırılır.
- Yaşlandırılan seramik çamuru mavi bant filtre kağıdı ile süzülür ve distile su ile yıkanır.
- 80°C’de kurutulan çamur 1 s süresince 900°C’de sinterlenir ve havanda öğütülür.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

4.2 ÇAMUR HAZIRLAMA

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

4.3 REPLİKA YÖNTEMİ İLE DOKU İSKELERİNİN HAZIRLANMASI

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

5. İSTENENLER VE ÖDEVLER

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

6. KAYNAKLAR

- [1] J.R. Jones, L.L. Hench, Regeneration of trabecular bone using porous ceramics, Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. 7 (2003) 301–307. doi:10.1016/J.COSSMS.2003.09.012.
- [2] S. Sankar, C.S. Sharma, S.N. Rath, S. Ramakrishna, Electrospun nanofibres to mimic natural hierarchical structure of tissues: application in musculoskeletal regeneration, J. Tissue Eng. Regen. Med. 12 (2018) e604–e619. doi:10.1002/term.2335.
- [3] No Title, (n.d.). <https://en.wikipedia.org/wiki/Bone>.
- [4] P. Chocholata, V. Kulda, V. Babuska, Fabrication of scaffolds for bone-tissue regeneration, Materials (Basel). 12 (2019) 568.
- [5] A.Y. ARİKAN, A.T.D. KARAKEÇİLİ, Doku iskelelerinin süperkritik karbondioksit ortamında hazırlanması ve karakterizasyonu, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, n.d.
- [6] A.S. Çakmak, Biyofiziksel ve Biyokimyasal Uyaranlarla Desteklenmiş Doku İskeleleri ile Mezenkimal Kök Hücrelerin Osteojenik Farklılaşmasının İncelenmesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2014.
- [7] R. Narayan, Biomedical materials, Springer Science & Business Media, 2009.
- [8] I.J. Kim, J.G. Park, Y.H. Han, S.Y. Kim, J.F. Shackelford, I.J. Kim, J.G. Park, Y.H. Han, S.Y. Kim, J.F. Shackelford, Wet Foam Stability from Colloidal Suspension to Porous Ceramics: A Review, J. Korean Ceram. Soc. 56 (2019) 211–232.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

9. CEVHER HAZIRLAMA

1. DENEYİN AMACI

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

2. TEORİK BİLGİLER

2.1 CEVHER HAZIRLAMADA GENEL TERİMLER

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

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

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

Tenör: Bir cevher içerisindeki metal yüzdesidir.

2.2 CEVHER HAZIRLAMA VE ZENGİNLEŞTİRME

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

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

Cevher hazırlama ekonomik ve teknolojik sebeplerden dolayı uygulanır.

a) Cevher Hazırlamayı Gerektiren Teknolojik Nedenler

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

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Örnek 3. Manyezit cevherinden yüksek kalitede kalsine manyezit veya sinter manyezit üretebilmek için: $\%SiO_2 < \%0,5$ ve $2\text{ mm} < \text{Tane Boyutu} < 30\text{ mm}$ olmalıdır.

b) Cevher Hazırlamayı Gerektiren Ekonomik Nedenler

Temel olarak iki neden vardır:

a) Ocaklardan üretildiği şekilde ekonomik olmayan bir cevherin ekonomik duruma getirmek, (Örneğin, $\%5\text{ Pb}$ içeren bir cevherden doğrudan kurşun metal üretmek hiçbir zaman ekonomik değildir. Cevher hazırlama işlemleri ile kurşun tenörü $\%60$ 'a çıkarılarak ekonomiklik sağlanır.

b) Ocaklardan üretildiği şekilde ekonomik olan bir cevherin ekonomikliğini daha da arttırmak.

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

2.2.1 CEVHER HAZIRLAMA İŞLEMLERİ

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

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

ELEME: Elekler yardımı ile yapılan boyut tasnifidir.

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

2.2.1.1 KIRMA

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

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

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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

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

2.2.1.2 ÖĞÜTME

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

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

2.2.1.3 ELEME

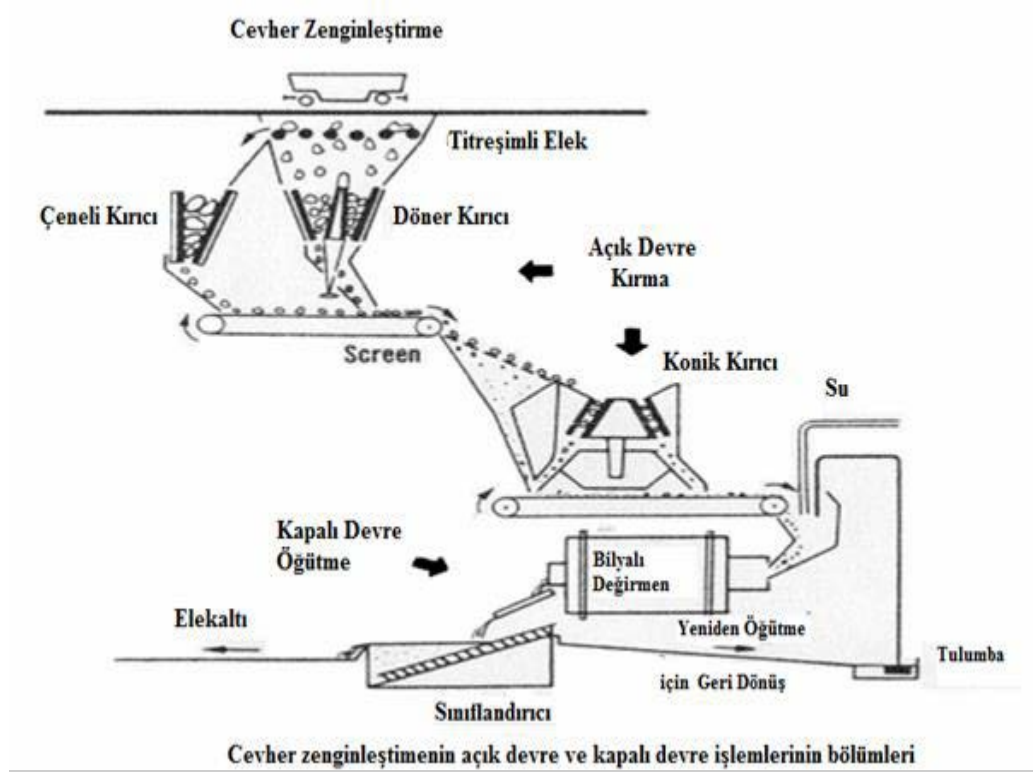
Eleme katı bir malzeme karışımını elekler kullanarak farklı boyutlardaki bileşenlerine ayırma işlemidir. Eleme işleminde kullanılan elekler büyüklüklerine göre sınıflandırılırken "mesh numarası" kavramı kullanılır. Mesh numarası bir elekte birim alan (in^2 veya mm^2) başına düşen delik sayısını göstermektedir.

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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



2.2.2 FLOTASYON

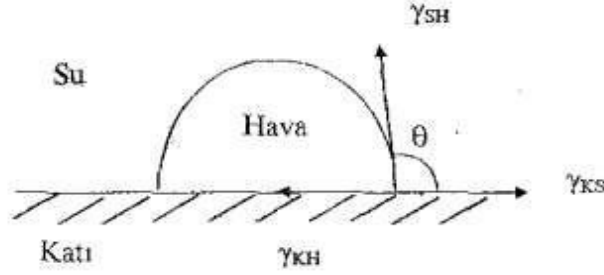
Flotasyonun kelime anlamı yüzdürmektir. Cevher hazırlamada ise flotasyon, bir cevherin içindeki çeşitli minerallerden bazılarını su yüzüne çıkararak suyun dibinde kalan diğer minerallerden ayırma yöntemidir. Bu işlemde minerallerin yüzey özelliklerindeki farklılıklardan yararlanılarak ayırma yapılır.

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü



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

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

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

Minerallerin veya katıların ıslanma ve yüzebilme karakterlerini deneysel ve ampirik olmak üzere pek çok yöntemle tayin etmek mümkündür. Bu tekniklerden elde edilen sayısal değere sahip parametre “kritik ıslanma yüzey gerilimi, γ_c ’dir. Bu γ_c değerinden düşük sıvı yüzey gerilimlerinde mineral bu çözelti tarafından tamamıyla ıslanmak suretiyle hidrofohluk veya yüzebilirlik özelliğini kaybeder. İyi bir temas açısının (katı-sıvı-hava ara yüzeyleri arasında), yani $\theta > 0$ olması için kullanılan sıvının yüzey geriliminin (γ_{SH}) mineralin γ_c değerinden büyük olması gerekmektedir. Bu da flotasyonun başarılı olmasını gerektiren koşullardan birincisidir.

Düşük yüzey enerjili mineraller ($\gamma_c < 72$ din/cm), Kritik Islanma Yüzey Enerjilerinden (γ_c) daha düşük yüzey enerjili sıvılar tarafından ıslatılırlar. Flotasyon sisteminde iki katının selektif olarak ayrılması katılardan birinin flotasyon çözeltisi tarafından kısmen ıslatılırken veya hiç ıslanmazken diğer katının çözelti tarafından tamamen ıslatılmasına dayanır ($\theta = 0$ hali). Kısmen ıslanan katı, hava kabarcığına tutunarak yüzer.

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

Flotasyonun cevher hazırlamada uygulama alanları şunlardır;

Metalik cevherlerin flotasyonu

Metalik olmayan cevherlerin flotasyonu

Katı yakıtların temizlenmesi

Flotasyonun avantajları şunlardır;

Çok ince taneli cevherlerin zenginleştirilebilmesi

Kompleks cevherlerin zenginleştirilmesi



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Sonuç ürün tenorunun istenildiği gibi kontrol edilmesi

Flotasyon ile zenginleştirmede minerallerin yoğunluk farkının önemli olmaması.

Flotasyonun dezavantajları şunlardır;

Gravite ve manyetik ayırma yöntemlerine göre pahalı olması

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

Çevre kirliliğine neden olması

2.2.2.1. Flotasyonda Kullanılan Reaktifler

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

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

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

Kontrol Reaktifleri: Flotasyon şartlarını ayarlamakta kullanılan reaktiflerdir.

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

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

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

2.2.2.2. Flotasyon Makineleri

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

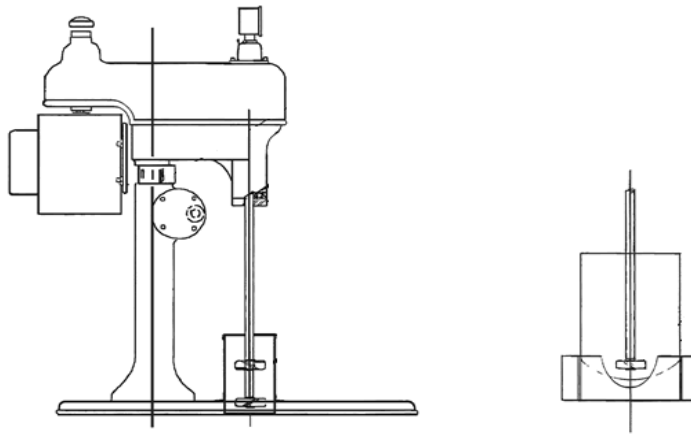
Kendi kendine havalandırılmalı mekanik hücre (Ajitasyon)

Hava üflelemeli mekanik karıştırılmalı hücre (Sub-aerasyon)

Hava üflelemeli, hava ile karıştırılmalı hücre (Pnömatik)

Bu özellikler, değişik tipteki hücrelerin yapımında esas alınmaktadır.

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



Şekil 3. Denver flotasyon makinesi

3. DENEYDE KULLANILAN MALZEME VE CİHAZLAR

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

4. DENEYİN YAPILIŞI

4.1 Cevher Hazırlama Deneyi

- ✓ Parçacık boyut dağılımı incelenecek karışımı tartılır ve ağırlığını kaydedilir. Tartılan karışım kırıcıya beslenir ve kırıcı çalıştırılarak kırma işlemini gerçekleştirilir. Kırılan parçacıklar kırıcıdan çıkarıldıktan sonra tekrar tartılır ve ağırlıkları kaydedilir.
- ✓ Elekler, mesh numaralarına göre büyükten küçüğe doğru üst üste sıralanır ve eleme cihazına yerleştirilir. Ardından Elek setinin en üstündeki eleğe kırılmış olan cevher beslenir.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

- ✓ Elek setinin vidalarını sıkıştırılır ve cihaz on dakika süreyle çalıştırarak, eleme işlemi gerçekleştirilir.
- ✓ Elek setini makinadan alınarak, her elekte kalan malzeme miktarı Çizelge 1.1'e kaydedilir ve toplam elenmiş madde miktarı Çizelge 1.1'e kaydedilir.
- ✓ Eleklere ve deney düzeneğini temizlenir.

4.2 Flotasyon Deneyi

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

5. İSTENENLER VE ÖDEVLER

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

Çizelge 1.1 Elek analizi verileri ve hesaplamaları

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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

$$\text{Teorik Ortalama Tane Boyutu} = \frac{\sum(\phi \cdot \phi \cdot \phi)}{100}$$

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

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

6. KAYNAKLAR

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



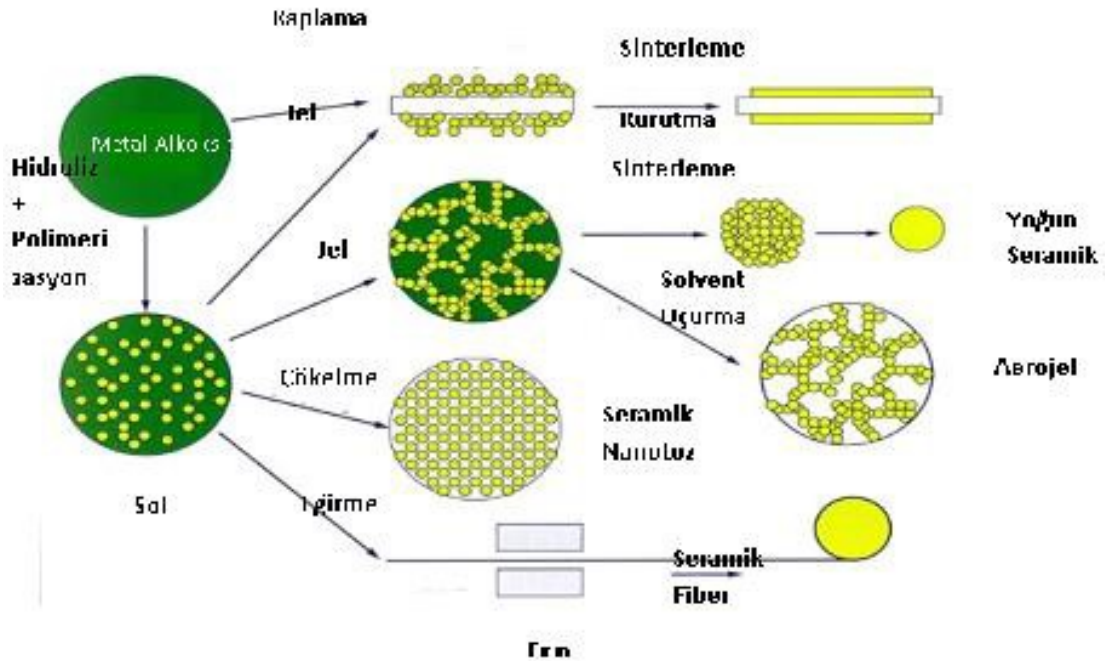
10. SOL-JEL

- **AMAÇ**

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

- **TEORİK BİLGİ**

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



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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Sol Jel Nedir?

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

Kolloid Nedir?

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Sol Nedir?

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

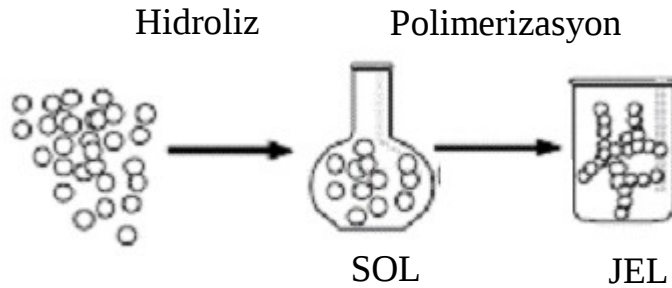
Jel Nedir?

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

Sol Üretimi:

Solün hazırlanması genel olarak iki yöntem mevcuttur:

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



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

Sol Jel Değişimi:

Solün, jele dönüşümü için, sol içerisinde dağılmış olan katı nanoparçacıkların biraraya gelerek ağ yapısı oluşturmaları gerekir. Ağ yapısının oluşabilmesi için yapıda bulunan katı parçacıkların sıvı içersinde “Brownian Motion” adı verilen ve moleküllerin sıcaklık etkisiyle rastlantısal olarak hareketleri sonucunda çarpışmaları ve çarpışma sonunda yapışmaları gereklidir. Yapışma işlemi yüzeylerinde reaktif gruplar bulunan katı partiküller için çok daha kolaydır. Çünkü çarpışma sonrasında reaktif gruplar biraraya gelerek bağ oluşturabilirler. Yüzeylerinde reaktif grup bulunmayan katı parçacıklar için yapışma gerçekleşmeyeceği için



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

bu tür nanoparçacıkların yüzeylerinin katkı malzemesiyle (Additive) veya yüzeyin soyularak reaktif hale getirilmesi işlemlerinden geçmesi gerekmektedir. Sonuç olarak reaktif olmayan parçacıklar, çarpışma sonunda oluşacak bağ yapısı veya elektrostatik kuvvetlerle biraraya gelecek (reaktif) hale getirilirler.

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

Sol Jel kimyasını etkileyen Faktörler:

Sol jel kimyası aşağıda verilen parametrelerden etkilenir.

- **pH:** Suyun rol aldığı kolloid sistemlerde pH çok önemlidir. Silika jellerin oluşumunda, silikanın hidrolizi sonucunda silanol grupları oluşur. Silanol gruplarının oluşumu pH ‘dan etkilenir. Silanol grupları daha sonra silica nanoparçacıklarının oluşumunu ve ağ yapısının gelişmesini sağlar.
- **Çözücü sıvı (solvent):** Yapıdaki moleküllerin biraraya gelerek nanoparçacıkları oluşturması esnasında nanoparçacıkların çökmemesi çok önemlidir. Bu sebeple solventin nanoparçacıkları çözebilecek özellikte olması gereklidir. Ayrıca çözücü sıvı nanoparçacıkların ağ yapısını oluşturmaya da yardımcı olarak jelleşmeyi garantiler.
- **Sıcaklık:** Nanoparçacıkların oluşması ve ağ yapısını oluşturmaya süreçlerinin kinetiği sıcaklık tarafından aktive edilir. Sıcaklığın çok düşük olması jelleşme süresini artırırken çok yüksek olması nanoparçacıkların aglomere olarak aşırı büyümesine ve ağ yapısını oluşturmamadan çökelmelerine sebep olur.
- **Reaksiyonun Oluşturduğu Isı:** Sol içerisinde olan nanoparçacıkların oluşumu ve ağ yapısının meydana gelmesi kimyasal reaksiyonları sırasında açığa çıkan ısı, reaksiyonların daha hızlanmasına sebep olur.
- **Zaman:** Üretilen jelin tipine bağlı olarak jelleşme basamakları farklı zamanlarda meydana gelir. Daha yavaş oluşan sol jel reaksiyonu sonucunda meydana gelen ürünün özellikleri daha üstündür. Özellikle jelleşme aşamasında reaksiyon ne kadar yavaş ise oluşan jelin iç yapısı daha uniformdur. Bu da daha yüksek mukavemetli ve (eğer o özellikte oluşması isteniyorsa) daha fazla ışıkgeçirgen (transparant) özellikte jelin eldesine imkan sağlar. Daha saydam jel yapısı daha az Rayleigh saçılmasına sebep olduğu için daha az mavimsi görünür.
- **Katalizör:** Sol jel tekniğinde asit (H^+) ve bazlar (OH^-) katalizör olarak kullanılırlar. Katalitik etki asitler ve bazlar için farklı mekanizmalar aracılığı ile sağlandığından, sol jel metodu pH’a karşı duyarlıdır. Katalizör malzeme çok az miktarda kullanılmasına karşın (mg/mL), jelleşme süresini haftalardan dakikalara çeker.



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

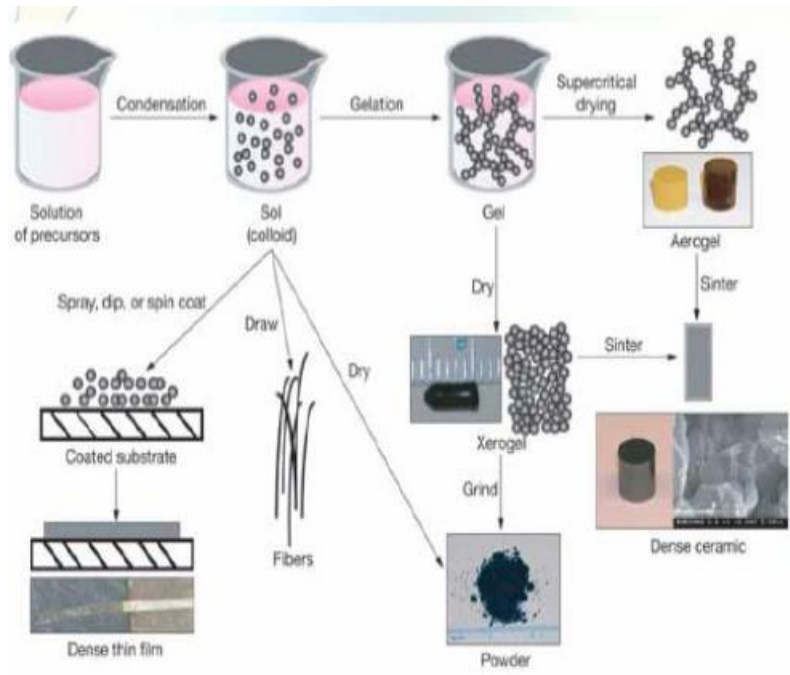
- **Karıştırma:** Sol jel tekniğinde sol'un karıştırılması, kimyasal reaksiyonun uniform bir şekilde oluşması ve sol içerisindeki her bir molekülün reaksiyon için gerekli kimyasala erişebilmesi açısından önemlidir. Bununla birlikte jelleşme aşaması başladıktan sonra karıştırmanın devam etmesi mikro ve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

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

Sol Jel Yönteminin Basamakları

Sol jel yönteminin basamakları:

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



Şekil 3. Sol jel basamakları [4].



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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

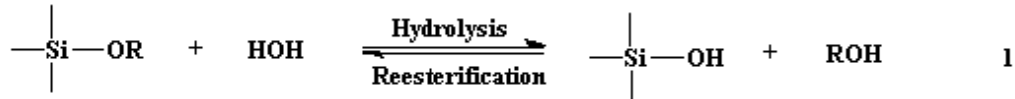
I. Alkoksit Hidrolizi

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

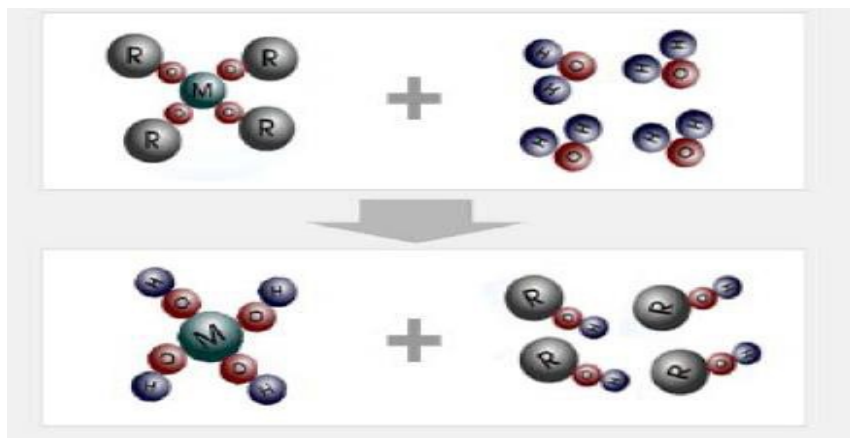
- M; kaplanacak metal malzemeyi,
- R; CH_3 (metil), C_2H_5 (etil) gibi alkil grubunu,
- n; metalin değerine göre değişen değerliğini gösterir.

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

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



Reaksiyon1. Alkoksitin hidrolizi



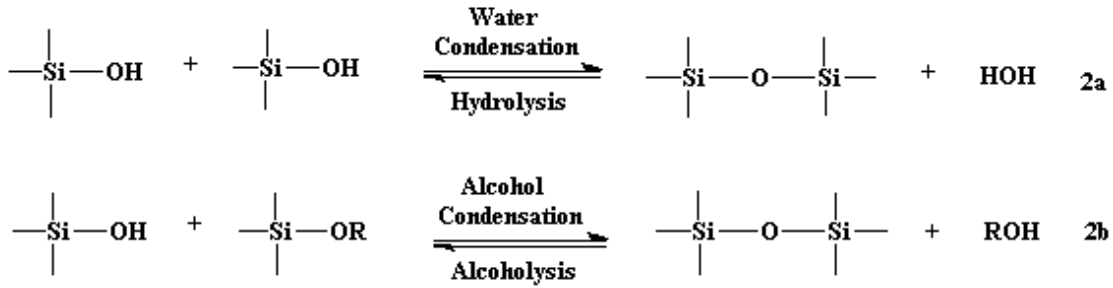
Şekil 4. Alkoksit ve hidrolize olmuş metal molekülü



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

II. Polimerizasyon (peptitleşme):

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



Reaksiyon 2. Kondenzasyon reaksiyonları

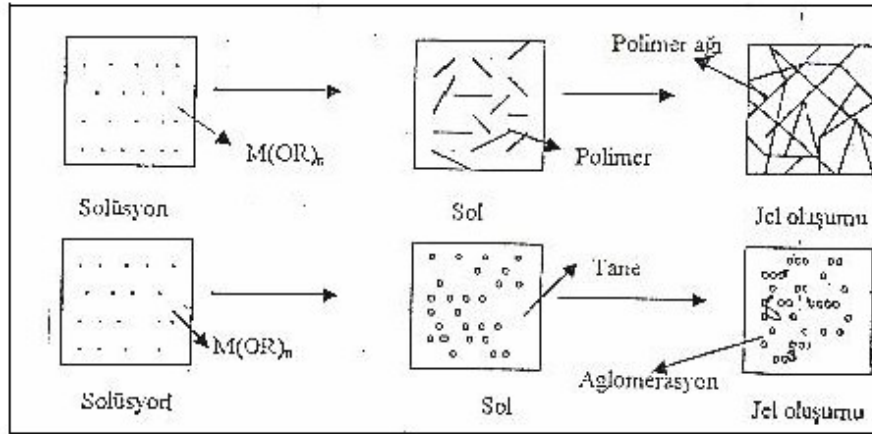
Polimerizasyon işleminde çökteltelerin bir çözücü etkisiyle dağıtılması ile sol hazırlanır. Polimerleşmede kullanılan elektrolitler, taneciklere belli bir yük verir. Yükleme neden, kolloidal taneciklerin ancak yüklü oldukları zaman kararlı halde bulunmasıdır. Kullanılacak asit miktarı ise ortamın pH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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

III. Jelleşme:

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



Şekil 5. Polimerizasyon İşlemi

IV. Kalsinasyon ve Sinterleme

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

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

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



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Sol Jel Yönteminin Avantajları ve Dezavantajları

Sol Jel yönteminin avantajları [3];

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

Dezavantajları [3];

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

• KULLANILAN CİHAZLAR VE MATERYALLER

- Tetra Etil Ortho Silikat (TEOS, $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$)
- Amonyum Florit (NH_4F)
- Amonyum Hidroksit (Amonya, NH_4OH)
- Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)
- Saf su
- Çeker ocak
- Hassas terazi
- Manyetik karıştırıcı
- Manyetik balık
- Pipet pompası, pipet ve damlalık
- Beherler
- Kaplama için altlık malzemeler
- Döner tabla
- Güç kaynağı
- Fırın



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

• DENEYİN YAPILIŞI

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

Daldırma Kaplama (Dip Coating):

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

Kaplama kalınlığı;

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

Daldırma yöntemi ile kaplamanın aşamaları;

1. Altlığın çözeltiye daldırılması
2. Altlığın çözeltiden çıkarılması
3. Altlığın yüzeyindeki çözeltiden çözücünün buharlaştırılması



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

Döndürme Kaplama (Spin Coating):

Döndürme Kaplama ince filmlerin üretiminde kullanılmaktadır. Tipik olarak proses bir çözelti damlasının bir altlığın merkezine damlatılması ve sonra altlığın yüksek dönme hızlarında (tipik olarak 3000 dev/dak) döndürülmesi esasına dayanır. Merkezi hızlandırma fazla çözeltinin uzaklaştırılmasına ve kalan çözeltinin ise altlık yüzeyine ince film şeklinde yayılmasına neden olur.

Nihai film kalınlığı ve kaplamanın kalitesi:

Çözelti özellikleri:

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

İşlem şartlarına:

- devir,
- hızlandırma vb. bağlıdır.

Tipik olarak kaplama işlemi üç adımdan oluşur.

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

Jelin Kurutulması ve Kalsinasyonu ile Nanoboyutlu Toz Üretimi:

Son olarak kalıba dökülen sol/jel 15 dakika sonunda tamamen jelleşir. Jelin kurutulması (yan ürün olan su veya alkolün uzaklaştırılması) ve kalsinasyonu ile nanoboyutlu SiO_2 tozu elde edilmiş olur. Kalsinasyon işlemi sonunda fırından alınan toz havanda öğütülerek nihai toz ürün elde edilmiş olur.

• SONUÇLARIN ALINMASI

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

Deney sonunda soldan başlayarak jel üretimi sağlanmalıdır. Daha sonra elde edilen jelin kurutulması ve kalsinasyonu ile oksit esaslı nanotoz elde edilmelidir. Hazırlanan solün daldırma kaplama ve döndürme kaplama teknikleri kullanılarak altlıklar üzerinde SiO_2 film oluşturulmalıdır. Kaplama sırasında her iki yöntem için etken parametreler (çözelti viskozitesi, kaplama hızı vb.) değiştirilerek bu parametrelerin kaplama kalitesine etkisi



Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar-II Deney Föyü

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

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

Kaynaklar

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