

T.C.
BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ METALURJİ VE
MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

MMM307 MALZEME LABORATUVARI I

DENEY FÖYÜ

Güz Dönemi

İÇİNDEKİLER

GENEL LABORATUVAR GÜVENLİK KURALLARI.....	3
MALZEME LABORATUVARI DERSİ HAKKINDA BİLGİLENDİRME.....	5
MALZEME LABORATUVARI DERSİ RAPORU YAZIM KURALLARI	5
DENEY -2: HİDROMETALURJİ	8
DENEY - 3: ELEKTROKAPLAMA	17
DENEY -4: ISIL İŞLEM VE SERTLİK.....	21
DENEY -5: METALOGRAFİ	27
DENEY -6: ÇEKME VE BASMA DENEYİ.....	34
DENEY -7: SERAMİK BÜNYE HAZIRLAMA, ŞEKİLLENDİRME VE PİŞİRİM	41
DENEY -8: VAKUM TORBALAMA YÖNTEMİYLE KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ	47
DENEY -9: XRD, XRF ve SEM.....	51

GENEL LABORATUVAR GÜVENLİK KURALLARI

1. Laboratuvara kapalı ayakkabı ve uygun boyda **laboratuvar önlüğü giyilerek gelinmelidir**. Terlik, sandalet ve açık ayakkabı ile laboratuvara girilmemelidir.
2. Uzun saçlar toplanmalı; sarkan takı, atkı, şal ve benzeri aksesuarlar kullanılmamalıdır. Bol ve hareketli kıyafetlerin döner veya hareketli cihazlara temas etmemesine dikkat edilmelidir.
3. Laboratuvar içerisinde yiyecek ve içecek tüketilmesi, sakız çiğnenmesi ve tütün/tütün ürünlerinin kullanılması yasaktır.
4. Deneyin gerektirdiği kişisel koruyucu donanımlar (koruyucu gözlük, eldiven, maske, yüz siperi vb.) sorumlu öğretim elemanının belirttiği şekilde kullanılmalıdır.
5. Öğrenciler, sorumlu öğretim elemanının izni ve bilgisi dışında hiçbir cihazı çalıştırmamalı, cihazların çalışma parametrelerini değiştirmemeli ve çalışır durumdaki cihazlara müdahale etmemelidir.
6. Deneye başlamadan önce deney föyü okunmalı, deneyin işlem basamakları, kullanılacak cihazlar, kimyasallar ve temel güvenlik önlemleri öğrenilmelidir.
7. Kimyasal maddeler kullanılmadan önce etiketleri kontrol edilmeli; etiketsiz veya içeriği bilinmeyen hiçbir kimyasal kullanılmamalıdır.
8. Kimyasallar doğrudan koklanmamalı, tadına bakılmamalı ve ağızla pipetleme kesinlikle yapılmamalıdır.
9. Asit, baz, çözücü ve diğer kimyasallar yalnızca belirtilen miktarlarda ve uygun ekipman kullanılarak alınmalıdır. Kimyasallar tehlikeli reaksiyon oluşturabilecek şekilde gelişigüzel karıştırılmamalıdır.
10. Uçucu, zararlı veya tahriş edici kimyasallarla gerçekleştirilen işlemler uygun havalandırma veya çeker ocak altında yapılmalıdır.
11. Kimyasalın cilde veya göze temas etmesi durumunda ilgili bölge derhal bol suyla yıkanmalı ve sorumlu öğretim elemanına haber verilmelidir.
12. Kimyasal dökülmesi durumunda öğrenci kendi başına müdahale etmemeli; çevresindekileri uyarmalı ve laboratuvar sorumlusuna haber vermeli.
13. Kimyasal atıklar lavaboya veya normal çöp kutusuna dökülmemeli; türlerine göre belirlenmiş atık kaplarında toplanmalıdır.
14. Numune hazırlama, kesme, zımparalama ve parlatma işlemlerinde cihazların hareketli parçalarına el, saç veya kıyafet yaklaştırılmamalıdır. Numuneler uygun tutucu ve ekipmanlarla kullanılmalıdır.
15. Keskin kenarlı, kırılmış veya çatlamış metal, cam ve seramik numuneler elle doğrudan tutulmamalı; kesilme ve batma riskine karşı gerekli önlemler alınmalıdır.
16. Isıl işlem fırınlarından çıkarılan numunelerin sıcaklığı görünüşlerinden anlaşılamayabileceğinden, fırın içerisindeki veya yeni çıkarılmış numunelere çıplak elle dokunulmamalıdır.
17. Fırın, etüv ve diğer yüksek sıcaklık ekipmanlarında çalışırken uygun maşa, pens ve ısıya dayanıklı kişisel koruyucu ekipman kullanılmalıdır.
18. Sıcak numunelerin su veya yağ gibi ortamlarda soğutulması sırasında sıçrama, buhar oluşumu ve

ani sıcaklık deęişimlerinden kaynaklanan risklere karşı güvenli mesafe korunmalı ve gerekli koruyucu ekipman kullanılmalıdır.

19. Basınçlı gaz tüplerine, regülatörlere ve gaz hatlarına sorumlu öğretim elemanın izni olmadan müdahale edilmemelidir. Gaz kaçağından şüphelenildiğinde elektrikli cihazlar açılıp kapatılmadan laboratuvar sorumlusuna haber verilmelidir.
20. Elektrikli cihazlar ıslak elle kullanılmamalı; kablosu, fişi veya bağlantıları hasarlı cihazlar çalıştırılmamalıdır.
21. Deney yapılırken elektrik, su, gaz ve havalandırma sistemlerinin durumuna dikkat edilmeli; olağan dışı ses, koku, duman, aşırı ısınma veya sızıntı fark edildiğinde deney durdurularak sorumlu öğretim elemanına haber verilmelidir.
22. XRD ve XRF gibi X-ışını kullanan cihazların koruyucu kapakları ve güvenlik sistemleri kesinlikle devre dışı bırakılmamalı; cihazlara yalnızca yetkili personelin yönlendirmesiyle müdahale edilmelidir.
23. Elektrokimyasal ve elektrokaplama deneylerinde elektrotlara, güç kaynağı bağlantılarına ve elektrolit çözeltilerine deney devam ederken izinsiz müdahale edilmemelidir.
24. Cam malzemeler kullanılmadan önce çatlak ve kırık açısından kontrol edilmeli; kırılan cam malzemeler çıplak elle toplanmamalıdır.
25. Laboratuvar içerisinde koşulmamalı, şakalaşmamalı ve diğer öğrencilerin çalışmasını veya güvenliğini tehlikeye sokacak davranışlarda bulunulmamalıdır.
26. Deney sırasında kullanılan cihaz, ekipman ve yardımcı malzemeler kullanım sonrasında temizlenerek uygun şekilde yerine bırakılmalıdır.
27. Laboratuvara ait cihaz, alet, numune, kimyasal veya diğer malzemeler sorumlu öğretim elemanın izni olmadan laboratuvar dışına çıkarılmamalıdır.
28. Yangın söndürücü, acil çıkış, göz duşu, acil duş, ilk yardım seti ve varsa acil gaz/elektrik kesme noktalarının yerleri laboratuvar çalışmasına başlamadan önce öğrenilmelidir.
29. Yangın, gaz kaçağı veya benzeri acil durumlarda paniğe kapılmadan deney bırakılmalı, sorumlu öğretim elemanın talimatlarına uyulmalı ve laboratuvar güvenli şekilde terk edilmelidir.
30. Deney tamamlandıktan sonra kullanılan elektrikli cihazların, su ve gaz bağlantılarının güvenli durumda olduğu kontrol edilmelidir.
31. Eldivenle kapı kolu, telefon, bilgisayar, kalem ve benzeri temiz yüzeylere temas edilmemelidir. Kimyasal veya numune ile temas eden eldivenler uygun şekilde çıkarılmalıdır.
32. Laboratuvar çalışması tamamlandıktan sonra, eldiven kullanılmış olsa dahi eller su ve sabunla yıkanmalıdır.
33. Her öğrenci yalnızca kendi güvenliğinden değil, çalışma grubundaki diğer kişilerin güvenliğini tehlikeye atmadan kaçınmaktan da sorumludur.

“Öğrenciler, deney föyünü okumadan ve sorumlu öğretim elemanın güvenlik bilgilendirmesini dinlemeden deneye başlayamaz. Güvenlik kurallarına uymayan öğrencinin deney çalışması durdurulabilir.”

MALZEME LABORATUVARI DERSİ HAKKINDA BİLGİLENDİRME

Notlandırma:

- Deney Öncesi Yazılı Quiz (%30) (Deney başlamadan hemen önce, deneyin içeriğine yönelik 30 dakikalık yazılı sınav uygulanacaktır.)
- Deney Raporu (%30)
- Final Sınavı (%40)

MALZEME LABORATUVARI DERSİ RAPORU YAZIM KURALLARI

Deneye ait rapor;

- 1) Deneyin amacı
- 2) Deneyin yapılışı
- 3) Deneye ait sonuçların değerlendirilmesi ve istenenler kısımlarından oluşacaktır.

1. Rapor ana metni 12 punto, 1,0 satır aralığında ve iki yana yaslı olarak hazırlanmalıdır.
2. Ana başlıklar ve deney adımlarına ait başlıklar 14 punto, kalın, sola dayalı ve BÜYÜK HARFLERLE yazılmalıdır.
3. Ana başlıklar ve deney adım başlıkları dışında metin içerisinde kalın yazı kullanılmamalıdır. Özellikle dikkat çekilmek istenen ifadeler gerektiğinde altı çizili olarak yazılabilir.
4. Rapor metninde yazı rengi siyah olmalı, farklı yazı renkleri kullanılmamalıdır.
5. Deney sırasında elde edilen veriler, yapılan işlemler ve gözlemler raporda açık ve anlaşılır bir şekilde sunulmalıdır.
6. Laboratuvar çalışması sırasında çekilen ve deneyin açıklanmasına katkı sağlayan fotoğraflar gerektiğinde rapora eklenebilir. Mümkün olan durumlarda deney düzeneği veya numune, fotoğraf yerine uygun şekilde ölçeklendirilmiş bir çizim veya şema ile gösterilebilir.
7. Rapora doğrudan eklenen fotoğraflar net, okunaklı ve deney açısından gerekli bilgiyi gösterecek boyutta olmalıdır. Deney sırasında çekilen tüm fotoğrafların rapora eklenmesine gerek yoktur.
8. Kullanılan cihazlara ait fotoğraf eklenmesi gerektiğinde cihazın tamamını gösteren gereğinden büyük fotoğraflar yerine, ölçüm sonucunu ve gerekli cihaz ayarlarını gösteren ekran görüntülerine yer verilmelidir. Kullanılan ölçüm kademesi veya ilgili cihaz parametreleri fotoğrafta görülüyorsa metin içerisinde ayrıca belirtilmelidir.
9. Rapora eklenen her şekil/resim numaralandırılmalıdır. Şekil/resim numarası ve açıklaması görselin altında, ortalanmış ve 10 punto olarak yazılmalıdır.
10. Rapora eklenen her tablo numaralandırılmalıdır. Tablo numarası ve başlığı tablonun üst kısmında, sola dayalı ve 10 punto olarak yazılmalıdır.
11. Grafikler uygun eksen adları ve birimleri kullanılarak hazırlanmalıdır. Grafiklerde kullanılan deneysel veriler açıkça anlaşılabilir olmalı ve gerekli durumlarda grafik içerisinde lejant kullanılmalıdır.
12. Hesaplama yapılan deneylerde kullanılan eşitlikler, gerekli birimler ve hesaplama basamakları raporda açıkça gösterilmelidir. Yalnızca nihai sonuçların verilmesi yeterli değildir.
13. Ölçüm sonuçları uygun birimleriyle birlikte verilmelidir. Birim kullanımında rapor boyunca tutarlılık sağlanmalıdır.
14. Rapor yalnızca deneyin nasıl gerçekleştirildiğinin anlatımından oluşmamalıdır. Deney sonucunda elde edilen bulguların **yorumlanması, karşılaştırılması ve deneyin amacı ile ilişkilendirilmesi** beklenmektedir.
15. Sonuç ve değerlendirme bölümünde öğrencinin deney sonucunda elde ettiği verileri bilimsel ve teknik açıdan değerlendirmesi esas alınacaktır. Yapılan yorumlar kısa, öz, anlaşılır ve rapor

slubuna uygun olmalıdır.

16. Deneyisel sonularda beklenen deęerlerden sapma bulunması durumunda, olası hata kaynakları ve sapmanın nedenleri mmkn olduęunca tartıřılmalıdır.
17. Raporda gnlk konuřma dili yerine bilimsel ve teknik bir anlatım kullanılmalı; yazım ve noktalama kurallarına dikkat edilmelidir.
18. Bařka kaynaklardan alınan bilgi, řekil, tablo veya veriler uygun řekilde kaynak gsterilmeden kullanılmamalıdır.
19. Rapor ıktısının renkli veya siyah-beyaz olarak alınması ęrencinin tercihine bırakılmıřtır. Ancak řekil, grafik ve tablolar siyah-beyaz ıktıda da anlařılabilir olmalıdır.

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği 2026-2027 Güz Dönemi Malzeme Laboratuvarı-I
Dersi Deney Planı

Deney Adı	Deney Sorumlusu
Deney 1 – Genel Güvenlik Kuralları	Prof. Dr. Özkan KÜÇÜK
Deney 2 - Hidrometalurji	Doç. Dr. Fatih APAYDIN
Deney 3 - Elektrokaplama	Doç. Dr. Cihan KURU
Deney 4 - Isıl İşlem ve Sertlik	Dr. Öğr. Üyesi Süleyman CAN
Deney 5 - Metalografi	Prof. Dr. Miraç ALAF
Deney 6 - Çekme ve Basma Deneyi	Dr. Öğr. Üyesi Şenol AVCI
Deney 7 - Seramik Bünye Hazırlama, Şekillendirme ve Pişirim	Doç. Dr. Betül YILDIZ
Deney 8 - Kompozit Malzeme Üretimi	Prof. Dr. Burak ÖZTÜRK
Deney 9 - XRD, XRF, SEM	Dr. Öğr. Üyesi Yeliz KÖSE
Final Sınavları	Tüm Öğretim Üyeleri

DENEY -2: HİDROMETALURJİ

Deney sorumluları: Doç. Dr. Fatih APAYDIN

DENEYİN AMACI

Deneyin amacı, doğada saf halde bulunmayan metallerin farklı hidrometalurjik yöntemlerle cevherlerinden ayrılarak saflaştırılmasını ve mühendislik uygulamalarında kullanılmak üzere hazır edilmesinin aşamalarını öğrenmek ve uygulamaktır.

TEORİK BİLGİ

Modern hidrometalurjinin doğuşu, iki önemli sürecin keşfedildiği 1887 yılına dayanmaktadır. İlki, cevherlerden altın kazanımında kullanılan siyanür liç süreci, ikincisi ise alümina (Al_2O_3) eldesi için uygulanan Bayer Prosesi'dir.

Siyanür Liç Prosesi

Metalurji mühendisi John Dorr tarafından tasarlanarak üretilen ve Dorr karıştırıcıları olarak bilinen büyük reaktörlerde, ince öğütülmüş cevher siyanür ile karıştırılmış ve pulp içerisine basınçlı hava verilmiştir. Benzer şekilde, büyük filtrasyon tesisleri metal kazanımı için berrak liç çözeltisi elde etmek amacıyla kurulmuştur. Sementasyon olarak bilinen ve çözeltiden hurda demir ile bakırı çöktürmek amacıyla uygulanan bu eski süreç, altın içeren çözeltilere uygulanmış, ancak demir yerine çinko kullanılmıştır. Mühendislik alanındaki bu gelişmelere ve sürecin geniş uygulama alanı bulmasına rağmen, teoride halen bazı noktalar eksik kalmıştır. Siyanürleme sürecinin dünya geneline yayılmasıyla, altın üretimi 1900-1910 yılları arasında büyük oranda artmıştır.

Bayer Prosesi

Bu yüzyılın en önemli ikinci hidrometalurjik süreci, Karl Josef Bayer (1847–1904) tarafından keşfedilen, saf Al_2O_3 üretimi için uygulanan Bayer Prosesi'dir.

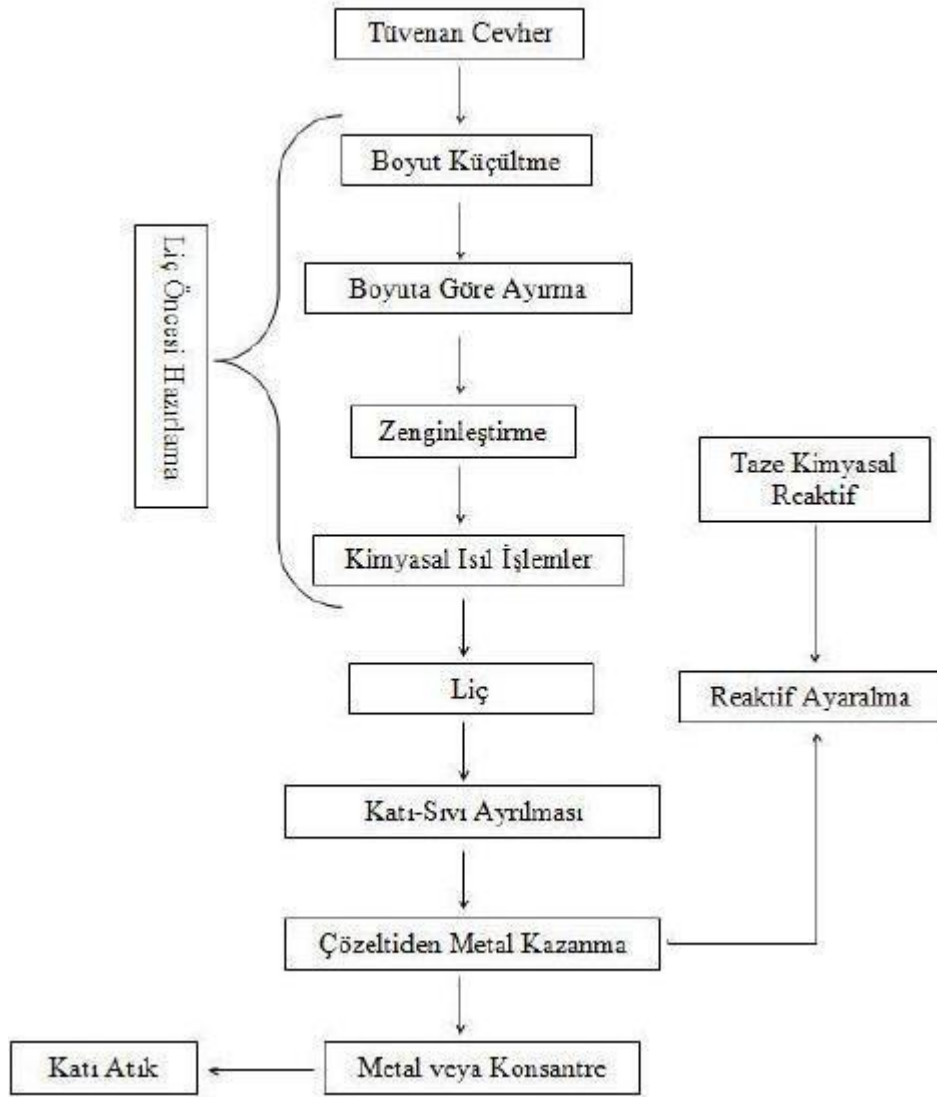
Bu proses, boksitin basınçlı bir reaktör içerisinde, kaynama noktasından yüksek bir değerde sodyum hidroksit çözeltisi ile liçini kapsamaktadır. Liç işlemi sonrası çözünmeyen kısmın uzaklaştırılmasından sonra, çözeltiye alüminyum hidroksit taneleri (çekirdek) ilave edilir ve böylece alüminyumun çözeltiden saf alüminyum hidroksit kristalleri halinde çöktürülmesi sağlanır. Bu çökelekler filtre edilir, yıkanır, kurutulur ve daha sonra saf Al_2O_3 elde etmek için kalsine edilir. Elde edilen Al_2O_3 elektrolitik indirgenme hücrelerine beslenir.



Şekil 1. Hidrometalurjik bakır (Cu) üretim diyagramı

Liç

Hidrometalurjik yöntemlerle saf metal üretiminin cevher hazırlama işlemlerinden sonraki ilk proses, liç metodudur. Bu işlem bir cevher, konsantre veya cürufun değerli metal içeriğini çözeltiye almak veya tam tersi olarak katıda bırakmak amacı ile uygun bir reaktifle reaksiyona sokulmasını gerektirir. Ham maddeler içerisindeki minerallerin yapısında bulunan ve ekonomik değer taşıyan metaller bir çözücü sıvı ile seçimli olarak çözeltiye alınır ve katının çözünmesi sağlanır. Ancak çoğu durumlarda reaksiyon ortamında çözünmüş gazlar bulunabilmektedir. Bu durumda sistem katı, sıvı ve gaz olmak üzere üç ayrı fazdan oluşur. Liç işleminde kullanılan çözücüler su, asit, tuz, baz vs. olabilir.



Şekil 2. Liç işlemi genel akım şeması.

Liç reaktifinin seçimi aşağıdaki kriterlere göre farklılık gösterebilmektedir.

- Cevherin kimyasal ve fiziksel karakteri
- Kullanılacak reaktifin maliyeti
- Kullanılacak reaktifin korozyon yapabilme özelliği
- Çözeltiye alınması istenen elemente karşı reaktifin seçici olma özelliği.

Kullanılacak liç yönteminin seçimi, önemli ölçüde cevherin tenörüne bağlı olup, seçilenliç yöntemine göre işlem süresi de büyük farklılıklar arz etmektedir.

Tablo 1. Hidrometalurjik üretim yöntemleri.

Liç Yöntemleri	Tane büyüklüğü	Süre	İşlem Maliyeti
Karıştırmalı pülp liçi-basınç liçi	<0,5mm	Gün	Yüksek
Perkolasyon veya tank liçi	<10mm	Hafta	Yüksek
Hazırlıklı yığın liçi	Kırılmış cevher	Ay	Düşük
Hazırlıksız yığın liçi	İşlenmemiş cevher	Yıl	Düşük
Yerinde liç	Patlatma ile gevşetilmiş	Yıllar	Düşük

Yığın Liçi

Yığın liçi endüstride en çok uygulama alanı bulan liç türüdür. Geçirimsiz bir zemin (asfalt, plastik, beton, kil vb.) üzerinde hazırlanmış bir yığın üzerine boru ağı, çözelti havuzu veya fiskiyeleme sistemleri ile çözücü gönderilerek değerli bileşenin arazide kalmasına yönelik uygulamalardır.

Yerinde Liç

Yerinde liç, taşıma ve maden işletme giderlerini karşılayamayacak kadar düşük tenöre sahip bakır yataklarında uygulanır. Cevher, direkt olarak çözücü reaktifle maden ocağında temas ettirilmektedir.

Süzülme Liçi

Bu liç işlemi, tabanı geçirgen malzeme ile kaplanmış tanklarda yapılır. Bu tanklar genelde prizmatik şekildedirler. 1cm'ye kadar öğütülmüş olan ve %1-2 metal içeriğine sahip olan cevhere, liç reaktifinin ilavesi ile liç işlemi gerçekleştirilir. Birbirine seri halde bulunan tankların ebatları, kullanılacak cevherin tonuna göre değişiklik gösterir.

Tablo 2. Liç yöntemleri

Liç Metodu	Cevher Boyutu	Karakteristik Ekstraksiyon Hızı	Maliyet
Ajitasyon liçi (basınç altında liç dahil)	-30 mesh <0.5 mm	%90-95/24 saat	Yüksek işletme ve operasyon maliyeti
Perkolasyon Liçi	<10 mm	~%80 / 1 hafta	Yüksek işletme maliyeti
Heap Liçi (yığın liçi)	Kırılmış	~%50 / birkaç ay	Düşük işletme ve operasyon maliyetleri
Dump liçi (yığın Liçi)	Madenden alındığı halde	~%50 /1-2 yıl	Düşük işletme ve operasyon maliyetleri
Yerinde liç		Değişken (yüksek değil)	Düşük işletme ve operasyon maliyetleri

SOLVENT EKSTRAKSİYON

Solvent ekstraksiyon metodu, bir kimyasal maddeyi yanındaki istenmeyen empüritelerden ayırarak saflaştırmak amacıyla yapılan bir işlemdir. Solvent ekstraksiyon

uygulamaları ilk kez Uranyum ile başlamıştır.

Solvent ekstraksiyon yönteminin avantajları:

- Düşük tenörlü cevherlerin değerlendirilmesinde ekonomiktir.
- Tesis, cevherin yakınlarında kısa sürede kurulabilir ve rezervin bitmesi durumunda başka bir yere nakledilebilir.
- Çevre ve atmosfer kirlenmesi yok denilecek kadar azdır.

Solvent ekstraksiyonu işlemlerinde;

Besleme çözeltisi ve solvent genellikle ters akım prensibine göre karıştırılarak kondaktöre beslenir. Kondaktörde kazanmak istediğimiz metal, çözeltiden organik faza geçer.

Bir süre dinlendirildikten sonra yoğunluk farkından dolayı organik faz ile rafinat ayrılır ve rafinat uzaklaştırılır. Yüklenmiş solvent ise sıyırma safhasına giderek burada uygun sulu çözelti yardımıyla metal, organik fazdan ayrılır. Sonuç olarak yüksek konsantreli metal çözeltisi üretilir.

ELEKTROLİTİK KAZANIM

Liç işlemi ile çözeltiye alınan bakır iyonları, solvent reaksiyon ile zenginleştirilerek elektrolitik bakır kazanımına uygun hale getirilir. Genel anlamda elektrolitik kazanım için gerekli olanlar şunlardır:

- Daldırılmış bir metal katot ve tepkimeye girmeyecek bir anot,
- Anot ve katot arasında uygulanacak bir elektrik potansiyeli,
- Metalik bakırın, katodu kaplamasının sağlanmasıdır.

Uygulamalarda genellikle kurşun anot, katot olarak ise paslanmaz çelik kullanılmaktadır.

HİDROMETALURJİNİN AVANTAJLARI

- Düşük tenörlü ve kompleks cevherlerin değerlendirilebilmesi,
- Metallerin ayrı ayrı yüksek verimde kazanılabilmesi,
- Yüksek safiyette metal üretilebilmesi,
- Sulu ortamlardaki reaksiyonların homojen, hızlı ve otomatik kontrol edilebilir olması,
- Ekonomik bir teknik olması.

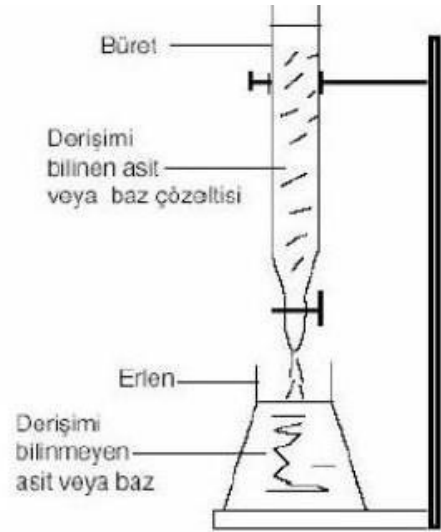
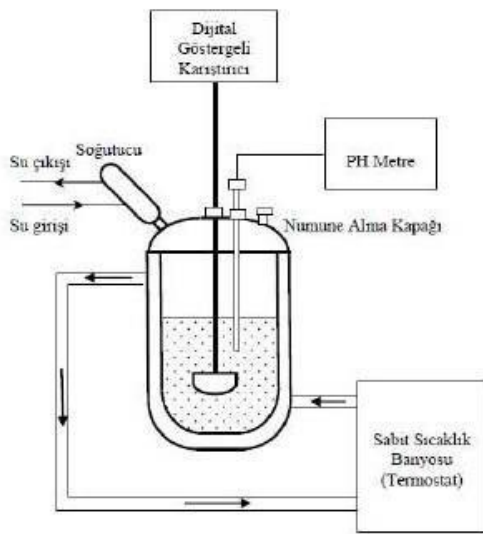
HİDROMETALURJİNİN DEZAVANTAJLARI

- Liç çözeltilisinden çözünmeyen gang kısmını ayırmada zorluklar bulunmaktadır.
- Ayrıca liç çözeltilisindeki çok küçük miktarlarda olan empüriteler bir metalin elektrodpozisyonuna (elektro çöktürme) kötü etki edebilir ve daha ileri saflaştırma prosesleri gerekebilir.
- Hidrometalurjik prosesler genelde oda sıcaklığında gerçekleştiğinden nispeten yavaştır, buna karşılık pirometalurjik prosesler yüksek sıcaklıklarda gerçekleştiğinden daha hızlıdır.

1.DENEYİN YAPILIŞI

Alınan cevher numunesine kırma, öğütme ve eleme ön işlemleri uygulanır ve bu işlemler sonucunda -230+270 mesh boyutlarına sahip numune elde edilir.

Belirli bir tane boyutunun altına indirilen cevherden numuneler alınarak liç yöntemi için düzenek hazırlanır ve farklı parametreleri (karıştırma hızı, sıcaklık, süre, çözücü konsantrasyonu, katı/sıvı oranı) çalışmak üzere deneyler gerçekleştirilir.



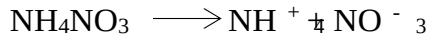
Şekil 3. Liç ve titrasyon düzeneği.

Çözeltiye geçen Cu^{+2} , titrasyon yöntemi ile tayin edilir. Tayini yapılacak olan çözeltinin pH'sı 6,5'a ayarlanır ve müreksid indikatörü (renk değişimini

gözlemleyebilmek için) ilave edilir. Oluşan sarı-portakal renkli çözelti, menekşe rengine dönünceye kadar EDTA (etilen diamin tetra asetik asit) çözeltisi ile titre edilir.

Liç reaksiyonları:

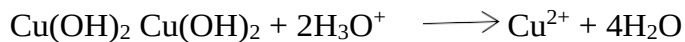
Amonyum nitrat; güçlü bir asit olan nitrik asit (HNO₃) ve zayıf bir baz olan amonyağın (NH₃) tuzudur. Zayıf asidik özellikte olan amonyum nitratın (NH₄NO₃) çözelti ortamındaki iyonlaşma reaksiyonu;



Amonyum iyonunun hidrolizi; NH₄⁺



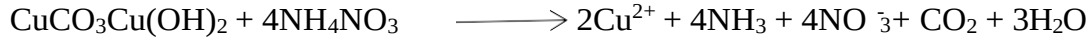
Yukarıdaki hidroliz reaksiyonu sonucunda amonyak ve hidrojen iyonları oluşmaktadır. Reaksiyonda amonyum iyonu malahit cevherinin çözünmesi için gerekli olan hidrojen iyonunu (protonu) meydana getirirken reaksiyon sonucunda açığa çıkan amonyak (NH₃), çözünen Cu²⁺ iyonları ile kararlı kompleksler oluşturur. Bu kompleks bileşiklerinin oluşumu malahitin çözünme hızını arttırıcı yönde etkilemektedir. Malahit cevheri amonyum nitrat çözeltisine ilave edildiğinde aşağıdaki reaksiyonlar gerçekleşir;



Çözeltiye geçen bakır iyonları amonyakla bakır-amin kompleksleri meydana getirir. Böylece çözeltide bakırın çökmemesi sağlanmış olur. Bakırın oluşturduğu kompleks bileşiklerin reaksiyonu ise;



Liç reaksiyonu sırasında $\text{Cu}(\text{NH}_3)_2^{2+}$ ara bileşiği oluşur ve daha sonra $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ şeklinde kararlı bir bileşiğe dönüşür. Sonuç olarak liç prosesi için genel reaksiyonu aşağıdaki şekilde yazmak mümkündür;



Cu^{+2} tayininde titrasyon çözeltisinin 1 ml'si 0.6354 mg bakıra karşılık gelmektedir. Buradan çözeltiye geçen Cu^{+2} iyonunun çözünme yüzdesi ve çözünme kesri aşağıdaki gibi hesaplanabilir.

$$\% \text{Cu}^{+2} = [(S \times 0.6354 \times 10^{-3}) / m] \times 100$$

S: Titrasyon esnasında harcanan EDTA miktarı (ml) m:

Alınan numune miktarı (gr)

Cevherden ekstrakte edilen bakır kesri ise aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$X_{\text{Cu}} = (\text{Çözeltiye geçen bakır miktarı}) / (\text{Başlangıçta numunedeki bakır miktarı})$$

Kaynaklar

1. Habashi, F., 1987. One hundred years of cyanidation. Bull. Can. Inst. Min. Metall. 80 (905), 108–114 (ed. M.L. Wayman, pp. 78–85, Canadian Institute of Mining and Metallurgy, Mon-treal 1989).
2. Habashi, F., 1995. Bayer's process for alumina production: a historical perspective. Bull. Hist. Chem. (17/18), 15–19.
3. Akkaş, C., (2011). Oksitli bakır cevherlerinden bakır kazanımı, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İ.T.Ü, İstanbul.
4. Turan, M. D., (2010). Etkin yükseltgenler varlığında kalkopiritin basınç liçinin incelenmesi, Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fırat Üniversitesi, Elazığ.
5. Kaytaş Y., (1990). Cevher hazırlama kitabı, İ.T.Ü Yayınları, İstanbul.
6. Jackson, E., (1986). Hydrometallurgical extraction and reclamation, Ellis Harwood Ltd. pp.58-60.
7. Boyrazlı, M., (2001). Bakır converter cürufunun dikromatlı ortamda liçinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fırat Üniversitesi, Elazığ.

8. Uçar, G., (2005). Kalkopirit konsantresinin sülfürik asitli ortamda potasyum dikromat etkisinde liç şartlarının belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Selçuk Üniversitesi, Konya.
9. <http://slideplayer.biz.tr/slide/4871272/>
10. Gülezgin, A., (2010). Malahit cevherinin amonyum asetat çözeltilerinde çözünme kinetiğinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İnönü Üniversitesi, Malatya.
11. Bartın Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Malzeme Laboratuvarı-1 föyü.

DENEY - 3: ELEKTROKAPLAMA

Deney sorumluları: Doç. Dr. Cihan KURU

AMAÇ

Bu deneyin amacı öğrencilere elektrokaplama yöntemini detaylı bir biçimde öğretmektir.

TEORİK BİLGİ

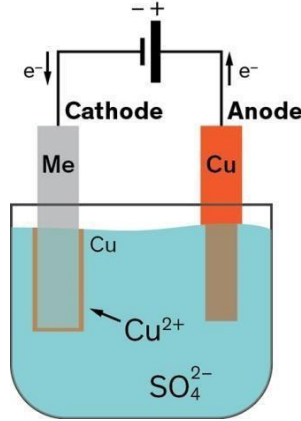
Bu yöntemle iletken yüzeyler üzerine bakır, krom, altın gibi metal kaplamalar yapılabilir. Metal kaplamalar görünümü güzelleştirmek, korozyon ve sıcaklık direnci kazandırmak ya da yüzey sertliğini arttırmak amacıyla yapılabilir. Bazı örnekler aşağıda verilmiştir:

Krom kaplama (Yüzey sertliğini artırır ve korozyon direnci sağlar.)

Altın ve gümüş kaplama (Dekoratif amaçlı yapılan kaplamalardır.) Nikel

kaplama (Sürtünmeyi azaltarak aşınmayı azaltır.)

Çinko-Nikel kaplama (Yüksek sıcaklıklara karşı direnç sağlar. Korozyon direnci kazandırır.)



Bakır kaplama için elektrokaplama düzeneği yukarıdaki şekilde gösterilmektedir. Üzerine metal kaplanacak obje güç kaynağının negatif kutbuna, kaplanacak malzeme ise güç kaynağının pozitif kutbuna bağlanır. Pozitif kutba bağlı elektroda anot, negatif kutba bağlı elektrotta da katot denir. Her iki elektrot da kaplama yapılacak metal iyonlarını içeren bir çözeltiye daldırılır. Bu örnekte çözelti olarak bakır sülfat kullanılmıştır. Bakır sülfat çözeltisi pozitif yüklü bakır ve negatif yüklü sülfat iyonlarını içerir. Çözelti hem kaplanama iyonlarını barındırır hem de iletken olduğu için devrenin tamamlanmasını sağlar. Güç kaynağı açıldığında, çözeltideki pozitif yüklü bakır iyonları katotta elektron alarak nötr hale geçer ve elektrot yüzeyine kaplanır. Pozitif yüklü iyonların katotta elektron alarak nötr hale geçmesine indirgenme denir. Anotta nötr halde bulunan bakır atomları ise elektron vererek pozitif yüklü iyonlar haline geçer ve çözeltiye karışır. Nötr haldeki bakır atomlarının anotta elektron vererek pozitif yüklü iyonlar haline geçmesine oksitlenme denir. Anot, çözeltiye sürekli olarak bakır iyonu sağladığından çözeltideki bakır iyonlarının konsantrasyonu azalmaz. Anot olarak bakır

yerine kimyasal olarak kararlı olan karbon, paslanmaz çelik ya da platin elektrotta kullanılabilir. Bu durumda çözelti sürekli olarak yenilenmelidir. Bakırın indirgenme ve oksitlenme reaksiyonları aşağıdaki gibidir:

Katot: $2e^- + Cu^{+2} \rightarrow Cu$ Anot:

$Cu \rightarrow Cu^{+2} + 2e^-$

Katotta herbir bakır iyonu 2 elektron alarak indirgenir ve anotta herbir bakır atomu 2 elektron vererek oksitlenir.

Faraday yasası: Faraday yasası kaplanan malzemenin miktarını devreden geçen akıma ilişkilendiren bir yasadır. Yukarıdaki reaksiyona göre iki tane elektron bir bakır atomunun yüzey üzerinde kaplanmasını sağlıyorsa, bu, akımla kaplanan malzeme miktarı arasında bir ilişki olduğunun göstergesidir. Bu ilişki aşağıdaki gibidir:

I, t, M

$$W = \frac{F \cdot n}{I \cdot t}$$

W: Kaplanan malzeme miktarı (g) I:

Devreden geçen akım miktarı (A) t:

Zaman (s)

M: Kaplanacak malzemenin molar kütlesi ($M_{Cu} = 63.54 \text{ g/mol}$) F:

Faraday sabiti (96500 A.s/mol)

n: Kaplanacak malzemenin 1 molünün indirgenmesi için gereken elektron miktarı

Görüldüğü gibi kaplama hızı uygulanan akımla doğru orantılı olarak değişmektedir. Yapılacak kaplamanın kalınlığı ya da istenilen kalınlık için ne kadar süre kaplama yapılması gerektiği yukarıdaki formül kullanılarak hesaplanabilir.

DENEYİN YAPILIŞI

1. 100 mL' lik 0.5 molar bakır sülfat çözeltisi hazırlayın (saf su ile).
2. Bozuk para ve bakır folyo parçasını aseton ve izopropil alkol ile yıkayıp kurulaayın.
3. Bozuk parayı ve bakır folyo parçasını hassas terazi ile tartıp kütlelerini not edin.
4. Bozuk para ve bakır folyo parçasına krokodilleri bağladıktan sonra önceden hazırlanmış bakır sülfat çözeltisi içerisine yerleştirin. İki elektrotun birbirine ve krokodillerin çözeltiye temas etmediğinden emin olun.
5. Bozuk paranın bulunduğu elektrotu güç kaynağının negatif kutbuna, bakır folyonun bulunduğu elektrotu da pozitif kutbuna bağlayın.
6. Güç kaynağını çalıştırın ve akımı 0.1 A olarak ayarlayın.
7. 20 dakika boyunca kaplama yapmaya devam edin.
8. 20 dakikanın sonunda güç kaynağını kapatın.
9. Bozuk para ve bakır folyo parçasını çözeltiden çıkarın. Bozuk paranın renginde bir değişme olduğunu gözlemleyeceksiniz. Bu, bakır kaplama işleminin başarıyla gerçekleştiği anlamına gelmektedir.
10. Daha sonra bozuk para ve bakır folyoyu saf su ile yıkayıp kurutun.
11. Bozuk para ve bakır folyo parçasını tekrar tartın ve kütlelerini not edin.
12. Kullanılmış çözeltiyi güvenli bir biçimde belirlenmiş atık şişesine boşaltın. Kullanılacak malzemeler;

* Bakır sülfat

* Bakır folyo

* DC güç kaynağı

* Krokodil

* Beher

* Saf su

* Bozuk para

Bozuk paranın kaplama yapılmadan önceki kütlesi	
Bakır folyo parçasının kaplama yapılmadan önceki kütlesi	
Bozuk paranın kaplama yapıldıktan sonraki kütlesi	
Bakır folyo parçasının kaplama yapıldıktan sonraki kütlesi	

Güvenlik Uyarıları:

Kaplama yapılırken asla bağlantı kablolarına temas etmeyiniz.

Deney esnasında eldiven ve önlük giyiniz ve koruyucu gözlük takınız.

İSTENENLER

1. Bozuk paranın kütlesindeki değişim ile bakır folyo parçasının kütlesindeki değişimi karşılaştırınız. Bulduğunuz sonucu yorumlayınız.
2. Bozuk para üzerine kaplanan bakırın kütlesini Faraday yasası ile hesaplayınız. Bulduğunuz sonucu deneysel veriniz ile karşılaştırınız.
3. Bir önceki sorunun cevabından yola çıkarak bakırın kaplanma verimini hesaplayınız.
4. Kaplamanın hızını g/s cinsinden bulunuz.
5. Eğer aynı süre içerisinde 0.3 A bir akımla kaplama yapılsaydı kaplamanın miktarı nasıl değişirdi?

DENEY -4: ISIL İŞLEM VE SERTLİK

Deney sorumluları: Dr. Öğr. Üyesi Süleyman CAN

1. Deneyin Amacı

Bu deneyin amacı, farklı bileşime sahip çeliklerinin ısıtılma öncesi ve sonrası sertlik özelliklerinin karşılaştırılmasıdır. Deney kapsamında çelik numuneler uygun bir östenitleme sıcaklığına kadar ısıtılacak, belirli bir süre bu sıcaklıkta bekletilecek ve ardından hızlı soğutma uygulanacaktır. Isıl işlem öncesinde ve sonrasında gerçekleştirilecek sertlik ölçümleri karşılaştırılarak karbon içeriğinin ve hızlı soğutmanın çeliğin sertliği üzerindeki etkisi incelenecektir.

2. Kuramsal Bilgi

2.1. Isıl İşlem Nedir?

Isıl işlem, metal ve alaşımların belirli bir sıcaklık programına göre ısıtılması, belirli sürelerde bekletilmesi ve kontrollü şekilde soğutulması yoluyla mikroyapı ve buna bağlı olarak mekanik, fiziksel veya kimyasal özelliklerinin değiştirilmesi işlemidir.

Çeliklerde ısıtılmanın temel amacı;

- sertliği değiştirmek,
- dayanımı artırmak veya azaltmak,
- sünekliği ve tokluğu geliştirmek,
- aşınma direncini değiştirmek,
- iç gerilmeleri azaltmak,
- istenilen mikroyapıyı oluşturmak

gibi özelliklerin kontrol edilmesidir.

Isıl işlem sırasında uygulanan sıcaklık, bekleme süresi ve soğuma hızı malzemenin nihai özelliklerini önemli ölçüde etkiler. Bu nedenle bir çeliğin yalnızca kimyasal bileşimi değil, maruz kaldığı ısıtılma geçmiş de malzemenin davranışını belirler.

2.2. Çeliklerde Isıl İşlem ve Faz Dönüşümleri

Çeliklerin ısıtılma davranışının anlaşılmasında demir-karbon (Fe-C) faz diyagramı önemli bir araçtır. Çelik belirli bir sıcaklığa kadar ısıtıldığında mevcut fazlar kararlı olmayabilir ve yeni fazların oluşması mümkün hale gelir. Karbon miktarına bağlı olarak çeliklerin kritik dönüşüm sıcaklıkları değişir. Bu nedenle AISI 1020 ve AISI 1040 gibi farklı karbon içeriğine sahip çeliklerin aynı sıcaklıkta ısıtılma işlem görmesi durumunda oluşan mikroyapı ve sertlik değişimi aynı olmayabilir. Özellikle düşük ve orta karbonlu çeliklerde ısıtılma sırasında ferrit + perlit → östenit → martenzit gibi bir dönüşüm zinciri meydana gelebilir. Bu dönüşümlerin gerçekleşebilmesi için sıcaklık ve soğuma koşullarının uygun olması gerekir.

2.3. Ferrit

Ferrit, karbonun α -demiri içerisindeki katı çözültisidir.

Ferrit;

- düşük karbon çözünürlüğüne,
- düşük sertliğe,
- yüksek sünekliğe

sahip bir fazdır. Düşük karbonlu çeliklerde ferrit miktarının fazla olması, malzemenin genel olarak daha sünek ve daha düşük sertlikte olmasına neden olur

2.4. Perlit

Perlit, ferrit ve sementitin birlikte oluşturduğu lamelli bir mikroyapıdır. Östenitin yavaş veya orta hızlarda soğuması sonucunda oluşabilir. Perlitin mekanik özellikleri;

- ferritten daha yüksek sertlik,
- daha yüksek dayanım,
- martenzitten daha düşük sertlik

gösterecek şekilde değerlendirilebilir. Perlitin lamel aralığı da mekanik özellikleri etkileyebilir. Soğuma hızının artmasıyla daha ince perlitik yapılar oluşabilir.

2.5. Östenit

Östenit, karbonun γ -demiri içerisindeki katı çözültisidir. Çelik uygun sıcaklığa kadar ısıtıldığında ferrit ve/veya perlit yapısı dönüşerek östenitik yapı oluşturabilir. Östenitleme işleminin amacı, çeliğin uygun miktarda östenitik yapıya dönüşmesini sağlamaktır. Isıl işlem sırasında uygulanan östenitleme sıcaklığı;

- çeliğin karbon içeriğine,
- alaşım elementlerine,
- başlangıç mikroyapısına

bağlı olarak değişir. Bu nedenle farklı çelik kaliteleri için tek bir östenitleme sıcaklığı değeri kullanılmaz.

2.6. Martenzit

Martenzit, östenitin hızlı soğutulması sonucunda oluşabilen çok sert bir faz/yapıdır. Östenit hızlı bir şekilde soğutulduğunda karbon atomlarının difüzyon yoluyla yeniden dağılması için yeterli zaman kalmaz. Bunun sonucunda difüzyonsuz bir dönüşüm gerçekleşir ve martenzitik yapı meydana gelir. Martenzitik dönüşümün gerçekleşmesinde soğuma hızı büyük önem taşır.

Genel olarak:

Yavaş soğuma $\rightarrow$ ferrit + perlit gibi yapılar

Hızlı soğuma $\rightarrow$ martenzit oluşumu olasılığı

şeklinde düşünülebilir. Martenzit yüksek sertlik ve dayanım sağlayabilmesine rağmen yüksek iç gerilmeler ve düşük tokluk ile ilişkilendirilebilir. Bu nedenle mühendislik uygulamalarında su verme sonrasında çoğunlukla menevişleme işlemi uygulanır.

2.7. Su Verme

Su verme, ısıtılmış çelik numunenin yüksek soğuma hızı sağlayan bir ortamda hızlı şekilde soğutulması işlemidir. Su, yağ, polimer çözeltileri veya gaz gibi farklı soğutma ortamları kullanılabilir. Soğutma ortamının seçimi;

- çeliğin kimyasal bileşimine,
- numunenin geometrisine,
- istenilen mikroyapıya,
- çatlama ve deformasyon riskine

bağlıdır. Bu deneyde hızlı soğutma uygulanmasının temel amacı, östenitten martenzitik dönüşümün gerçekleşmesini sağlayarak sertlikteki değişimi incelemektir.

2.8. Menevişleme

Su verme sonucunda yüksek sertlikte martenzitik yapı elde edilebilir. Ancak bu yapı yüksek iç gerilmelere ve düşük tokluğa sahip olabilir. Menevişleme, su verilmiş çeliğin daha düşük bir sıcaklığa tekrar ısıtılması ve belirli süre bekletilmesi işlemidir. Menevişleme sonucunda genel olarak;

- sertlikte azalma,
- süneklik ve toklukta artış,
- iç gerilmelerde azalma

beklenir.

3. Deney Malzemeleri ve Cihazlar

Malzemeler

- Farklı bileşimdeki çelik numuneler
- Su verme ortamı olarak su

Cihaz ve ekipmanlar

- Isıl işlem fırını
- Numune maşası
- Su verme kabı
- Sertlik ölçüm cihazı
- Yüzey taşlama/polisaj ekipmanı
- Kişisel koruyucu donanımlar

4. Deneyin Uygulanması

A. Isıl İşlem Öncesi Sertlik Ölçümü

1. Numunelerin yüzeyleri sertlik ölçümüne uygun hale getirilir.
2. Çelik numunelerinin başlangıç sertlikleri ölçülür.
3. Her numune üzerinde birden fazla noktadan ölçüm alınır.
4. Ölçüm sonuçları deney föyündeki tabloya kaydedilir.
5. Her malzeme için ortalama başlangıç sertliği hesaplanır.

B. Isıl İşlem

1. Fırın, deney için belirlenen östenitleme sıcaklığına getirilir.
2. Çelik numuneleri fırına yerleştirilir.
3. Numunelerin uygun sıcaklığa ulaşması sağlanır.
4. Numuneler belirlenen süre boyunca östenitleme sıcaklığında tutulur.
5. Numuneler fırından çıkarılarak hızlı şekilde su verme işlemine tabi tutulur.
6. Numunelerin oda sıcaklığına kadar soğuması sağlanır.

Not: Deneyde uygulanacak kesin östenitleme sıcaklığı, bekleme süresi ve soğutma koşulları laboratuvar sorumlusu tarafından belirlenecektir.

C. Isıl İşlem Sonrası Sertlik Ölçümü

1. Soğuyan numunelerin yüzeyleri temizlenir.
2. Gerekli görülmesi halinde ölçüm yüzeyleri taşlanarak/polisajlanarak düzgün hale getirilir.
3. Her numuneden birden fazla sertlik ölçümü alınır.
4. Ölçüm sonuçları kaydedilir.
5. Her malzeme için ortalama sertlik değeri hesaplanır.
6. Isıl işlem öncesi ve sonrası sertlik değerleri karşılaştırılır.

6. Deney Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Öğrenciler deney raporuna aşağıdaki tabloyu hazırlayıp eklemelidir.

Numune	Ölçüm 1	Ölçüm 2	Ölçüm 3	Ölçüm 4	Ölçüm 5	Ortalama
Numune 1 – İşlem öncesi						
Numune 1 – İşlem sonrası						
Numune 2 – İşlem öncesi						
Numune 2 – İşlem sonrası						

5.1. Ortalama Sertlik (Ne elde edildi?)

7. Deneyde Cevaplanması Gereken Sorular

1. Isıl işlem nedir ve çeliklerin özelliklerini değiştirmek için neden uygulanır?
2. Östenitleme işleminin amacı nedir?
3. Su verme sırasında çelikte meydana gelen temel mikroyapısal dönüşüm nedir?
4. Soğuma hızının çeliğin mikroyapısı ve sertliği üzerindeki etkisi nedir?
5. Örneğin AISI 1020 ve AISI 1040 çelikleri arasında karbon içeriği bakımından ne gibi bir fark vardır?
6. Karbon içeriğinin su verme sonrası sertlik üzerindeki etkisi nasıl açıklanabilir?
7. Su verme sonrasında neden menevişleme yapılabilir?
8. Bu deneyde menevişleme yapılmış olsaydı sertlik değerlerinin nasıl değişmesi beklenirdi?

9. İş Sağlığı ve Güvenliği

- Yüksek sıcaklıktaki numunelere çıplak elle kesinlikle dokunulmamalıdır.
- Numuneler uygun maşa ve ısıya dayanıklı ekipman kullanılarak taşınmalıdır.
- Su verme sırasında sıcak numunenin suyla teması sonucu sıçrama meydana gelebileceği dikkate alınmalıdır.
- Koruyucu gözlük, laboratuvar önlüğü ve uygun ısıya dayanıklı eldiven kullanılmalıdır.
- Sertlik ölçüm cihazı yalnızca laboratuvar sorumlusunun talimatları doğrultusunda kullanılmalıdır.
- Numune yüzeyi hazırlanırken taşlama/polisaj ekipmanlarının güvenlik kurallarına uyulmalıdır.
- Isıl işlem görmüş numuneler tamamen soğumadan çalışma alanına bırakılmamalıdır.

- Su verilmiş numuneler kırılgan ve yüksek iç gerilmeli olabileceğinden darbeye maruz bırakılmamalıdır.

10. Sonuç

Bu deneyde, çeliklerin ısıtıl işlem öncesi ve su verme sonrası sertlikleri karşılaştırılarak çelik bileşimi, ısıtıl işlem koşulları, mikroyapı ve mekanik özellikler arasındaki ilişki incelenecektir. Öğrencilerin deney sonucunda yalnızca hangi numunenin daha sert olduğunu belirtmeleri yeterli değildir. Elde edilen sertlik değişiminin karbon içeriği, östenitleme, soğuma hızı ve martenzitik dönüşüm ile ilişkilendirilmesi beklenmektedir.

DENEY -5: METALOGRAFİ

Deney Sorumluları: Prof. Dr. Miraç ALAF

Metalografi malzemelerin tüm fiziksel, kimyasal, elektronik ve mekanik özellikleri, bileşimlerinin yanı sıra iç yapıları ile doğrudan ilgilidir. Bu nedenle,

- üretimde kalite kontrolü,
- yeni malzemelerin geliştirilmesi,
- dayanıklılık,
- hasar ve kazaların nedenini

araştırma gibi olaylarla karşılaşıldığında, malzemelerin iç yapısı hakkında bilgi sahibi olmak gerekmektedir. Metallerin mikroyapısını inceleyen bu bilim dalına **metalografi** denir. Malzemelerin iç yapısını incelemeye amaç, Malzemede mevcut fazları miktarını ve dağılımını Tane boyut, şekil ve dağılımını Genel olarak yapı kusurlarının cinsini ve miktarını; Çatlak, Porozite, Segregasyon ve kalıntıları Saptamaktır. İç yapıyı incelerken

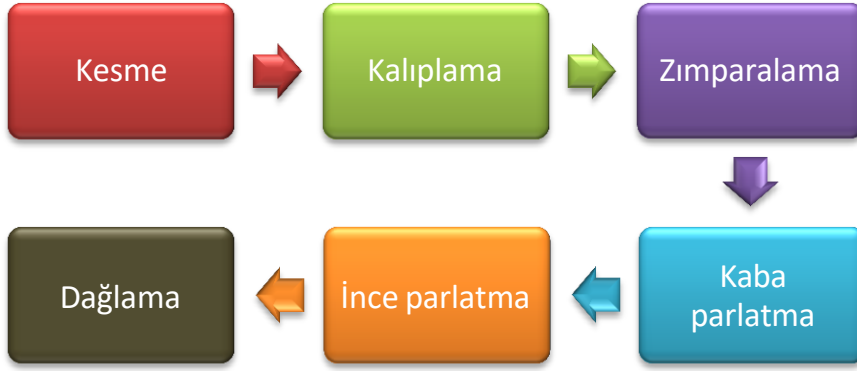
- hangi yöntemin ve
- hangi cihazın seçileceği,
- yöntem,
- mikroyapı etüdünün boyutuna karar verilmelidir.

Metalografi deneyi şu aşamalardan oluşur;

- Numunenin seçimi
- Numunenin hazırlanması
- Numunenin incelenmesi
- Sonuçların bir rapor haline düzenlenmesi

Metalografik incelemede seçilen numunenin bir değer taşıyabilmesi için bu numunenin gerek fiziksel özellik ve gerekse kimyasal bileşim yönünden **esas malzemeyi tam olarak temsil etmesi gerekmektedir**. Metalografik inceleme için numune alınmasında belirli kurallar olmayıp, bazı genel prensipler mevcuttur ve yerine göre kişi zeka ve bilgisini kullanır. Numunenin nereden alınacağı saptandıktan sonra en uygun bir kesici alet ile numune kesilir. Bunlar testere, keski, torna, kesici taş, çekiçle kırma ve oksiasetilen ile ergitme olabilir. Bazı hallerde bunların birkaçı birden kullanılır. **Burada dikkat edilecek nokta, minimum yapı değişmesini sağlayacak yöntemin seçimidir.**

Numune hazırlama işlemi ise aşağıdaki Şekil 1’de gösterilen akış şemasındaki adımlar ile yapılır.



Şekil 1. Numune hazırlama işleminin adımları

1. KESME İŞLEMİ

Kesme işlemi el testeresi, torna motorlu testere gibi yöntemlerle yapılabilir. En ideal kesme yöntemi ise su soğutmalı döner disk kullanmaktır. Bunlara metalografik kesit alma diski denir. Her malzemeye uygun bir kesme diski vardır. Bu disklerin yapısında SiC, Al₂O₃, elmas tozları gibi aşındırıcı malzemeler bulunur ve bu nedenle bu disklerle abraziv kesme diskidenir.

Kesme işlemi sırasında oluşan ısı birikimlerini azaltmak için soğutucu sıvı kullanılmalıdır. Kullanılan soğutucu sıvı, numunede korozyona neden olmayacak türde yağ ve yağ karışımlarından oluşabilir. Bu sıvı hem fazla ısıyı hem de parçadan kopan partikülleri kesme bölgesinden uzaklaştırır. Eğer parça boyutları uygunsa, metalografik inceleme için kolaylık sağlayan numune boyutları; 25 mm boy ve 25mm çap olmasıdır. Daha ufak numuneler için kalıplama veya yataklama gerekir.



Şekil 2. Kesme Cihazları

2. KALIPLAMA

İncelenecek numuneler şayet küçük veya biçimsiz şekilli ise zımparalama ve parlatma esnasında elde tutmak güçlük yaratır. Bu durumda numuneler genellikle kalıplanır. Aynı amaçla bazen metal kelepçeler de kullanılır. Tel, saç v.b numuneler kelepçelere tutturularak parlatma yapılabilir. Numuneyi kalıplarken iki farklı yöntemden biri uygulanabilir. Sıcakta ve basınç altında (compression) ve Soğukta (cold moulding) kalıplama şeklindedir.

Sıcak kalıplamada, cihaz içinde bir hazne bulunur. İnceleyeceğimiz numuneyi, yüzeyi aşağıya bakacak şekilde bakalit cihazının haznesine yerleştiririz. Daha sonra sıcak bakalit tozunu numune üzerine dökeriz. Burada numune tozlarının sıkışacağı da dikkate alınarak, sıkışma gerçekleşikten sonra, bakalitin boyu her zaman numune boyunu geçecek şekilde bakalit tozu dökülmesine ve bakalitin numunenin arka yüzeyini tamamen kapatması gerektiğine dikkat edilmelidir. Hazneye yerleştirilen numune ve bakalit tozları yaklaşık 150°C sıcaklık ve 30 MPa basınçta belirli bir süre bekletildikten sonra soğutulur ve dışarı alınır. Sıcak kalıplama için epoksi, akrilik ve bakalit reçineler kullanılabilir. Fakat en çok kullanılan bakalit olduğu için bu işlem “bakalite alma” olarak adlandırılmıştır.

Numuneye iletkenlik kazandırmak için bakalit tozu bakır veya demir tozu karıştırılarak kalıplanabilir. Aynı şekilde sertlik kazandırmak için ve parlatma yaparken kenar kısımların yuvarlaklaşmasının önlenmesi için cam tozu vs eklenebilir.



Şekil 3. Sıcak kalıplama işlemi

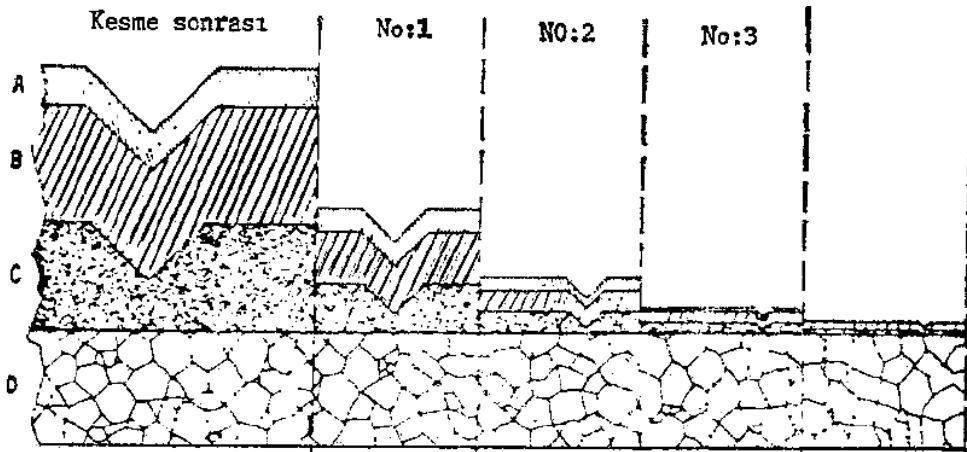
Soğuk kalıplama oda sıcaklığında yapılır. Dışarıdan basınç veya sıcaklık uygulanmaz. Reçine ve sertleştirici karıştırılarak kalıp içine ters konulmuş numunenin üzerine dökülür. Akrilik, polyester, epoksi reçineler kullanılabilir. Belirli bir süre sonra reçine donar ve numune kalıptan çıkartılır.



Şekil 4. Soğuk kalıplama işlemi

3. ZIMPARALAMA

Numuneler kesildikten ve kalıba alındıktan sonra mikroskobik inceleme için parlatılmaları gerekir. Parlatma işlemi, çeşitli parlatma kademeleri içerir. Her kademede, bir evvelki kademede kullanılan aşındırıcılardan daha ince aşındırıcı kullanılır ve böylece her kademenin numune yüzeyinde yarattığı deformasyon ve çizik minimuma indirilir. Numunelerin parlatılmasındaki başarı, parlatılacak malzemeye uygun yöntem ve aşındırıcının seçimine bağlıdır. Numuneler kesildikten ve kalıba alındıktan sonra, mikroskobik inceleme için parlatılmaları gerekir. Parlatma işlemi, çeşitli parlatma kademelerini içerir. Her kademede bir evvelki kademede kullanılan aşındırıcılardan daha ince aşındırıcı kullanılır ve böylece her kademenin numune yüzeyinde yarattığı deformasyon ve çizik minimuma indirilir. Numunelerin parlatılmasındaki başarı, parlatılacak malzemeye uygun yöntem ve aşındırıcının seçimine bağlıdır. Numunenin yüzeyinde, numuneyi kestğimiz aletin izleri bulunur. Ayrıca kesme esnasında numunenin yüzeyi bir miktar deforme olur. Şekil el testeresi ile kesilmiş numunedeki yüzey durumunu sematik olarak göstermektedir



Şekil 5- El testeresi ile kesilmiş numunedeki yüzey durumu ve müteakip zımparalama kademelerinin bu bölgeye etkisi (A, B, C tabakaları kesme sonucu deformasyona uğrayan bölgeyi ve D orijinal içyapıyı göstermektedir).

Zımpara kağıtları birim alandaki aşındırıcı partikül sayısına göre numaralandırılmıştır. Dolayısıyla, partikül boyutu küçüldükçe birim alandaki partikül sayısı artar ve zımparanın nosu yükselir. Mesela, en kalın partikülleri içeren bir zımparanın numarası 80'dir ve partiküllerin tane boyut aralığı 210-177 mikrondur; halbuki 800 numaralı zımpara ince partiküllerden oluşmuştur (partikül boyut aralığı 15-11 mikron).



Şekil 6. Farklı grit numaralı kağıtlarla zımparalama yapılmış bakır yüzeyleri

Parlatma işlemi mekanik, elektrolitik, kimyasal, otomatik parlatma yöntemlerin biriyle yapılır. Mekanik parlatma işleminde 150-600d/dk hızla dönen disklerden faydalanılır. Diskler plastikten yapılmış olup disklerin üzeri parlatma aşamasına göre çadır bezi, sert çuha, poplin, kadife, naylon vb. kumaş ile kaplanır. Kaba parlatmada aşındırıcı boyutu 15 -1 µm arasındadır. İnce parlatmada ise 0,25-0,05 µm arasındadır. Aşındırıcı tozu diskler üzerine dökülür. Aşındırıcı olarak alümina Al_2O_3 , Cr_2O_3 , MgO , Fe_2O_3 , elmas tozu gibi aşındırıcılar kullanılır. Elmas tozu macun, sprej ve süspansiyon halinde, diğerleri ise damıtık ile süspansiyon halinde kullanılır. Elmas tozu kumaş kaplı disk üzerine sürüldükten veya püskürtüldükten sonra özel yağlayıcı ile birlikte kullanılır.

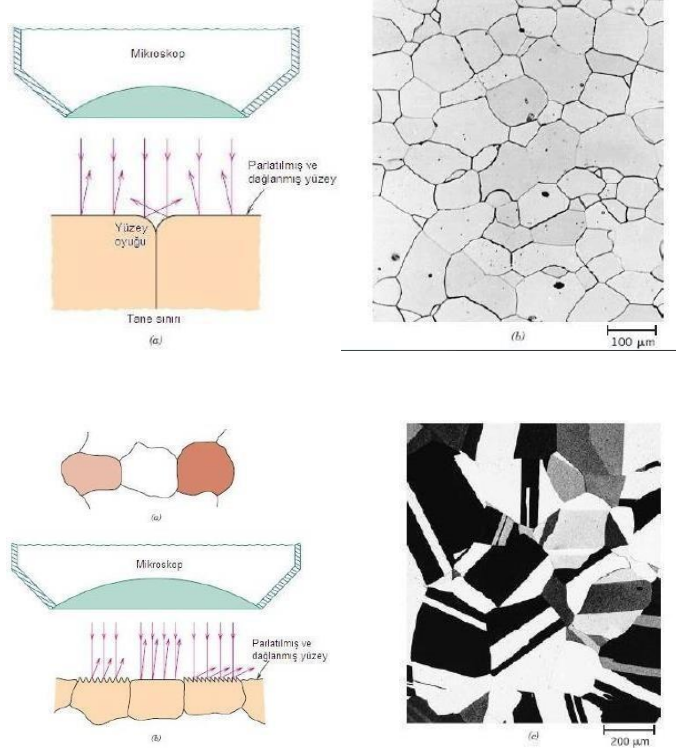
Zor parlatılan çok sert ve çok yumuşak numunelerin parlatılmasında elmas tozu daha iyidir. Parlatılmış numunelerde

- Dökme demirlerde grafitlerin yapısı ve dağılımı
- İnklüzyonlar
- İçyapıda bulunan gözenekler
- Çatlaklar
- Taneler arası korozyon incelemeleri yapılabilir

İçyapıda bulunan fazların ve tane sınırlarının metal mikroskopunda görülebilmesi için **dağlama işlemi** gerekir. Dağlama kimyasal, elektrolitik veya fiziksel olabilir. Burada kimyasal dağlama açıklanacaktır.

4. DAĞLAMA

Parlatılmış numunenin yüzeyi ışığı eşit dağıttığından yapıdaki ayrıntılar ayırt edilemez. Bu nedenle yapıda kontrast oluşturulması gerekir. Bunun için uygulanan yöntem genel olarak **dağlama** (etching) denir. Genellikle kimyasal dağlama kullanılır. Mikroyapısal detayları ortaya çıkarmak için bir malzemenin yüzeyinde kimyasallar kullanılır. Tane sınırları dağlamaya daha elverişlidir. Tane sınırları siyah bölgeler olarak ortaya çıkabilir. Tane sınırları boyunca kristal yönlenmelerde değişim olduğu için ayırt edicidir. Tek fazlı malzemelerde, tanelerin kimyasal reaktifikleri kristal yönlenmelerine göre farklılık gösterir. çok kristalli numunelerde ise dağlama davranışı taneden taneye farklılık gösterir.



Şekil 6. Dağlama işlemi

Deneyin Yapılışı:

Metalografi deneyi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği laboratuvarında gerçekleştirilecektir. Öğrencilerin her birine düşük karbonlu çelik, yüksek karbonlu çelik, dökme demir veya demirdışı alaşımlardan her hangi biri verilerek metalografik numune inceleme yapması istenecektir. Metalografinin tüm adımları sırasıyla gerçekleştirilecek ve öğrenciler hazırladıkları numuneleri optik mikroskopta inceleyecektir.

Deney Sonunda İstenenler:

Deneyde kullanılan sarflar, cihazlar, yöntemler adım adım anlatılacaktır. Herkes kendi numunesini nasıl hazırladığı optik mikroskopta elde ettiği sonucu ve çektiği optik mikroskop görüntüsünü deney raporuna koyacaktır.

DENEY -6: ÇEKME VE BASMA DENEYİ

Deney sorumluları: Dr. Öğr. Üyesi Şenol AVCI

AMAÇ

Belirli bir malzemeye ait mekanik özelliklerin belirlenmesi için çekme ve basma testinin uygulanması ve elde edilen sonuçların yorumlanması.

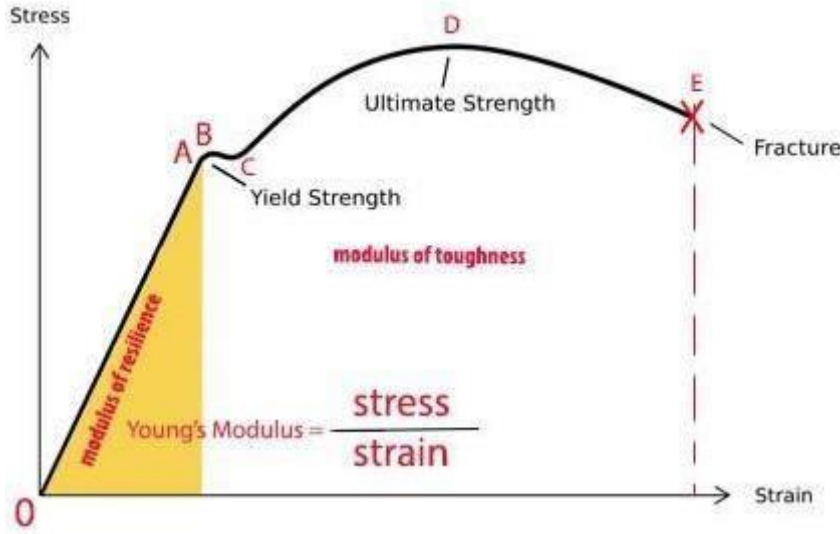
TEORİK BİLGİ

Çekme deneyi, malzemelerin statik (darbesiz) yük altındaki mukavemet özelliklerini saptamak için sabit sıcaklık altında koparıncaya kadar çekilmesi ve bu işlem zarfında Gerilim-Gerinim diyagramının elde edilmesidir.

Bir malzemenin gerilim altındaki davranışını tek yönlü çekme testiyle (*uniaxial tensile test*) inceleyebilmekteyiz. Tek yönlü çekme testi, silindir ya da plaka geometrisinde sahip bir çekme numunesini bir ucundan sabitleyip, diğer ucundan, sadece uzunluğu doğrultusunda yük uygulayarak germe ilkesine dayanmaktadır. Bu testte, yük miktarını kontrollü bir şekilde arttırarak numunede oluşan uzama miktarını ölçülür. Dolayısıyla, test sonunda elimizdeki veri, kuvvet ve kuvvete bağlı olarak numunede oluşan uzama değerlerinden oluşmaktadır. Elde ettiğimiz bu iki değeri kullanarak, mühendislik akma eğrisine çok benzeyen yük – uzama eğrisini çizebilmemize rağmen, malzemelerin mekanik davranışını analiz etmek için bu eğrileri pek sık kullanılmamaktadır. Yük – uzama eğrilerinin çok sık kullanılmıyor olmasının nedeni, bu eğrinin bize sağladığı bilgilerin numunenin boyutlarına çok bağlı olmasından kaynaklanmaktadır. Örneğin, aynı malzemeden yapılan, fakat farklı kalınlığa sahip iki numunenin yük-uzama eğrilerinin oldukça farklı olduğunu gözlemleyebiliyoruz. Bu nedenle, numune boyutlarının test sonuçları üzerindeki etkisini ortadan kaldırmak için yük-uzama eğrileri yerine gerilim-gerinim eğrilerini kullanmak tercih edilmektedir.

Çekme deneyi vasıtası ile metalik malzemelerin elastisite modülü, akma dayanımı, çekme dayanımı, kopma dayanımı, kopma büzülmesi, rezilyans ve tokluk değeri gibi mekanik özellikler belirlenebilmektedir.

Elastisite modülü (E): Malzemenin bir kuvvet altında elastik şekil değiştirmesini ifade eder. Young modülü ya da elastisite modülü olarak da ifade edilebilir. Elastiklik modülü artarsa malzemenin kalıcı şekil değişimi olmadan dayanabileceği kuvvet de artar. Ürün tasarımında önemli parametrelerden biridir. $E = \sigma(\text{Gerilme}) / \epsilon$ (birim uzama) olarak tanımlanır Birimi N/mm^2 'dir.



Şekil 1. Belirgin akma noktasına sahip bir malzemenin gerilme-gerinme grafiği.

Akma dayanımı (σ_a): Uygulanan çekme kuvvetinin yaklaşık olarak sabit kalmasına karşın, plastik şekil değiştirmenin önemli ölçüde arttığı ve çekme diyagramının düzgünlük gösterdiği kısma karşı gelen gerilme değeridir (Şekil 1). Bu değer akma kuvvetinin (F_a) numunenin ilk kesit alanına bölünmesiyle ($\sigma_a = F_a/A_0$) bulunur. Düşük karbonlu yumuşak çelik gibi bazı malzemeler, deney koşullarına bağlı olarak belirgin akma sınırı gösterebilirler. Malzemelerin belirgin akma göstermemesi durumunda, genelde %0,2'lik plastik uzamaya ($\epsilon_{plastik} = 0,002$) karşı gelen çekme gerilmesi akma sınırı veya akma dayanımı olarak kabul edilmektedir.

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

Çekme dayanımı (σ_{ϵ}): Bir malzemenin kopuncaya veya kırılıncaya kadar dayanabileceği en yüksek çekme gerilmesi olarak tanımlanır. Bu gerilme, çekme diyagramındaki en yüksek gerilme değeri olup, $\sigma_{\epsilon} = F_{maks}/A_0$ formülü ile bulunur. Burada F_{maks} malzemeye uygulanan en yüksek kuvveti, A_0 ise malzemenin ilk kesit alanını gösterir.

$$\sigma_{\epsilon} = \frac{P_{max}}{A_0}$$

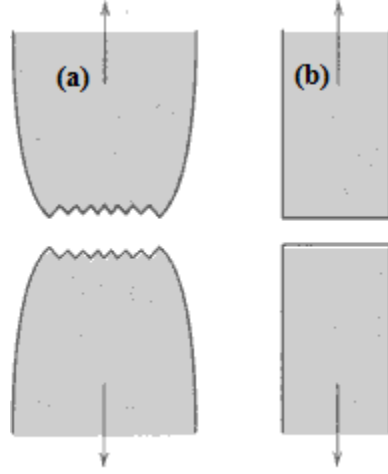
Kopma dayanımı (σ_k): Çekme deneyi esnasında, numune kesiti çekme kuvvetini artık karşılayamadığı anda kopma meydana gelir. Çekme diyagramı çiziminde kaydedilen bu son gerilme değerine, malzemenin kopma dayanımı adı verilir.

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

Kopma uzaması (KU): Çekme numunesinin boyunda meydana gelen en yüksek yüzde plastik uzama oranı olarak tanımlanır. Çekme deneyine tabi tutulan numunenin kopan kısımlarının bir araya getirilmesi ile son boy ölçülür ve boyda meydana gelen uzama $\Delta l = l_k - l_0$ bağıntısı ile bulunur. Burada l_0 numunenin ilk ölçü uzunluğunu, l_k ise numunenin kırılma anındaki boyunu gösterir. Kopma uzaması bağıntısı $K_U = \frac{\Delta l}{l_0} \times 100$ yardımıyla belirlenir ve bu değer malzemenin sünekliğini gösteren değerdir.

Kopma büzülmesi (KB): Çekme numunesinin kesit alanında meydana gelen en büyük yüzde daralma veya büzülme oranı olup, $K_B (\%) = \frac{A_0 - A_k}{A_0} \times 100$ bağıntısı ile hesaplanır. A_0

Burada A_0 deney numunesinin ilk kesit alanını, A_k ise kırılma anındaki kesit alanını veya kırılma yüzeyinin alanını gösterir. Kopma büzülmesi, kopma uzaması gibi sünekliğin bir göstergesidir. Sünek malzemelerde belirgin bir büzülme veya boyun verme meydana gelirken, gevrek malzemeler büzülme göstermezler. Şekil 2.'de kopma türleri gösterilmektedir.



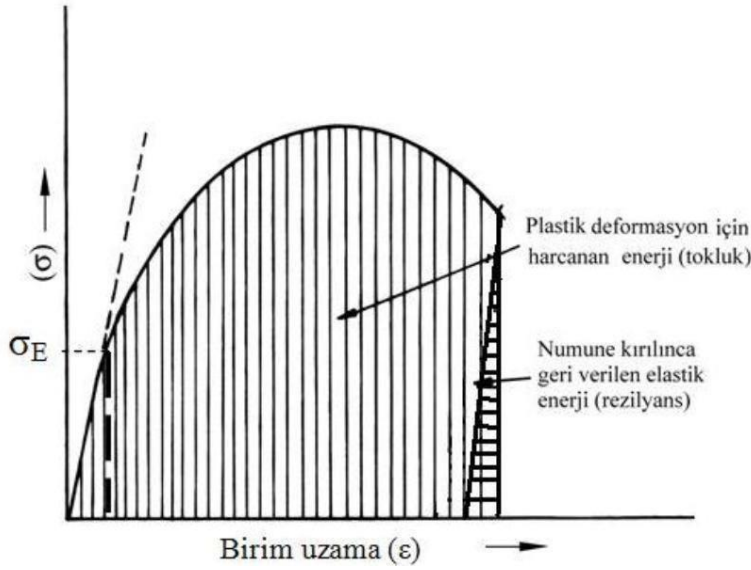
Şekil 2. a) sünek kopma, b) gevrek kopma.

Rezilyans: Malzemenin yalnız elastik şekil değiştirmesi için harcanan enerji veya elastik şekil değiştirme sırasında malzemenin depoladığı enerji demektir. Bu enerji, gerilme (σ)-birim uzama (ϵ) eğrisinin elastik kısmının altında kalan alan ($\frac{\sigma_y \epsilon_y}{2}$) ile belirlenir ve numune kırılınca geri verilir.

$$U_r = \frac{\sigma_y^2}{2E} = \frac{\sigma_y * \epsilon_y}{2}$$

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

$$\frac{\text{energy}}{\text{volume}} = \int_0^{\epsilon_f} \sigma d\epsilon$$

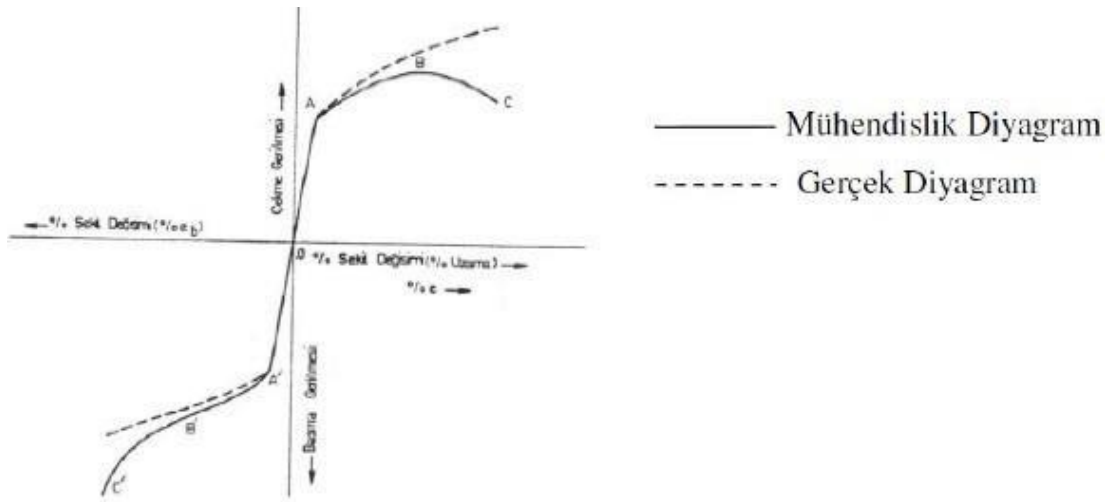


Şekil 3. Rezilyans ve tokluk değerlerinin gerilme gerinme grafiğinden elde edilişi.

Basma deneyi, çekme deneyinin tersi olarak kabul edilebilir ve çekme basma makinelerinde basma kuvveti uygulamak sureti ile yapılır. Basma kuvvetinin etkin olduğu uygulamalarda kullanılan gevrek malzemelerin, mukavemet değerleri basma deneyi ile belirlenir. Bu nedenle basma deneyinden elde edilen sonuçlar gevrek malzemelerle yapılan tasarımda doğrudan kullanılabilirler. Basma deneyinde homojen bir gerilim dağılımı sağlamak amacıyla yuvarlak kesitli numuneler tercih edilir. Fakat kare veya dikdörtgen kesitli numuneler de kullanılmaktadır. Basma deneyi numunelerinde, numune yüksekliği (h_0) ile çapı (d_0) arasındaki h_0/d_0 oranı oldukça önemlidir. Numunenin h_0/d_0 oranının çok büyük olması, deney sırasında numunenin bükülmesine ve homojen olmayan gerilim dağılımına sebep olur. Bu oran küçüldükçe numune ile basma plakaları arasında meydana gelen sürtünme deney sonuçlarını çok fazla etkilemektedir. Bu sebeple numunenin h_0/d_0 oranının $1.5 \leq h_0/d_0 \leq 10$ aralığında olması önerilir. Metalik malzemelerin basma numunelerinde ise genellikle $h_0/d_0=2$ oranı kullanılır.

Basma kuvvetlerinin etkin olduğu yerlerde kullanılan malzemeler genellikle gevrek malzemelerdir ve özellikleri basma deneyi ile belirlenir. Gri dökme demir, yatak alaşımları gibi metalik malzemeler ile tuğla, beton gibi metal dışı malzemelerin basma mukavemetleri, çekme mukavemetlerinden çok daha yüksek olduğu için bu gibi malzemeler basma kuvvetlerinin etkin olduğu yerlerde kullanılır ve basma deneyi ile bu malzemelerin mekanik özellikleri tespit edilebilir. Basma deneyi sırasında numunenin kesiti devamlı olarak arttığından, çekme deneyinde görülen “Boyun” teşekkülü problemi yoktur. Basma deneyi bilhassa gevrek ve yarı gevrek malzemelerin sünekliğini ölçmede çok faydalıdır, zira bu malzemelerin sünekliği çekme deneyi ile hassas olarak ölçülemez. Bu malzemelerin çekmede

% uzama ve % kesit daralması değerleri hemen hemen sıfırdır. Basma deneyinin diğer bir avantajı da çok küçük numunelerin bile kullanılabilmesidir. Bu avantaj, bilhassa çok pahalı malzemelerle çalışıldığında veya çok az miktarda malzeme bulunduğu durumlarda çok faydalıdır.



Şekil 4. Çekme ve basma diyagramlarının şematik gösterilmesi

Basma deneyi sonucunda, çekme deneyinde olduğu gibi; akma dayanımı, basma dayanımı, elastisite modülü, kopma uzaması, rezilyans ve tokluk değeri belirlenebilir.

Akma Dayanımı (σ_a): Gerilmenin yaklaşık olarak sabit kalmasına karşılık, plastik şekil değiştirmenin önemli ölçüde arttığı ve basma diyagramının düzgünlük gösterdiği gerilme değeridir. Bu belirgin akma sınırı ancak bazı malzemelerde, örneğin düşük karbonlu yumuşak çelikte, deney şartlarına bağlı olarak görülebilir. Akma sınırının belirgin olmaması halinde bunun yerine, genellikle **%0,2'** lik elastik uzamaya (**% $\epsilon_{elastik} = 0,2$ veya $\epsilon_{elastik} = 0.002$**) karşılık gelen gerilme $\sigma_{0,2}$ sınırı alınır.

Basma Dayanımı (σ_b): Bir malzemenin dağılmadan dayanabileceği en yüksek basma gerilmesi olarak tanımlanır. Bu gerilme, basma diyagramındaki en yüksek gerilme olup, **$\sigma_b = F_{max}/A_0$** formülü ile bulunur. Bu gerilmeye kadar numunenin kesiti her tarafta aynı oranda büyüdüğü halde özellikle plastik deformasyonun sonuna doğru numune kesiti büyük oranda artar ve daha büyük bir gerilmeye numune kırılır.

Kopma Uzaması (K.U.): Basma örneğinin kopuncaya veya kırılıncaya kadar gösterdiği yüzde uzama miktarı olarak tanımlanır. Deney parçasının kopan kısımlarının bir araya getirilmesi ile ölçülen **lk ve $\Delta lk = lk - l_0$** yardımıyla **$K.U. = \% \Delta lk / l_0 \times 100$** bağıntısı yardımıyla bulunur. Bu değer ne kadar büyükse malzeme o derece süneklik anlamına gelir. Birmalzemedede σ_k ve σ_b değerlerini yükselten etkenler çoğunlukla sünekliği azaltırlar.

Kaynaklar

1. Celal Bayar Üniversitesi Malzeme Laboratuvarı Föyü.
2. Metalik Malzemelerin Mekanik Deneyleri, E. Sabri Kayalı, C. Ensari, F. Dikeç
3. Bartın Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji Ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Metalik Malzemelerin Çekme Ve Basma Deney Föyü.
4. <https://en.wikipedia.org/wiki/Toughness>
5. [https://en.wikipedia.org/wiki/Resilience_\(materials_science\)](https://en.wikipedia.org/wiki/Resilience_(materials_science))
6. Yıldız Teknik Üniversitesi Malzeme Laboratuvarı Föyü.

DENEY -7: SERAMİK BÜNYE HAZIRLAMA, ŞEKİLLENDİRME VE PİŞİRİM

Deney sorumlusu: Doç. Dr. Betül YILDIZ

AMAÇ

Bu deneyin amacı; seramik bünye hazırlama, öğütme, granül hazırlama, şekillendirme ve pişirim aşamalarının incelenmesi, seramik çamurunun litre ağırlığı ve elek bakiye değerlerinin belirlenmesi ve farklı pişirim sıcaklıklarının seramik bünye üzerindeki etkilerinin değerlendirilmesidir.

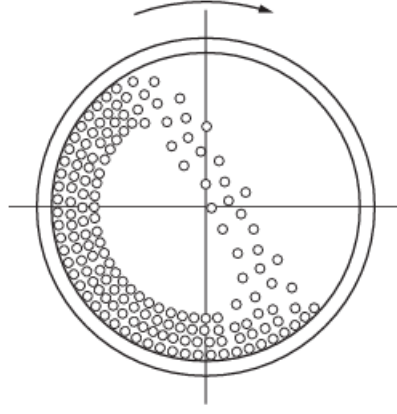
TEORİK BİLGİ

1. Çamur Hazırlama ve Öğütme

Seramik bünyelerde killer, şekillendirme sırasında plastikliği ve ham mukavemeti sağlar ve pişirim sırasında küçülmede rol oynar [1, 2, 3]. Kuvars, pişmiş seramik ürünün iskeletini oluşturur; yüksek sıcaklıklarda plastikliği ve küçülmeyi azaltarak ürünün boyutsal kararlılığına yardımcı olur [1, 3]. Ergitici bileşenler ise seramik ürünün sinterleşmesini kolaylaştırır ve pişirim sırasında sıvı faz oluşumunda kullanılır. Bu amaçla başta potasyum feldispat ve sodyum feldispatlar olmak üzere çeşitli ergitici hammaddeler kullanılmaktadır [1, 3, 4].

Seramik bünyeyi oluşturan hammaddeler, belirlenen reçete bileşimine göre farklı oranlarda bir araya getirilerek öğütme işlemine tabi tutulur. Seramik hammaddelerine uygun tane boyut dağılımı kazandırmak ve hammaddelerin homojen karışmasını sağlamak amacıyla öğütme işlemi uygulanır. Öğütme; seramik çamurunun reolojik özelliklerini, sinterleme davranışını ve oluşan mikroyapıyı etkileyen önemli bir üretim aşamasıdır [5, 6]. Tane boyutunun küçülmesiyle tanelerin yüzey alanının artması, pişirim sırasında reaksiyon kabiliyetinin artmasına katkı sağlar [5].

Yaş öğütmede hammaddeler, su ve gerekli katkı maddeleriyle birlikte değirmene ilave edilerek çamur haline getirilir. Öğütme işlemi, bilyalı değirmenlerde öğütücü ortamın hareketiyle gerçekleştirilir. Öğütme ortamı ile bilyaların hareketi ve miktarı öğütme prosesinde önemlidir [3, 7]. Öğütme sırasında malzemenin parçalanmasında basma, kayma ve darbe kuvvetleri etkilidir. Öğütme işlemi etkileyen başlıca malzeme özellikleri; hammaddenin yapısı, tane boyutu, sertliği, özgül ağırlığı, nem içeriği ve aglomerasyona yatkınlığıdır [8, 9, 10]. Seramik duvar karosu üretiminde genellikle yaş öğütme sistemleri kullanılmaktadır [11].



Şekil 1. Bilyalı değirmende öğütme ortamının hareketinin şematik gösterimi [12].

Öğütme sonrasında hazırlanan seramik çamurunun özelliklerinin kontrol edilmesi gerekmektedir. Bu amaçla elek bakiye ve litre ağırlığı ölçümleri gerçekleştirilmektedir. Elek bakiyesi, seramik çamurunun belirli bir elek üzerinde kalan kısmının belirlenmesi amacıyla ölçülür. Hazırlanan çamur 63 μm 'luk elekten geçirilir ve elek üzerinde kalan malzeme su ile yıkanır. Elek üzerinde kalan bakiye etüvde sabit ağırlığa gelinceye kadar kurutularak miktarı belirlenir. Elek bakiye değeri, bünyenin pişirim davranışını etkilediğinden rutin olarak kontrol edilmesi gereken bir özelliktir.

Litre ağırlığı, belirli hacimdeki seramik çamurunun tartılmasıyla belirlenir. Ölçümde kuru ve temiz piknometre çamur ile doldurulur ve kapağı kapatıldıktan sonra taşan çamur temizlenerek tartılır. Piknometre darası toplam ağırlıktan çıkarılır ve elde edilen değer kullanılan piknometrenin hacmine göre g/L cinsinden ifade edilir [13].

2. Granül Hazırlama ve Presleme

Seramik karo üretiminde öğütme sonrasında hazırlanan çamur, püskürtmeli kurutucularda kurutularak belirli tane boyut dağılımına ve nem oranına sahip granüller haline getirilir. Presleme sırasında uygun yoğunluğun sağlanabilmesi için granüllerin tane boyut dağılımı ve nem miktarının kontrol edilmesi önemlidir [10, 14, 15, 16].



Şekil 2. Seramik karo üretiminde kullanılan endüstriyel püskürtmeli kurutucu [17].

Preslemenin amacı, mümkün olan en yüksek yaş karo yoğunluğunun elde edilmesidir. Uygulanan presleme basıncındaki değişimler farklı hacimsel yoğunluklara ve bunun sonucunda farklı küçülme ve porozite değerlerine neden olabilir [18].



Şekil 3. Seramik karo şekillendirmede kullanılan endüstriyel hidrolik pres [19].

3. Kurutma

Presleme sonrasında seramik bünye içerisinde kalan nem kontrollü olarak uzaklaştırılır. Kurutma işleminin yavaş ve homojen gerçekleştirilmesi, kurutma sırasında meydana gelebilecek çatlakların önlenmesi açısından önemlidir. Kurutma süresi; bünyenin türüne, parçanın boyutlarına ve kalınlığına bağlıdır [18]. Seramik bünyelerin kurutulmasında, bünye özelliklerine ve kullanılan kurutma yöntemine bağlı olarak farklı sıcaklıklar uygulanmaktadır. Laboratuvar koşullarında kurutma işlemi genellikle 100–110 °C sıcaklıklarda gerçekleştirilmektedir.

4. Pişirim

Seramik üretiminde pişirim, ısı etkisiyle ham bünyede fiziksel ve kimyasal dönüşümlerin gerçekleştiği ve mekanik açıdan zayıf ürünün daha kararlı hale geldiği bir süreçtir. Fırın atmosferi, sıcaklık ve süre bünyede

gerçekleşen kimyasal reaksiyonları ve mikroyapı gelişimini etkiler [2, 20]. Seramik bünyelerin pişirim sıcaklıkları, kullanılan hammaddelere, bünye bileşimine ve elde edilmek istenen özelliklere bağlı olarak değişmektedir. Seramik ürünün türüne göre pişirim sıcaklığı yaklaşık 900–1400 °C aralığında olabileceği gibi daha yüksek değerlere de ulaşabilmektedir.



Şekil 4. Seramik karoların pişiriminde kullanılan endüstriyel roller fırın [21].

DENEY MALZEMELERİ VE EKİPMANLAR

- Seramik hammaddeleri
- Seramik çamuru
- Ham preslenmiş seramik numune
- Farklı tepe sıcaklıklarında pişirilmiş seramik numuneler
- Bilyalı değirmen ve öğütme bilyaları
- Hassas terazi
- Elek
- Hacmi bilinen ölçüm kabı
- Kurutma tepsisi
- Etüv
- Fırın

DENEYİN YAPILIŞI

1. Deneyde kullanılacak seramik bünye hammaddeleri tanıtılır ve seramik bünyedeki görevleri açıklanır. Örnek bir reçete üzerinden hammadde, su, deflokülant ve öğütme bilyası miktarlarının hesaplanması gösterilir.
2. Öğütme prosesinde değirmen doluluk oranı, bilya/hammadde oranı, bilya boyutu, dönme hızı (rpm) ve öğütme süresi gibi öğütmeyi etkileyen temel parametreler açıklanır.

3. Öğütme işlemi tamamlanmış seramik çamurunun litre ağırlığı belirlenir ve elde edilen değer kaydedilir.
4. Seramik çamurunun elek bakiye tayini gerçekleştirilir ve elde edilen değer kaydedilir.
5. Öğütme sonrası elde edilen seramik çamurunun kurutulması, kurutulan malzemenin ufalanması ve elenmesi aşamaları anlatılır.
6. Kurutulmuş ve elenmiş malzemenin kontrollü olarak nemlendirilerek preslemeye uygun granül haline getirilmesi gösterilir.
7. Hazırlanan granülün preslenerek şekillendirilmesi açıklanır ve fabrikadan temin edilen preslenmiş ham numune incelenir.
8. Seramik numunelerin fırına yerleştirilmesi ve pişirim işlemi açıklanır. Numunelerin refrakter altlık üzerine yerleştirilmesi ile ısıtma hızı, tepe sıcaklığı, bekleme süresi ve soğutma aşamalarından oluşan pişirim rejiminin önemi açıklanır.
9. Aynı bünyeye ait ham ve farklı tepe sıcaklıklarında pişirilmiş numunelerin boyutları ölçülür, pişme küçülmeleri hesaplanır ve pişirim sıcaklığına bağlı meydana gelen değişimler karşılaştırılır.

DENEY RAPORU

- a) Seramik bünye üretim prosesini hammadde hazırlamadan pişirmeye kadar akış şeması halinde gösteriniz.
- b) Bilyalı değirmende öğütme verimine etki eden üç parametreyi seçerek açıklayınız.
- c) Litre ağırlığı ve elek bakiyesini tanımlayınız ve nasıl belirlendiklerini açıklayınız.
- d) Farklı tepe sıcaklıklarında pişirilen numunelerde gözlenen değişimleri açıklayınız.

Ham ve farklı sıcaklıklarda pişirilmiş numuneler aşağıdaki tabloda karşılaştırılır.

Numune	Tepe sıcaklığı (°C)	Boyut (mm)	Pişme küçülmesi (%)	Genel Gözlem
Ham				
Pişmiş 1				
Pişmiş 2				
Pişmiş 3				

KAYNAKLAR

1. Voltolini, G., Nebot-Diaz, I., Sanchez-Munoz, L. ve Carda, J.B. (2001). *Introduccion a la tecnologia del gres percelonica*. Ediceram Cuadernos de Ceramica 1.
2. Carty, W.M. ve Senapati, U. (1998). "Porcelain-raw materials, processing, phase evolution, and mechanical behaviour". *J. Am. Ceram. Soc.*, 81, 3-20.
3. Vari, A. (2002). *Raw Material Preparation and Forming of Ceramic Tiles* (Ed: Zucchi, C.). S.A.L.A, Modena, İtalya.
4. Zanelli, C., Dondi, M. ve Raimondo, M. (2003). "Phase transformations during liquid phase sintering: A petrological approach". CNR-ISTEC, Italy.
5. Villégas-Palacio, S. ve Dinger, D.R. (1996). "PSD effects on firing properties of porcelains, I". *The American Ceramic Society Bulletin*, 75, 71-76.

6. Amorós, J.L., Cantavella, V., Jarque, J.C. ve Felú, C. (2008). “Fracture properties of spray dried powder compacts: Effect of granule size”. *Journal of the European Ceramic Society*, 28, 2823-2834.
7. Reed, J.S. (2000). “From batch to pressed tile-mechanics and system microstructural changes”. *Qualicer*, 23-42.
8. Brusa, A. (2000). “Continuous grinding-a process applicable to tile production”. *Tile&Brick Int.*, 10, 252-257.
9. Richerson, D.W. (1982). *Modern ceramic engineering: Properties, processing and use in design*. New York.
10. Reed, J.S. (1995). *Principles of Ceramic Processing*. John Wiley & Sons Inc., New York.
11. Nasseti, G. ve Timellini, G. (1988). “Continuous wet grinding in the ceramic floor and wall tile industry”. Bologna, Italy, 1988.
12. Rahaman, M.N. (2017). *Ceramic Processing* (2nd ed.). CRC Press, Taylor & Francis Group.
13. Bayer Öztürk, Z. (2012). *Porselen Karoların Üretim Koşullarının ve Teknik Özelliklerinin Geliştirilmesi*. Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı.
14. Anonim (2002b). *Applied Ceramic Technology*, Vol. 2, Sacmi Imola (Ed: La Mandragora s.r.l.), Italy.
15. Walker Jr., W.J., Reed, J.S., Verma, S.K. (1999). “Influence of slurry parameters on the characteristics of spray-dried granules”. *J. Am. Ceram. Soc.*, 82, 1711-1719.
16. Cengiz, Ö. (2011). *Monoporoz (Monoporosa) Duvar Karolarının Pişirim Koşullarının Geliştirilmesi*. Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı.
17. SACMI. (t.y.). *Ceramics Powder Preparation*. SACMI. sacmi.com/ceramics/tiles/powder-preparation
18. Anonim (2002a). *Applied Ceramic Technology*, Vol. 1, Sacmi Imola (Ed: La Mandragora s.r.l.), Italy.
19. SACMI. (t.y.). *Pressing*. SACMI. sacmi.com/en-US/ceramics/tiles/pressing
20. Remmey, G.B. (1994). “Firing reactions”. *Firing Ceramics, Advanced Series in Ceramics*, World Scientific, 2, 1-13.
21. SACMI. (t.y.). *Firing*. SACMI. sacmi.com/en-US/ceramics/tiles/firing

DENEY -8:

VAKUM TORBALAMA YÖNTEMİYLE KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ

Deney Sorumlusu: Prof. Dr. Burak ÖZTÜRK

Laboratuvar Deney Föyü

Ders / Laboratuvar	Tarih	Grup No
Öğrenci Adı Soyadı	Öğrenci No	İmza

1 Deneyin Amacı

Bu deneyde elyaf takviyeli polimer matrisli bir kompozitin vakum torbalama yöntemiyle baştan sona üretilmesi amaçlanır. Öğrenciler kalıbın hazırlanması, kumaşların kesilip yönlendirilmesi, epoksi sisteminin doğru oranla hazırlanması, katmanların ıslatılarak serilmesi, vakum paketinin kurulması, kaçak kontrolü, kürlenme, kalıptan çıkarma ve tesviye işlemlerini uygulamalı olarak öğrenir.

- Kompozitin matris ve takviye bileşenlerinin görevlerini açıklamak
- Epoksi reçine ve sertleştiriciyi teknik veri föyündeki orana göre hazırlamak
- Katman dizilimi ile lif yönünün mekanik davranış üzerindeki etkisini kavramak
- Vakum torbalama yardımcı malzemelerini doğru sırayla kullanmak
- Üretim kusurlarını gözlemlemek ve süreç parametreleriyle ilişkilendirmek

2 Teorik Bilgi

Kompozit malzemeler, farklı özelliklere sahip iki veya daha fazla bileşenin makroskobik ölçekte bir araya getirilmesiyle oluşturulur. Elyaf takviyeli polimer kompozitlerde matris, elyafları bir arada tutar, yükü elyaflara aktarır ve yapıyı çevresel etkilerden korur. Cam, karbon veya aramid esaslı takviye ise özellikle dayanım ve rijitliğe katkı sağlar.

Vakum torbalamada kapalı paket içindeki hava uzaklaştırılır ve atmosfer basıncı katmanları kalıp yüzeyine bastırır. Uygun vakum; katmanlar arası boşlukları azaltır, reçine dağılımını iyileştirir ve fazla reçinenin kontrollü biçimde uzaklaşmasına yardım eder. Üretim kalitesi; reçine oranına, kumaşın ıslanmasına, lif yönüne, torba sızdırmazlığına ve kürlenme çevrimine bağlıdır.

3 Kullanılacak Malzeme ve Ekipmanlar

- Kompozit üretim kalıbı ve uygun kalıp ayırıcı
- Takviye kumaşı ve kesme ekipmanı
- Epoksi reçine ve sertleştirici
- Hassas terazi, karıştırma kabı ve spatula
- Fırça veya reçine rulosu
- Peel ply soyma kumaşı
- Delikli ayırıcı film
- Breather emici keçe
- Vakum torbası filmi ve sızdırmazlık bandı
- Vakum hortumu, bağlantı elemanı, reçine tutucu kap ve vakum pompası
- Vakum göstergesi manometre ve fırın
- Kesme, taşlama ve zımparalama ekipmanları
- Nitril eldiven, gözlük, önlük, toz maskesi ve ısıya dayanıklı eldiven

4 Deneyin Yapılışı

4.1 Kalıbın hazırlanması

Kalıp yüzeyindeki eski reçine, toz, yağ ve yabancı maddeler temizlenir. Yüzey kurutulur; üretici talimatına göre kalıp ayırıcı homojen biçimde uygulanır ve gerekli bekleme süresi tamamlanır. Kalıp yüzeyindeki çizik ve bozuklukların ürün yüzeyine aktarılacağı dikkate alınır.

4.2 Kumaşların ölçülmesi ve kesilmesi

Numune ölçüleri, kenar kesme payı ve katman sayısı belirlenir. Kumaşlar lifleri dağıtmadan kesilir, her katman

numaralandırılır ve serim sırasına alınır. Örnek dizilimler [0/0/0/0] veya [0/90/90/0] olabilir. Seçilen dizilim deney formuna kaydedilir.

4.3 Epoksi ve sertleştiricinin hazırlanması

Karışım oranı için yalnızca kullanılan reçine sisteminin teknik veri föyü esas alınır. Oranın ağırlıkça mı hacimce mi olduğu doğrulanır. Kap terazi üzerinde dala alınır; reçine ve sertleştirici ayrı ayrı doğru miktarda eklenir. Karışım, kabın tabanı ve kenarları sıyrılarak yavaşça karıştırılır. Hızlı karıştırarak hava sürüklemekten kaçınılır. Karışımın pot life süresi içinde kullanılması gerekir.

4.4 Kumaşların serilmesi ve ıslatılması

İlk kumaş kalıba, belirlenen lif yönünde ve kırışksız yerleştirilir. Epoksi fırça veya rulo ile kumaşa homojen dağıtılır; hava cepleri dışarı doğru uzaklaştırılır. Gereksiz reçine birikimine izin verilmez. Her yeni katman yönü kontrol edilerek yerleştirilir ve aynı işlem tüm katmanlar için tekrarlanır.

4.5 Vakum paketinin kurulması

Kompozit katmanlarının üzerine sırasıyla peel ply, delikli ayırıcı film ve breather emici keçe yerleştirilir. Kalıp çevresine sızdırmazlık bandı çekilir. Yeterli bolluk bırakılarak kesilen vakum torbası filme yapıştırılır. Vakum bağlantısı ve hortum bağlanır; reçinenin pompaya ulaşmasını önlemek için hatta reçine tutucu kap kullanılır.

4.6 Vakumlama öncesi kontrol

Torbanın yırtık veya delik içermediği, sızdırmazlık bandının kesintisiz kapandığı, hortumun doğru bağlandığı, breather kumaşının vakum hattına ulaştığı, torbada aşırı gerilme veya köprülenme olmadığı ve katmanların kaymadığı doğrulanır.

4.7 Vakumlama ve kaçak kontrolü

Pompa çalıştırılır ve vakum kademeli uygulanır. Torbanın yüzeye oturması izlenir; köşe ve kenarlardaki köprülenmeler düzeltilir. Hedef vakum değeri reçine sistemi, kalıp ve laboratuvar prosedürüne göre belirlenir. Hat kapatılarak vakum tutma testi yapılır. Basınç kaybı varsa bağlantı, bant birleşimi ve torba yüzeyi kontrol edilir.

4.8 Kırılma ve fırınlama

Kırılma sıcaklığı, bekletme süresi, ısıtma hızı ve gerekiyorsa post cure çevrimi epoksi üreticisinin teknik veri föyüne göre uygulanır. Fırınlama boyunca vakum bağlantısı korunur; sıcaklık, süre ve vakum değeri kaydedilir. Kontrolsüz hızlı ısıtma, uçucu oluşumu ve boşluk riskini artırabileceğinden uygulanmaz.

4.9 Soğutma ve paketin sökülmesi

Kırılma tamamlandıktan sonra parça kontrollü biçimde soğutulur. Güvenli sıcaklığa ulaştığında vakum kapatılır. Torba, breather, ayırıcı film ve peel ply sırayla sökülür.

4.10 Kalıptan çıkarma ve tesviye

Parça, kalıba ve ürüne zarar vermeden uygun ayırma takımlarıyla çıkarılır. Nihai ölçüler işaretlenir; kenar fazlalıkları kesilir ve taşlama veya zımparalama ile tesviye edilir. İşlem sırasında elyaf ve reçine tozlarına karşı uygun maske ve gözlük kullanılır.

5 Katman ve Vakum Paketi Sıralaması

Sıra	Katman	Görevi
1	Kalıp	Geometriyi ve yüzey kalitesini oluşturur.
2	Epoksi ile ıslatılmış takviye katmanları	Yük taşıyan kompozit yapıyı oluşturur.
3	Peel ply	Kür sonrası soyulur ve işlem yapılabilir bir yüzey bırakır.
4	Delikli ayırıcı film	Fazla reçinenin kontrollü geçişini sağlar ve yapışmayı önler.
5	Breather emici keçe	Vakumu dağıtır ve fazla reçinenin bir bölümünü emer.
6	Vakum torbası	Sızdırmaz hacmi oluşturur.

6 Deney Akışı

1. Kalıbı temizle ve ayırıcı uygula
2. Kumaşları ölç, kes ve yönlerini işaretle
3. Epoksi ve sertleştiriciyi teknik föye göre tartıp karıştır
4. Katmanları ser ve reçineyle ıslat
5. Peel ply, ayırıcı film ve breather yerleştir

6. Torbayı kapat ve vakum hattını bağla
7. Kaçak kontrolü yap ve vakumu kararlı hâle getir
8. Teknik föye uygun kürlleme ve fırınlama uygula
9. Kontrollü soğut, paketi sök ve parçayı kalıptan çıkar
10. Kesme, tesviye ve son kalite kontrolünü tamamla

7 Hesaplamalar

Epoksi kütlesi m_e , sertleştirici kütlesi m_s ve toplam reçine sistemi kütlesi m_t olmak üzere:

$$m_t = m_e + m_s$$

Üreticinin verdiği ağırlıkça reçine sertleştirici oranı R:S ise seçilen epoksi kütlesi için sertleştirici miktarı aşağıdaki gibi hesaplanabilir:

$$m_s = m_e \times (S / R)$$

Not: Teknik veri föyü hacimsel oran veriyorsa yoğunluklar dikkate alınmadan ağırlık hesabına geçilmemelidir. Sabit bir karışım oranı varsayılmamalıdır.

8 Deney Verileri ve Gözlem Formu

Parametre	Ölçülen veya seçilen değer
Takviye malzemesi ve kumaş tipi	
Kumaş alan ağırlığı	
Katman sayısı ve dizilimi	
Kumaşların toplam kütlesi	
Epoksi kütlesi m_e	
Sertleştirici kütlesi m_s	
Toplam reçine sistemi m_t	
Karışım oranı ve oran türü	
Karıştırma başlangıç saati ve pot life	
Başlangıç ve kararlı vakum değeri	
Vakum tutma testi süresi ve kayıp	
Kürlleme sıcaklığı ve süresi	
Isıtma hızı ve post cure bilgisi	
Nihai ürün kütlesi	
Ortalama ürün kalınlığı	
Gözlenen yüzey ve kenar hataları	

9 İş Sağlığı ve Güvenliği

- Epoksi ve sertleştiriciyle çalışırken nitril eldiven, koruyucu gözlük ve laboratuvar önlüğü kullanılır; cilt temasından kaçınılır.
- Kimyasallar iyi havalandırılan alanda kullanılır; üreticinin güvenlik bilgi formu incelenir.
- Kesici ve döner ekipmanlarda koruyucu muhafaza ve uygun çalışma tekniği kullanılır.
- Fırın ve sıcak parçalar için ısıya dayanıklı eldiven kullanılır.
- Kesme ve zımparalamada uygun toz maskesi, gözlük ve mümkünse lokal emiş kullanılır.
- Vakum pompasının sıvı reçine çekmesini önlemek için reçine tutucu kap kullanılır.

10 Nihai Ürün Kontrolü

- Yüzey kalitesi
- Reçinenin homojen dağılımı
- Elyafların tam ıslanması
- Katman kayması veya kırışıklık
- Görünür hava boşluğu
- Delaminasyon
- Reçinece zengin veya fakir bölgeler
- Kenar kalitesi ve ölçü uygunluğu
- Kalınlık değişimi

11 Değerlendirme Soruları

1. Matris ve takviye elemanın kompozit içindeki görevleri nelerdir?
2. Lif yönü ve katman dizilimi mekanik özellikleri nasıl etkiler?
3. Epoksi sertleştirici oranının hatalı olması hangi kusurlara yol açabilir?
4. Karışımın hızlı yapılması neden sakıncalıdır?
5. Vakum torbalama, yalnız el yatırma yöntemine göre hangi avantajları sağlar?
6. Vakum kaçağı ürün kalitesini nasıl etkiler?
7. Peel ply, delikli ayırıcı film ve breather malzemelerinin görevleri nelerdir?
8. Köprülenme nedir ve nasıl önlenir?
9. Kırılma sıcaklığı ve süresi kompozitin özelliklerini nasıl etkiler?
10. Reçinece zengin, reçinece fakir ve boşluklu bölgelerin oluşma nedenlerini açıklayınız.

12 Sonuç ve Değerlendirme

Üretilen kompozitin görünümü, kalınlığı, kütlesi, gözlenen kusurları ve vakum kırılma kayıtları birlikte değerlendirilir. İşlem basamaklarından hangilerinin nihai kalite üzerinde etkili olduğu gerekçeleriyle açıklanır.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

DENEY -9: XRD, XRF ve SEM

Deney sorumluları: Dr. Öğr. Üyesi Yeliz KÖSE

XRD-XRF

1. DENEYİN AMACI:

- X-ışını kırınımı (XRD) uygulamasının ve XRD kullanılarak bilinmeyen bir numunenin nitel (kalitatif) faz analizinin anlaşılması.
- X-ışını Floresans (XRF) spektrometresinin çalışma prensibini anlamak ve bilinmeyen bir numunenin elementel/kimyasal bileşimini nitel ve nicel olarak belirlemektir.

2. TEORİK BİLGİ:

X IŞINLARININ TARİHÇESİ

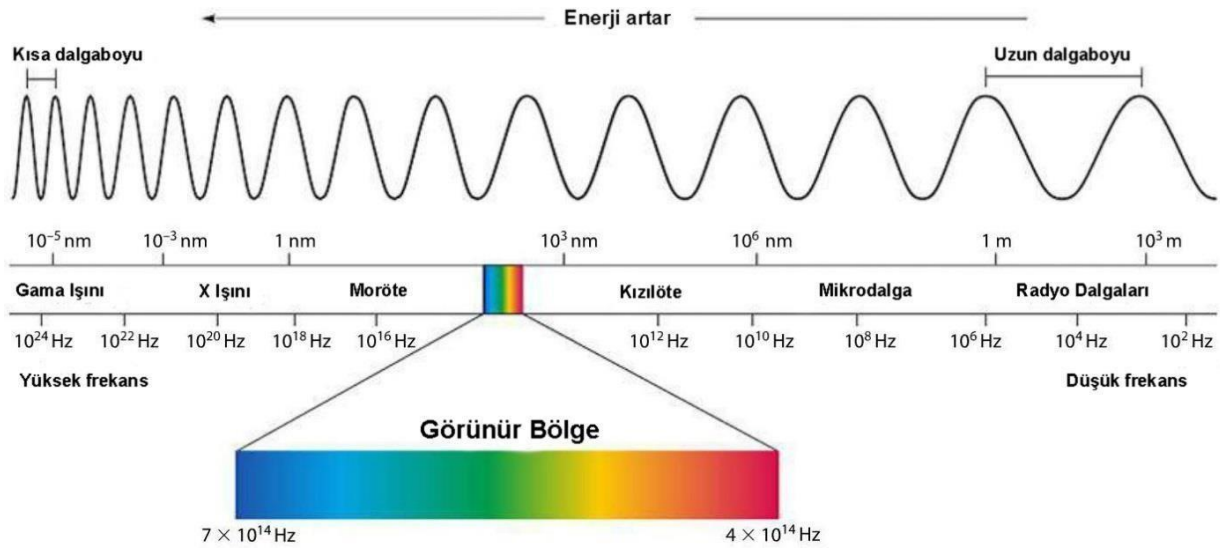
Günümüz görüntüleme yöntemlerinin temelini oluşturan ve tıp biliminde yeni bir çağ açan X-ışınları 1895 yılında Alman Fizik Profesörü Wilhelm Conrad Röntgen tarafından keşfedilmiştir. Röntgen, X-ışınlarını 8 Kasım 1895'te bulmuştur. O tarihte Röntgen; bir Crooks tüpünü indüksiyon bobinine bağlayarak, tüpten yüksek gerilimli elektrik akımı geçirdiğinde, tüpten oldukça uzakta durmakta olan cam bir kavanoz içindeki baryumlu platin siyanür kristallerinde bir takım pırıltıların oluştuğunu gözlemiş; bu tür pırıltılara neden olan ışınlara, o ana kadar bilinmemesinden dolayı "**X ışınları**" adını vermiştir. Röntgen, tespitlerini ve bu yöntemle elde ettiği görüntüleri ilk olarak 28 Aralık 1895'te Würzburg Fiziksel Tıp Derneği'nde sunmuş, bu buluşla birlikte aynı yıl içinde günümüzdekilerle kıyaslanamayacak ölçüde basit ilk röntgen cihazları imal edilmeye başlanmıştır [1].

X IŞINLARININ ÖZELLİKLERİ

X-ışınları yüksek enerjili elektronların yavaşlatılması veya atomların iç yörüngelerindeki elektron geçişleri ile meydana gelen **dalga boyları 0,1-100 Å arasında değişen elektromanyetik dalgalardır** (Şekil 1). Dalga boyları küçük, girginlik dereceleri fazla olan X-ışınına “sert X-ışını”, dalga boyları büyük, girginlik dereceleri az olan X-ışınına “yumuşak X-ışını” denir. Kristalografide 0,5-2,5 Å (yumuşak), radyolojide 0,5-1 Å (sert) dalga boylarındaki X-ışınları kullanılır. X-ışınlarının frekansı görünür ışığın frekansından ortalama 1000 defa daha büyüktür ve X-ışını fotonu (parçacığı) görülen ışığın fotonundan daha yüksek enerjiye sahiptir. Şu halde bu ışınları belirleyen iki özellik **kısa dalga boyu ve yüksek enerjiye sahip** olmalarıdır. X-ışınları hem dalga hem tanecik özelliği gösterirler.

Dolayısıyla çift karakterlidirler. Fotoelektrik soğurulma, Compton saçılması (incoherent saçılma), gaz iyonizasyonu ve sintilasyon tanecik özellikleri; hız, polarizasyon ve Rayleigh saçılması (coherent saçılma) dalga özellikleridir. Tanecik karakteri gösteren elektromanyetik

radasyona **foton** denir [2]. Tablo 1’de X ışınlarının genel özellikleri ve madde etkileşmesi verilmiştir.



Şekil 1. Elektromanyetik spektrum.

Tablo 1. X ışınlarının genel özellikleri ve madde etkileşmesi.

Genel Özellikler	Etkileşme sonucu maddeden çıkan tanecik
- Sürekli spektrum verir. - Çizgi spektrum verir. - Işık hızı ile yayılır. - Doğrular halinde yayılır. - Elektrik ve magnetik alandan etkilenmezler.	- İyon - Fotoelektron - Auger elektronu - Geri tepme elektronu - Elektron pozitron çifti
Yapabileceği fiziksel olaylar	X-ışını soğurmasının kalıcı sonuçları
- Transmisyon - Kırılma - Yansıma - Polarizasyon - Koherent saçılma - İnkoherent saçılma - Fotoelektrik olay	- Radyasyon tahribatı - Sıcaklık artması - Fotoelektrik iyonizasyon - Genetik değişme - Hücrenin ölümü

X IŞINLARININ OLUŞUMU

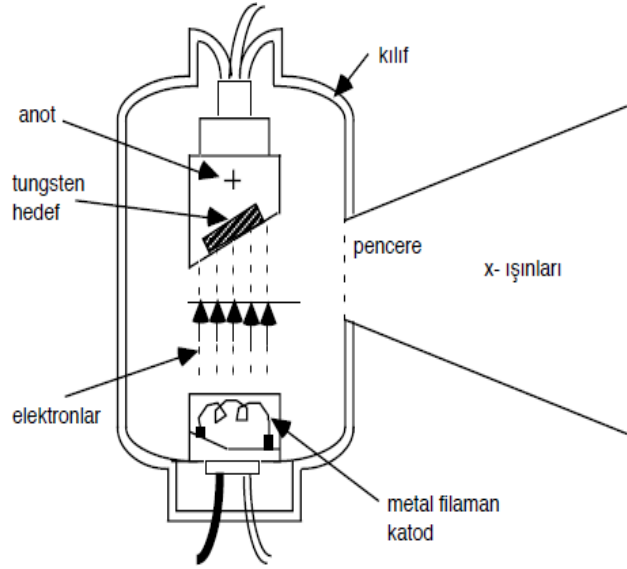
X-ışınları, doğal X-ışınları ve yapay X-ışınları olmak üzere iki şekilde meydana gelir;

Doğal X-Işınları: Atom çekirdeği tarafından K enerji kabuğundan elektron yakalanması, alfa bozunumu, iç dönüşüm ve beta bozunumu olaylarıyla meydana gelir.

Bir atoma dışarıdan gelen veya gönderilen yüksek enerjili elektronlar o atomun ilk halkalarından elektronlar koparırlar. Atomdan kopan bu elektronun yerine daha yüksek seviyelerden (üst halkalardan) elektronlar atlayarak kopan elektronun yerindeki boşluğu doldururlar. *Bu sırada ortaya çıkan enerji fazlalığı X-ışını şeklinde dışarı salınır.* Çekirdek içerisinde bulunan protonlardan bir tanesi hareketi esnasında atomun ilk halkalarındaki elektronu yakalar ve nötürleşir. Yakalanan bu elektronun halkasındaki boşalan yere diğer bir halkadan bir elektron atlamasıyla X-ışını meydana gelebilir.

Yapay X-Işınları: Maddenin; elektron, proton, parçacıkları veya iyonlar gibi hızlandırılmış parçacıklarla etkileşmesinden ya da X-ışını tüpünden veya başka bir uygun radyoaktif kaynağından çıkan fotonlarla etkileşmesinden meydana gelir. Maddenin, fotonlarla etkileşmesinden karakteristik (çizgi) X-ışınları, yüklü parçacıklarla etkileşmesinden hem karakteristik hem de sürekli X-ışınları elde edilir.

X-Işını Tüpü: X-ışını tüpü yüksek voltajlı bir katot ışıını tüpüdür. Tüp yüksek vakumda havası boşaltılmış cam bir kılıftan oluşmuştur. Bir ucunda anot (pozitif elektrot), diğer ucunda katot (negatif elektrot) bulunur ve bunların her ikisi de lehimle sıkıca mühürlenmiştir. Katot, ısıtıldığında elektron salan tungstenden yapılmış bir filamenttir. Anot, kalın bir çubuk ve bu çubuğun sonundaki metal hedeften oluşur. Anot ve katot arasına yüksek voltaj uygulandığında katot filamentten elektron yayınlanır. Bu elektronlar yüksek gerilim altında anoda doğru hızlandırılır ve hedefe çarpmadan önce yüksek hızlara ulaşır. Yüksek hızlı elektronlar metal hedefe çarptıklarında enerjilerini aktararak bir foton yayınlanır. Oluşan X-ışını demeti cam zarfın içindeki ince cam pencereden geçer. Bazı tüplerde tek dalga boylu X-ışını elde etmek için filtre kullanılır (Şekil 2).



Şekil 2. X ışınları oluşumu.

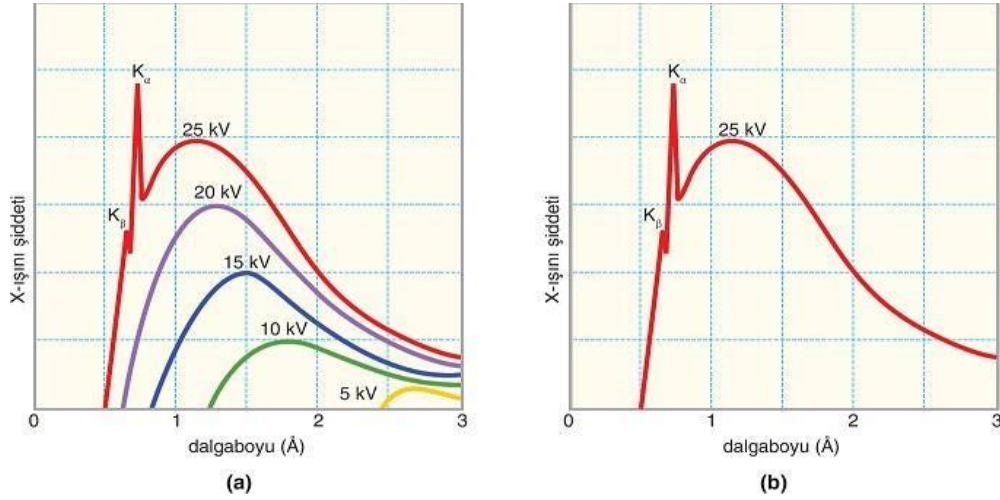
Hareketli bir elektronun kinetik enerjisi vardır. Yüksek hıza sahip bir elektron tungstene çarpınca bir tungsten atomu ile çarpışır. Elektron durdurulana kadar birçok atomla çarpışmak zorunda kalabilir. Elektronun durdurulması sırasında kaybedilen kinetik enerjinin yüzde biri veya daha az kısmı X-ışını ışımasına, geri kalan kısmı ise ısı enerjisine dönüşür. Bugün kullanılmakta olan X-ışını lambalarının çoğu Coolidge lambasıdır. Bu lamba türünü ABD'li bilim adamı William David Coolidge (1873-1975) geliştirmiştir. Son derece yüksek bir vakum düzeyine sahip olan bu lambalarda elektronlar, radyo lambalarında olduğu gibi sıcak bir filamentten (ince bir telden) yayılır. Katottan çıkan ve 1 milyon volta kadar ulaşabilen yüksek bir gerilimle hızlandırılan elektronlar tungstenden yapılmış ağır bir çubuğa çaptırılır. Tungsten, elektron bombardımanının neden olduğu yüksek sıcaklıklara erimeden dayanabilir. Tungsten çubuğun filamente yakın olan ucu belirli bir eğimle kesilmiştir; bu uca hedef denir. Hedeften X ışınları yayılır, ama lamba belirli bir açıklık dışında kalın bir kurşunkatmanıyla sıvanmış olduğundan X-ışınları yalnızca bu açıklıktan dışarı çıkar, bu yüzden de bir demet halinde yol alır [3].

Etkileşme şekline göre 2 tür X-ışını elde edilir.

Sürekli (Frenleme) X-Işınları: Elektron demeti, hedef atomun çekirdeğine yaklaştığında, çekirdeğin pozitif yükünden kaynaklanan elektrik alandan etkilenir ve ivmeli

hareket yapmaya zorlanarak dışarıya fotonlar yayar. Sürekli bir enerji spektrumuna sahip bu fotonlara sürekli x-ışınları, bu olaya da bremsstrahlung veya frenleme radyasyonu adı verilir.

Karakteristik X-Işınları: Hedef atom üzerine gönderilen elektronların, hedef atomun yörüngesindeki elektronlarla etkileşimi sonrasında, aldıkları enerjiyle üst enerji seviyelerine çıkarlar. Kararsız durumdaki bu enerji seviyeleri geri bozunduğunda dışarıya foton yayınlanır. Enerjileri, seviyeleri arasındaki farka eşit olan bu fotonlara karakteristik x-ışınları adı verilir (Şekil 3).



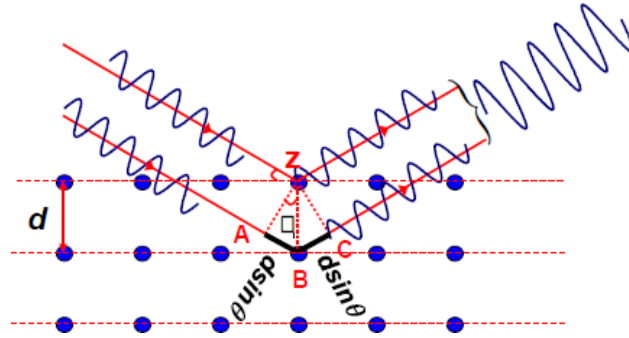
Şekil 3. (a) Sürekli X ışını spektrumu (b) Karakteristik X ışını spektrumu [4].

X-IŞINLARI DİFRAKSİYONU TEKNİĞİ (XRD)

Kristal yapı, üç boyutlu uzayda düzgün tekrarlanan bir deseni temel alan bir atomik yapıya sahiptir. Bu nedenle, katıların kristal yapısı, yapıda bulunan atom gruplarının ya da moleküllerin katıya özgü olacak şekilde geometrik düzende bir araya gelmesi ile oluşur. İlk kez **Max van Laue** tarafından kristal yapı ve yapı içerisindeki atomların dizilişleri X-ışını kırınım desenleri kullanılarak incelenmiştir. Katıların kristal yapılarını incelemek için en çok kullanılan kırınım tekniği X ışını kırınımıdır. Bu tekniğin sıkça kullanılmasının 2 ana sebebi vardır. Bunlar; **1.** X-ışınlarının dalga boyları, yoğunlaştırılmış maddedeki (condensed matter) atomik mesafeler ölçüsündedir ve bu özellik, yapısal araştırmalarda kullanılmalarını sağlar. **2.** X-ışını kırınım teknikleri, incelenen numuneyi değiştirmez.

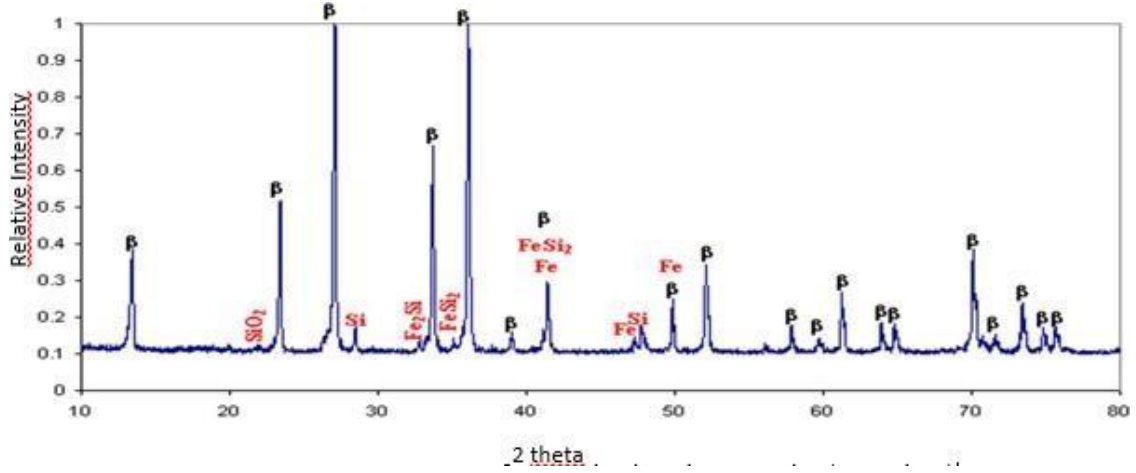
Katı malzemelerin incelenmesinde kullanılan **X-ışınlarının dalga boyları, atomlar arası mesafelerle kıyaslanabilir büyüklükte olup yaklaşık olarak 0,5 Å ile 2,5 Å arasında değişir**. X-ışınları kristal yapı üzerine düşürüldüğünde, ışınlar katı yüzeyinden küçük geliş açılarıyla tam yansımaya uğrarlar ve ışınlar kristaldeki atomların paralel düzlemleri tarafından saçılırlar. Kristal yapıdaki bu saçılımlar **kırınım** olarak adlandırılır ve kırınım çok sayıda atomu içeren saçılmalardan meydana gelir. **X ışınlarının kristal yapıda kırınımı Bragg Kanunu** ile açıklanır ve Bragg kanunun en basit sekli aşağıdaki formül ile verilir (Şekil 4)[5].

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$



Şekil 4. Bir kristalde X ışını kırınımı [5].

Modern X-ışını cihazlarında, kırınıma uğrayan ışının kırınım açısını ve şiddetini ölçecek ışınım sayıcılar bulunur. Böylece **kırınım açısı (2θ)**'nın, kırınıma uğrayan ışının şiddetine göre değişimini veren kırınım deseni elde edilir. Desen üzerindeki pik genişliklerine ve zemin şiddetine bakılarak malzemenin kristalleşmesi hakkında bilgi edinilebilir. Şekil 5'de FeSi tozunun XRD spektrumu verilmiştir. X eksen 2 teta'yı, y eksen relative şiddeti göstermektedir.



Şekil 5. FeSi tozunun XRD analiz çıktısı [6].

Kristallerde X ışını kırınımı ile sağlanan bilgiler şunlardır:

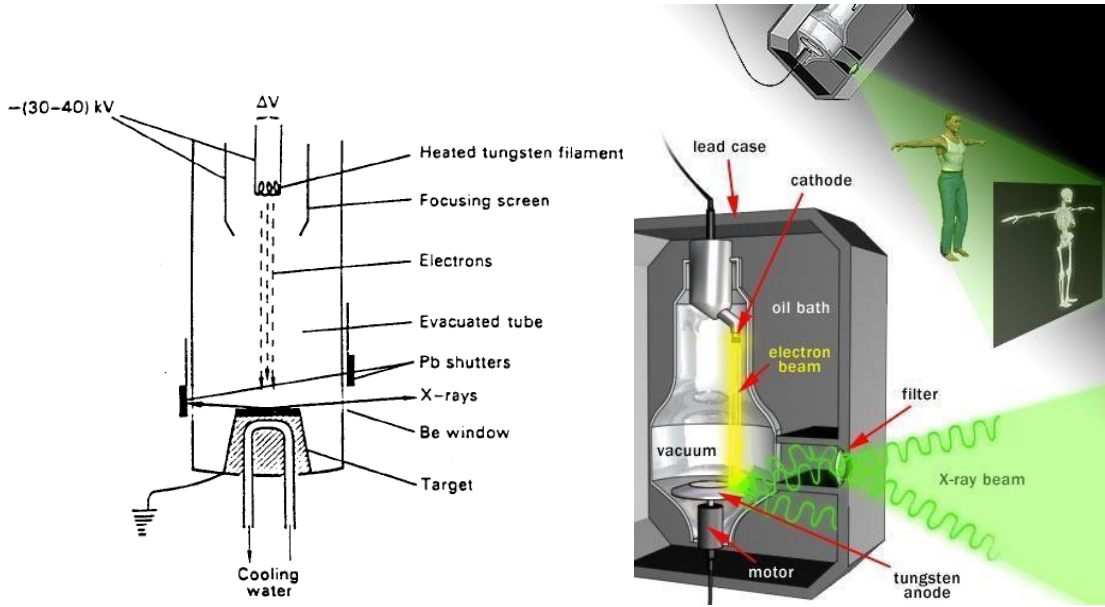
- 1) Kimyasal kompozisyonun belirlenmesi (faz/mineralojik analiz)
- 2) Tane boyutu
- 3) Latis parametresi (Bragg eşitliği kullanılarak, örneğin kübik sistem için $\sin^2\theta = (\lambda^2/4a)(h^2+k^2+l^2)$)
- 4) Yapıdaki değişimler
- 5) Kristal yönlenmesinin belirlenmesi
- 6) Atom pozisyonlarının belirlenmesi

Deneyssel olarak ayrıca Bragg Kanunundan iki şekilde faydalanılır:

- 1) λ 'sı bilinen X ışını kullanarak θ 'yı ölçüp kristal içerisindeki düzlemlerin d mesafeleri ölçülebilir (XRD).
- 2) d'si bilinen bir kristal kullanılır ve θ açısını ölçerek kullanılan ışımanın λ 'sı tayin edilir (WDX).

XRD ile ilgili belirtilmesi gereken bir diğer önemli husus ise; yapılan analizin en iyi sonucu vermesi için **uygun tane boyutu aralığının 10-50 μm** olduğudur. Ek olarak XRD analizinde istenen bileşiklerin sonucunu alabilmek için **kütlece minimum değerinin %1**

olması gerekmektedir [5]. Şekil 6’da X ışını oluşumu ve XRD cihazının çalışma şekli verilmiştir.



Şekil 6. X ışını oluşumu ve XRD cihazının çalışma şekli [5].

X IŞINLARI FLORESANS TEKNİĞİ (XRF)

X-ışınları floresans tekniği, genel olarak foton madde etkileşmesi sonucu meydana gelen karakteristik X-ışınları ve saçılma fotonlarının **nicel ve nitel** değerlendirilmesine bağlı olarak uygulanan bir tekniktir. Katı, sıvı, toz durumlarında uygulanabilmektedir. XRF tekniği kimyasal bileşimi belirlemede hızlı, duyarlı ve güvenilir bir şekilde malzemeye zarar vermeden kısa sürede ölçüm yapılmaktadır. Bu nedenle bilimsel ve teknolojik araştırmalarda yaygın olarak kullanılmaktadır [5].

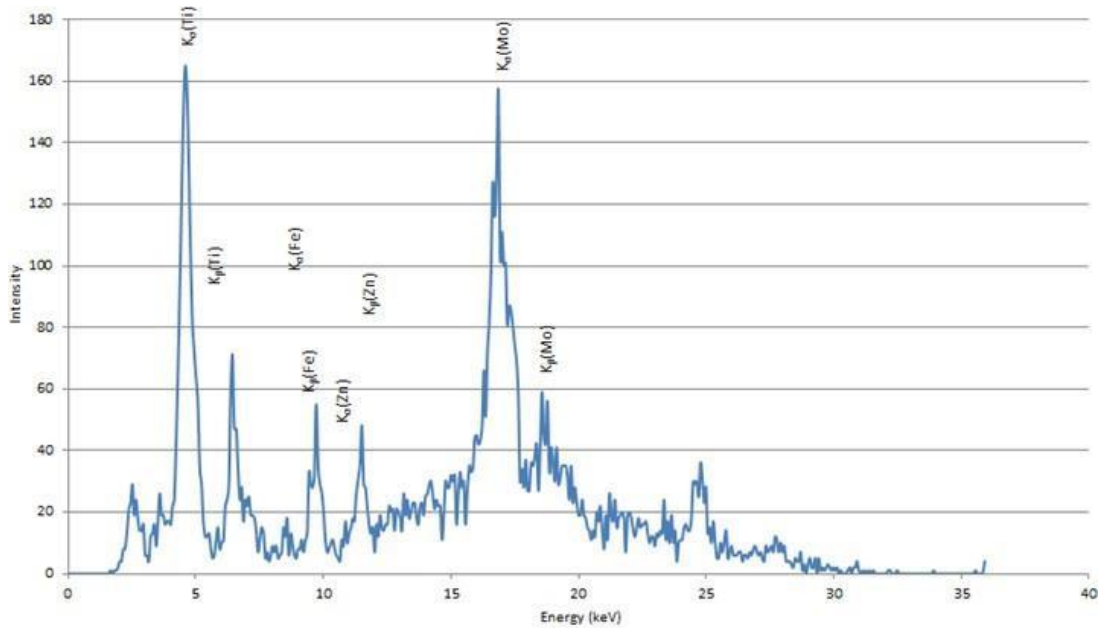
X-ışınları Floresans Spektrometresi ile:

- **Si, Al, Ti, Mn, Mg** gibi ana element oksitleri yüzde (%) ağırlık cinsinden (MnO, MgO vb.)
- **Rb, Ba, Sr** gibi eser elementleri,
- **Cr, Ni, Co, Cu ve Zn** gibi geçiş elementlerini,
- **La, Ce, Pr, Nd** gibi nadir toprak elementlerinin **ppm** düzeyinde analiz edilir.

Atom numarası 9 ile 92 arasında olan elementlerin kantitatif analizini yapar. Atom numarası 9'un altında olan elementleri inceleyemez. XRF genelde 50kV ve 50mA'da çalışır.

Numuneden çıkan floresans radyasyon mümkün olduğu kadar şiddetli olmalıdır. Böylece kısa zamanda hassas ve doğru bir şekilde floresans radyasyon ölçülebilir. Numuneden çıkan radyasyonun şiddeti, X-ışını tüpünden gelen ana radyasyonun şiddetine, dalga boyuna ve element miktarına bağlıdır. X ışını tüpü seçimi, tespit edilecek elementlere göre değişir. Wolfram x ışını tüpü, ağır metallerde yüksek şiddette floresans radyasyon verir. Buna karşılık krom tüpü hafif metaller için daha uygundur. Floresans analizinde, ölçülen dalga boyu $0,2\text{\AA}^{\circ}$ - $20\text{\AA}^{\circ}$ aralığında değişmektedir. Alt sınır esas itibarı ile tüpe uygulanan voltaj ile sınırlıdır. Üst sınır ise cihaza bağlı olarak değişmekte ve uzun dalga boylu floresansradyasyonun geçtiği ortam (hava, sayaç penceresi) tarafından absorlanma derecesine bağlıdır. Absorbsiyon, bu bakımdan XRF ile tespit edilebilen hafif elementleri sınırlamaktadır. Eğer, spektrometre havada çalışıyorsa saptanabilen en hafif element Ti ($Z=22$, $K\alpha=2,75\text{\AA}$)'dur.

X-ışını yolu, He gazı ile doldurulursa absorbsiyon azalır ve Al saptanabilen en hafif element ($Z=13$, $K\alpha=8,3\text{\AA}$) olur. Vakumlu ticari spektrometrelerde ise daha düşük sınıra (F) ($Z=9$, $K\alpha=18,3\text{\AA}$) ulaşılır [5]. Şekil 7'de XRF analizi spektrumu verilmiştir.



Şekil 7. XRF analiz çıktısı [7].

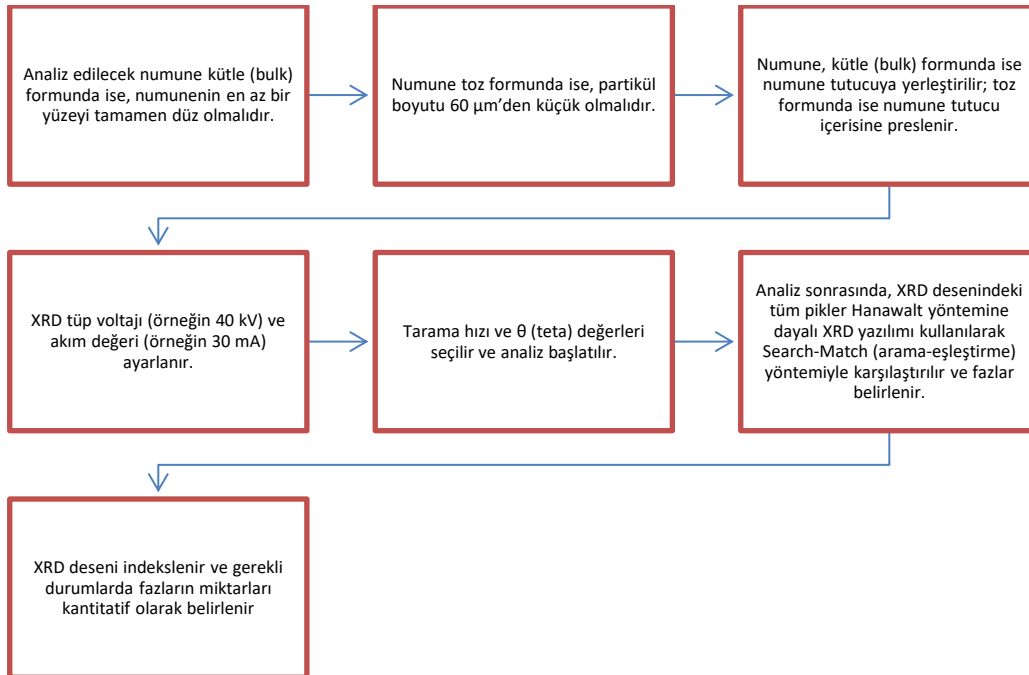
- Malzemelerin kimyasal analizi
- Maden filizlerinin analizleri
- Metalürjide, alaşım analizleri
- Temel fizik araştırmaları
- Radyoaktif cevher analizleri
- Arkeoloji araştırmaları

3. DENEY SIRASINDA NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

Öğrenecekleriniz:

- Numune türü ve gerekli numune miktarı
- XRD-XRF analizinde numune hazırlamanın önemi
- Hangi cihaz parametrelerinin pik şiddetini ve pik konumunu etkilediği
- XRD analizinde Si (silisyum) tozunun neden ve ne zaman kullanılması gerektiği
- XRD-XRF cihazının nasıl kullanılacağı ve elde edilen desenlerin Hanawalt yöntemiyle nitel (kalitatif) olarak nasıl analiz edileceği
- Amorf ve kristalin malzemelere ait XRD-XRF desenlerinin nasıl ayırt edileceği
- Search-Match (JADE) programının nasıl kullanılacağı
- XRD-XRF desenlerinin nasıl indeksleneceği
- Farklı fazların miktarlarının nasıl belirleneceği (kantitatif faz analizi)

4. DENEYSEL PROSEDÜRÜN ŞEMATİK GÖSTERİMİ:



SEM

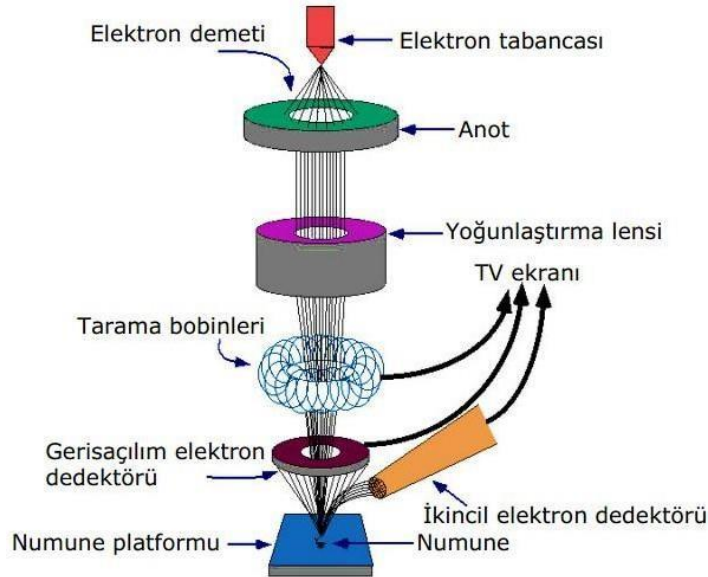
1. DENEYİN AMACI:

- Farklı numunelerin mikroyapılarını, farklı teknikler ve farklı mikroskop parametreleri kullanarak karakterize etmek ve SEM'in nasıl kullanılacağını göstermek.
- SEM'de enerji dağılımlı X-ışını (EDX) ve dalga boyu dağılımlı X-ışını (WDX) mikroanaliz teknikleri kullanılarak farklı numunelerin kimyasal analizinin nasıl gerçekleştirileceğini göstermek

2. TEORİK BİLGİ:

TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU (SEM)

Taramalı elektron mikroskopunun optik kolonunda; elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, demeti toplamakta ve yönlendirmekte kullanılan condenser ve objektif mercekleri, demet çapını sınırlamakta kullanılan açıklıklar, numune yüzeyini taraması için demeti uygun şekilde saptıran tarama bobinleri vardır. Optik kolon alttan numune ocağına açılır. Burada üç boyutta hareket edebilen numune kazağı, demet-numune etkileşimi sonucu oluşan değişik sinyallere duyarlı algılayıcılar bulunur. Mikroskopun elektronik donanımı ise filament akımı, mercek akımı ve uyarma gerilimini kararlı tutarken, algıcılardan gelen sinyalleri işleyerek numunenin değişik özelliklerini yansıtan görüntüler oluşturur [5]. Şekil 8'de Taramalı Elektron Mikroskobu aksamının şematik görüntüsü verilmiştir.



Şekil 8. Taramalı Elektron Mikroskopunun şematik görüntüsü [5].

Bir taramalı elektron mikroskopunda görüntü oluşumu temel olarak; elektron demetinin incelenen örneğin yüzeyi ile yaptığı fiziksel etkileşmelerin (elastik-elastik olmayan çarpışmalar ve diğerleri) sonucunda ortaya çıkan sinyallerin toplanması ve incelenmesi prensibine dayanır. SEM'ler morfoloji, şekil, boyut ve malzemenin faz bileşimi hakkında pek çok bilgi verir. Taramalı elektron mikroskobu, yüksek çözünürlüklü resim oluşturmak için vakum ortamında oluşturulan ve aynı ortamda elektromanyetik lenslerle inceltelen elektron demeti incelenerek analiz yapılır [5].

Elektron Demeti ve Numune Etkileşimi

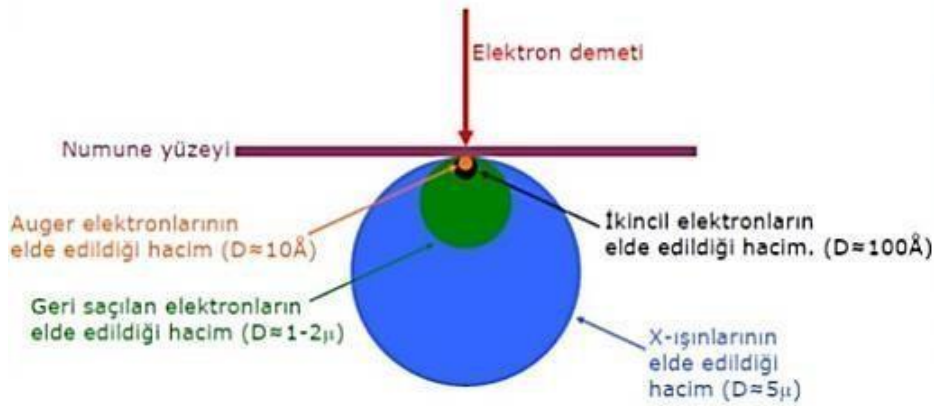
Elektronlar, numune yüzeyinde ya da numune yüzeyine yakın atomlarla etkileşime girerek numune yüzeyinin topografisi, kompozisyonu ve diğer özellikleri hakkında bilgiler içeren sinyaller üretir. **SEM tarafından üretilen sinyaller ikincil elektronları, geri saçılan elektronları, karakteristik x-ışınlarını, numune akımını ve geçen elektronları içerir.**

İkincil elektronlar: Demet elektronları atom yörüngelerindeki elektronlarla da çarpışabilirler. Dış yörüngelerdeki elektronların çarpışma ile atomlarından sökülebilmeleri için az bir enerji yeterlidir. **Çarpışma ile atomlarından ayrılan dış yörünge elektronlarına ikincil elektronlar denir.** İkincil elektronlar düşük enerjili elektronlardır. Detektöre 100-300V arasında bir pozitif voltaj uygulanması ile kolaylıkla toplanabilirler. İkincil elektron görüntüsü verebilen taramalı elektron mikroskobu, **1nm'nin altında detay verebilen, çok yüksek çözünürlüklü yüzey görüntüleri üretebilir** [5].

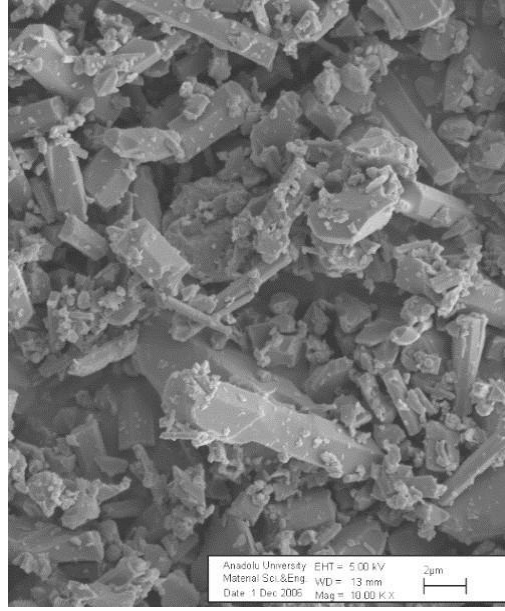
Geri saçılan elektronlar: Demetle gelen elektronlar numunedeki atomların elektrostatik alanlarıyla etkileşebilir veya bu atomların yörüngelerindeki elektronlarla çarpışabilirler. Elektrostatik alanla olan etkileşim yön değiştirme şeklinde gerçekleşebilir. Bu durumda **elektron hızında bir değişim olmadığından elektron enerjisi aynı kalır.** Bu tür elektronların bir kısmı numune yüzeyinden tekrar geri çıkabilirler. **Enerjileri demetteki elektronlarınkine yakın olan bu elektronlara geri saçılan elektronlar denir.** Numunedeki atomların atom numarası ne kadar büyük olursa o kadar çok sayıda geri saçılan elektron elde edilir. Geri saçılan elektronların sinyallerinin şiddeti güçlü bir biçimde numunenin atom numarasıyla ilişkili olduğu için, geri saçılan elektronlar numunede ki farklı elementlerin dağılımı hakkında bilgi verirler [5].

Karakteristik x-ışınları: İç yörüngelerdeki elektronlarla demet elektronlarının çarpışması sonucunda bu yörüngelerdeki elektronlar yerlerinden sökülebilirler. Bu şekilde **iç yörüngelerde meydana gelen boşluklar dış yörüngelerdeki elektronlardan biri tarafından doldurulduğunda ise, iki konum arasındaki enerji farkı X ışını olarak yayımlanır.** Elektron ışını, numunenin iç yörüngesindeki elektronlarından birini söktüğü zaman daha yüksek enerji elektronlarından birisinin yörüngeyi doldurmasına yayımlanırlar. **Bu karakteristik X ışınları kompozisyonu belirlemek ve numunedeki elementlerin miktarını ölçmek için kullanılır [5].**

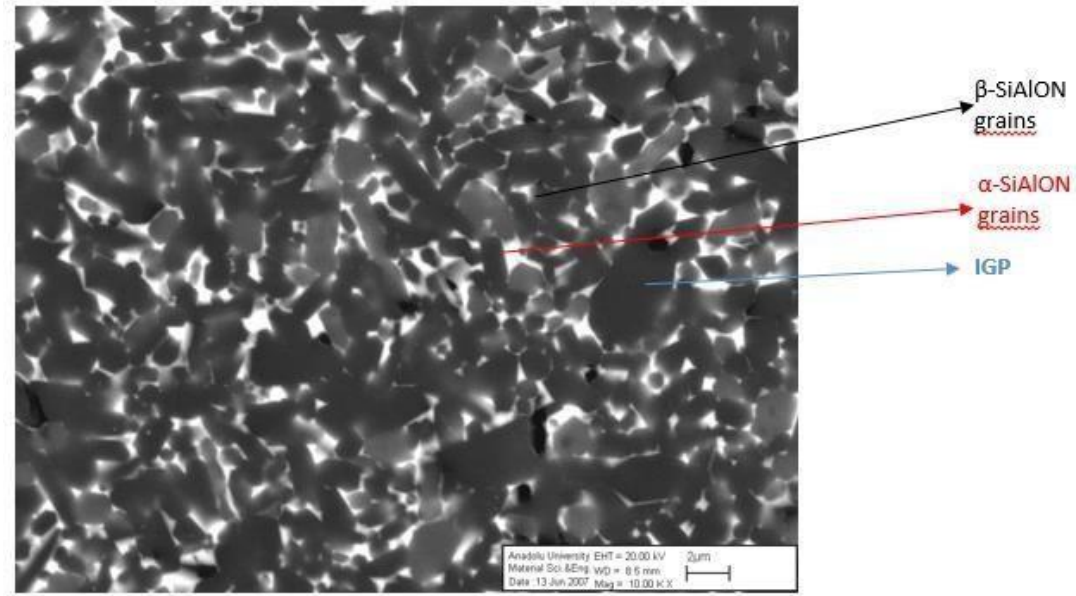
Şekil 9'da elektron demeti ve numune etkileşimi sırasında ortaya çıkan elektronlar ve etkileşim derinlikleri [8]. Şekil 10'da FeSi tozuna ait SEM-SE dedektörü ile alınmış görüntü ve Şekil 11'de SEM-BSE dedektörü ile Y:Sm:Ca takviyeli α : β -SiAlON seramiklerinin mikroyapı görüntüsü verilmiştir. Burada α -SiAlON taneleri kristal yapılarında ağır metalleri ihtiva ettikleri için daha açık renkte ve β -SiAlON taneleri ise daha koyu renkte görülmektedir. Y, Sm gibi ağır nadir toprak alkalileri içeren tane sınır fazı ise beyaz renkte görülür.



Şekil 9. Elektron demeti ve numune etkileşimi sırasında ortaya çıkan elektronlar ve etkileşim derinlikleri [8].



Şekil 10. FeSi tozunun SEM-SE görüntüsü



Şekil 11. Geri saçılan elektronlar ile elde edilen Y:Sm:Ca takviyeli SiAlON görüntüsü [6].

Taramalı Elektron Mikroskobunda Kullanılan Elektron Tabancaları

Filament, elektrik akımı verilerek ısıtılır. Bu sayede yeterli enerjiye sahip elektronlar filamentin ucunda birikerek bir elektron bulutu oluşturur. Filamentin yanına pozitif yüklü bir plaka yerleştirilirse, elektronlar bu anotun çekim etkisi altında kalır.

Üç çeşit elektron tabancası vardır (Tablo 2).

- Tungsten
- Lanthanum hexaboride (LaB₆)
- Field Emission Gun (FEG)

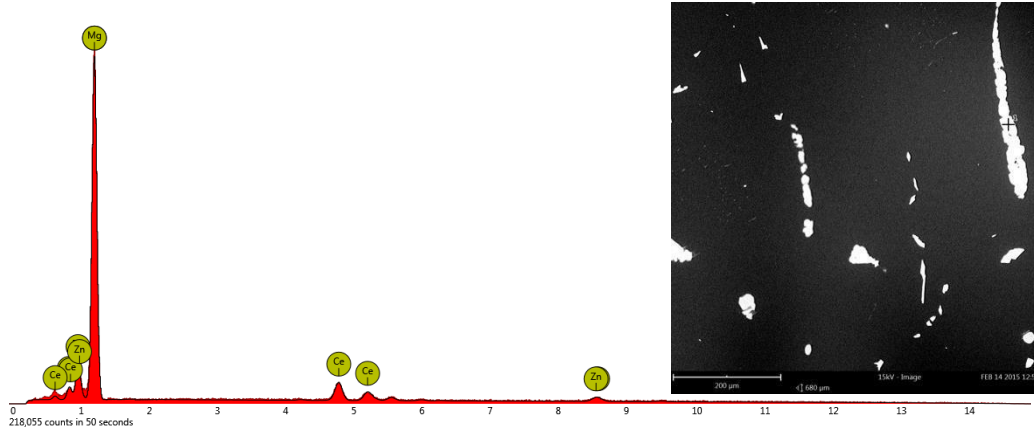
Tablo 2. Elektron tabancaları ve özellikleri [8].

	Birim	W	LaB ₆	FEG
Φ (Eşik enerjisi)	eV	4.5	2.4	4.5
Çalışma sıcaklığı	K	2700	1700	300
Parlaklık	A/m ²	10 ⁹	5x10 ¹⁰	10 ¹³
Enerji saçılımı	eV	3	1.5	0.3
Vakum	Pa	10 ⁻²	10 ⁻⁴	10 ⁻⁸
Kullanım ömrü	saat	100	500	>1000

Enerji Dağılım Spektroskopisi (EDS)

Numunenin yüzeyine yüksek enerjili elektronlar çarptığında, bu çarpışmalardan dolayı numune yüzeyinden bazı elektronlar kopar. Eğer bu elektronlar çekirdeğe yakın orbitallerden koparılmışlarsa, atomlar kararlılıklarını kaybederler. Tekrar kararlı hale gelebilmek için dış orbitallerdeki elektronlar iç orbitallerdeki boşlukları doldururlar. Dış orbitallerdeki elektronların enerjisi, iç orbitallerdeki elektronların enerjisinden daha yüksek olduğu için dış orbital elektronları iç orbitallerdeki boşluklara gelirken enerji kaybederler. Kaybedilen bu enerji X ışını şeklinde ortaya çıkar. Ortaya çıkan X ışınlarının enerjisi ve dalga boyu sadece atomla ilgili olmayıp o atomun etkileşimde olduğu orbitaller ile ilgili de karakteristik bir özelliktir.

Numuneden çıkan X ışınları yarı iletken detektör tarafından algılanır. İletkenlik bandına geçen elektronlar, elektrik sinyaline dönüştürülür. Numune içerisindeki elementlerin o numune içerisinde bulunma oranları, elementlerin piklerinin altındaki alanlarla orantılıdır [8].

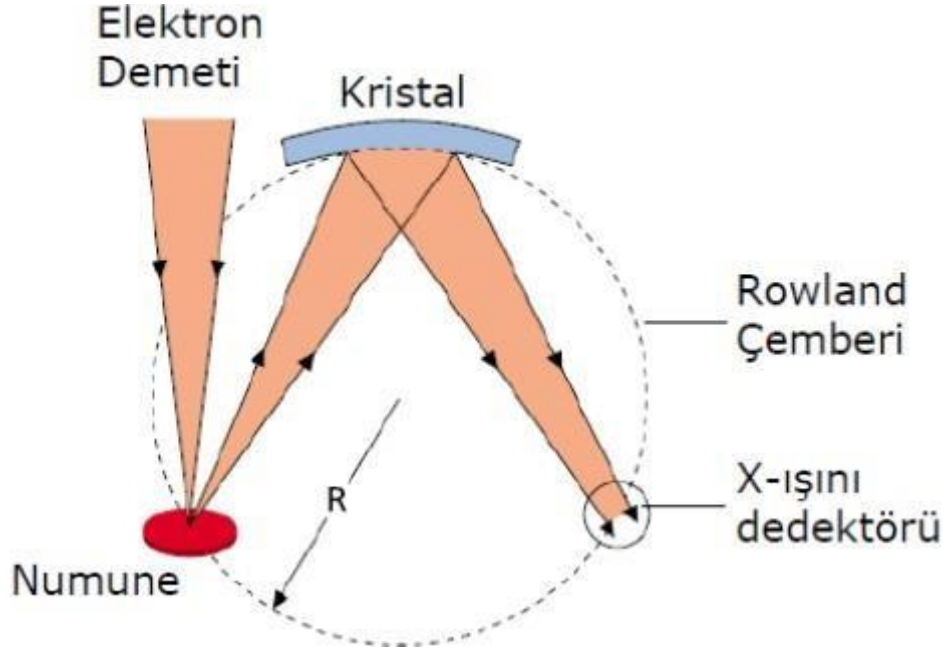


Element Number	Element Symbol	Element Name	Confidence	Concentration	Error
12	Mg	Magnesium	100.0	73.4	0.4
58	Ce	Cerium	100.0	17.2	1.6
30	Zn	Zinc	100.0	9.4	3.5

Şekil 11. Mg-Ce-Zn içeren intermetalik bileşiğe ait EDX analizi spektrumu [9].

Dalgaboyu Dağılım Spektroskopisi (WDS)

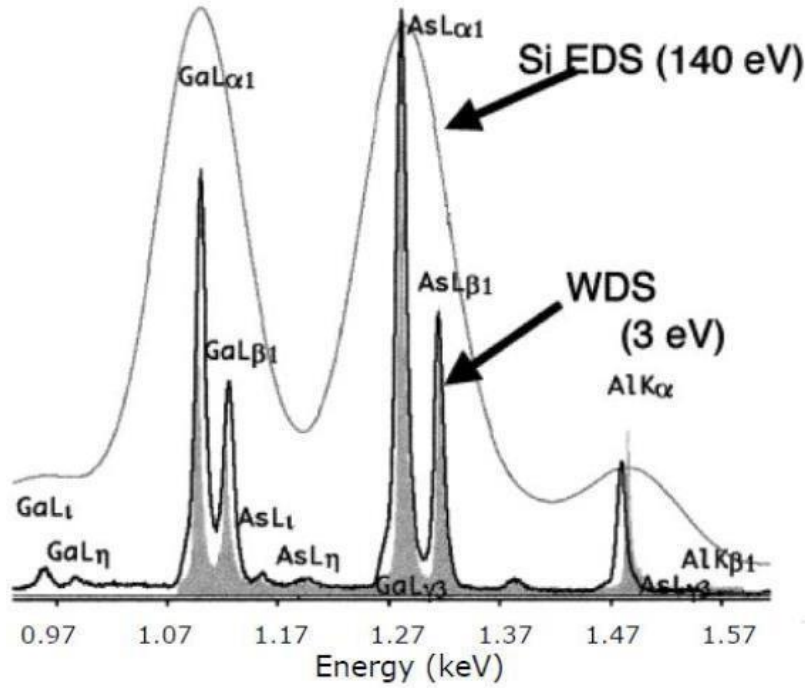
Numunenin, X ışını ile bombardımanı sonrası numunedeki elementler tarafından X ışını üretilir. Üretilen X ışınlarının dalga boyları, d 'si bilinen bir kristal tarafından Bragg Kanunu'na göre yansıtılması sonucu elde edilir. Kristal değişik açılarla döndürülerek numunedeki bulunan elementlerin cinsine göre belli açılarda yansımalar olur ve dalga boyu belirlenir. Ölçüm her seferde bir kez tekrarlanır. Yani farklı her dalga boyu için yansıtıcı kristal ve detektör yeni bir konuma hareket eder [8]. Tablo 3'de EDS ve WDS sistemlerinin özelliklerinin karşılaştırması Şekil 13'de EDS ve WDS in çözünürlük farkları verilmiştir.



Şekil 12. WDS sisteminin şematik olarak gösterilen çalışma prensibi [8].

Tablo 3. EDS ve WDS karşılaştırması [10].

EDS	WDS
$Z \geq 4$ olan elementleri belirleyebilir.	$Z \geq 4$ olan elementleri belirleyebilir.
Çözünürlük 70-130 eV	Çözünürlük 2-20 eV
Aynı anda birçok elementi belirleyebilir.	Elementler seri halde (ardışık) belirlenir. Ancak çözünürlük oldukça yüksektir.
SEM ve TEM ile birlikte kullanılabilir.	Yüksek oranda X ışını oluşumuna ihtiyaç vardır. Bu yüzden TEM ile kullanılması zordur.
Tipik olarak tarama için 2-3 dk yeterlidir.	Tipik olarak tarama saatler sürer.



Şekil 13. EDS ve WDS in çözünürlük farkları [10].

3. DENEY SIRASINDA NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

Öğrenecekleriniz (SEM):

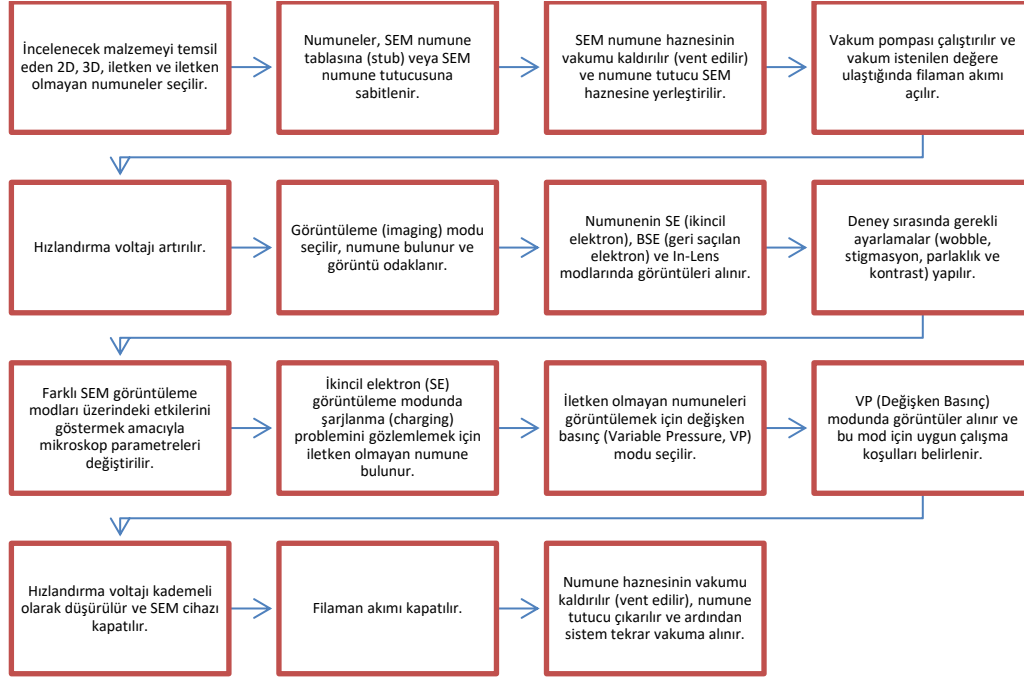
- Mikroskobun tüm temel parçalarının nerede bulunduğunu ve işlevlerini,
- Farklı görüntü türlerinin (ikincil elektron – SE, geri saçılan elektron – BSE ve In-Lens görüntüleri) nasıl elde edildiğini,
- Parlatılmış 2B ve 3B numunelerden en iyi bilgiyi elde etmek için mikroskop parametrelerinin (hızlandırma voltajı, çalışma mesafesi ve apertür boyutu) nasıl seçileceğini,
- İletken olmayan numunelerin kaplama yapılmadan nasıl incelenebileceğini,
- En iyi görüntü kalitesini elde etmek için mikroskop ayarlarının nasıl optimize edileceğini öğreneceksiniz.

Öğrenecekleriniz (EDS-WDS):

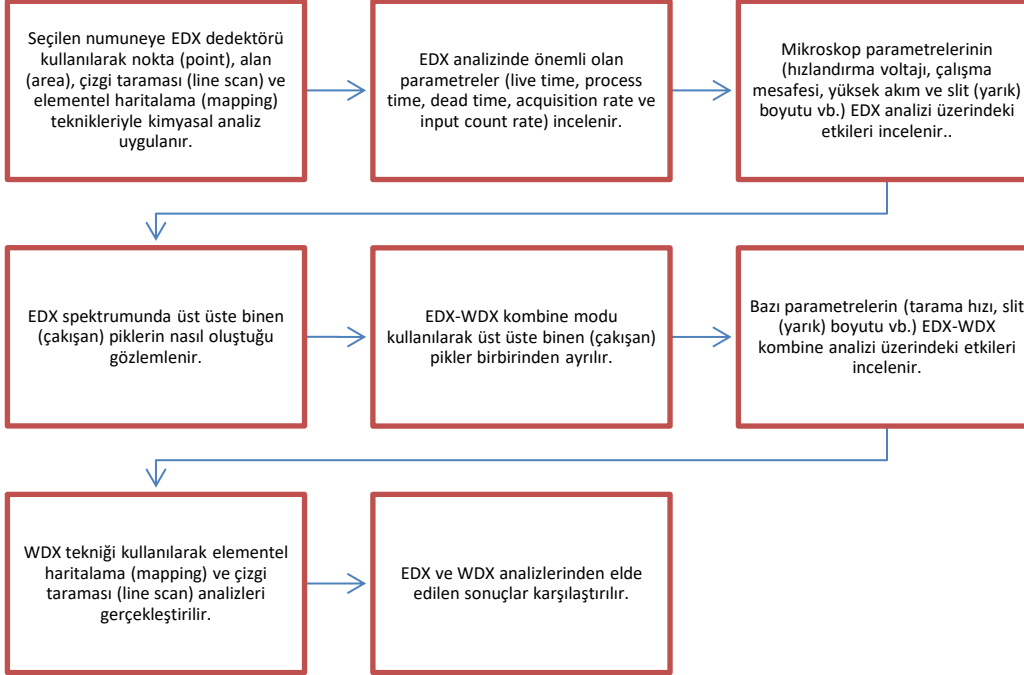
- Nokta (point), çizgi (line) ve alan (area) analizlerinin nasıl gerçekleştirileceğini,
- EDS analizinde önemli olan parametreleri,
- Farklı elementlerin elementel haritalamasının (mapping) nasıl yapılacağını,
- Farklı elementlerin miktarlarının nasıl belirleneceğini (kantitatif analiz),
- WDS analizinin nasıl gerçekleştirileceğini,
- WDS analizinde önemli olan parametreleri,
- EDS ve WDS dedektörlerinin sınırlamalarını,
- Mikroskop parametrelerinin (hızlandırma voltajı, çalışma mesafesi ve apertür boyutu) EDS ve WDS analizleri üzerindeki etkilerini öğreneceksiniz

4. DENEYSEL PROSEDÜRÜN ŞEMATİK GÖSTERİMİ:

SEM



EDS-WDS



Kaynaklar

- [1] Röntgen, W., Sitzungsberichte der Würzburger Physik-medice, (1895).
- [2] Hecht, E., [Optics 4th Edition] Addison Wesley, (2002).
- [3] Attwood, D. T., [Soft x-rays and extreme ultraviolet radiation: principles and applications] Cambridge Univ Press, New York(2000).
- [4] <http://modern-fizigin-teknolojideki-uygulamalari-notlari-meb--125754667>

- [5] <http://blog.aku.edu.tr/evcin/files/2016/11/8.pdf>
- [6] N. Calis Acikbas and H. Mandal, "The Fluorine Effect on the Grain-Growth of α -SiAlON Ceramics", Anadolu University Journal of Science and Technology A- Applied Sciences and Engineering, 17/5/895 – 904,2016.
- [7] <http://aboutforensics.co.uk/wp-content/uploads/2015/05/XRF-1.png>
- [8] <https://www.slideshare.net/iuslu/taramal-elektron-mikroskobu>
- [9] Ataman A., Türe Y., Kaya A.A., (2016). Uçak Yolcu Koltuklarında Magnezyum Alaşımli Dizaynla Ağırlık Tasarrufu (0286.STZ.2013-2 nolu SANTEZ Projesi).
- [10] <http://muh.bartın.edu.tr/Files/i4jrhsicxaesu54tnxj5txxyi2016121155529i4jrhsicxaes54tnxj5txxyi2016121155529.pdf>