



**T.C.**

**BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ  
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**

**MMM307 MALZEME LABORATUVARI I**

**DENEY FÖYÜ**

Güz Dönemi

# İÇİNDEKİLER

GENEL GÜVENLİK KURALLARI .....	3
MALZEME LABORATUVARI DERSİ HAKKINDA BİLGİLENDİRME .....	3
MALZEME LABORATUVARI DERSİ RAPORU YAZIM KURALLARI.....	3
DENEY: METALOGRAFİ .....	4
DENEY: ELEKTROKAPLAMA .....	9
DENEY: SERTLİK / KIRILMA TOKLUĞU .....	12
DENEY: ÇEKME VE BASMA DENEYİ.....	22
DENEY: XRD, XRF ve SEM.....	27
DENEY: HİDROMETALURJİ .....	44

## GENEL GÜVENLİK KURALLARI

1. Laboratuvara gelirken mutlaka kapalı ayakkabı ve beyaz çalışma önlüğü ( diz boyu olacak şekilde) giyilmelidir.
2. Uzun saçlı öğrencilerin saçlarını mutlaka toplamaları gerekmektedir.
3. Laboratuvar içerisinde herhangi bir yiyecek ve içecek maddesi tüketilmemelidir.
4. Tütün ve tütün ürünlerinin laboratuvar içerisinde tüketilmesi yasaktır.
5. Çalışır durumdaki hiçbir cihaza, sorumlu öğretim elemanı aksini söylemedikçe dokunulmamalıdır.
6. Laboratuvar içerisinde mutlaka koruyucu ekipmanlar ( gözlük, maske vb.) giyilmeli ve takılmalıdır.
7. Laboratuvar temiz kullanılmalı ve deney sırasında kullanılan teçhizat alındığı yere geri konulmalıdır.
8. Laboratuvarda kullanılan aletler laboratuvar dışına çıkarılmamalıdır.
9. Kimyasallar tehlike oluşturacak şekilde karıştırılmamalı, dikkatli bir şekilde kullanılmalı ve laboratuvar havalandırmasının işlevsel olduğu kontrol edilmelidir.
10. Tehlike anında çalışılan kimyasallar en yakın bankonun üzerine konulmalı, sakince laboratuvardan çıkılmalı ve sorumlu çalışana haber verilmelidir.
11. Deney yapılırken elektrik, su ve gaz tesisatlarının durumuna dikkat edilmelidir.
12. Cihazlarda arıza olması durumunda hemen laboratuvar sorumlusuna haber verilmelidir.

## MALZEME LABORATUVARI DERSİ HAKKINDA BİLGİLENDİRME

1. Teorik ders kısmına katılmayan öğrenciler ilgili deneye giremezler.
2. Deneylerin telafisi yapılmayacaktır! Ancak sağlık problemi bulunması durumunda, sağlık raporu getiren öğrenciler giremedikleri o deneyin telafisini talep edebilirler.
3. Notlandırma; uygulamadan, rapordan ve final sınavından alınacak notlar değerlendirilerek yapılacak. Belirtilen bu aşamaların yüzdeleri sırasıyla **uygulama %25, rapor %25 ve final sınavı %50** olacaktır.

## MALZEME LABORATUVARI DERSİ RAPORU YAZIM KURALLARI

Deneye ait rapor;

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

# **DENEY: METALOGRAFİ**

*Deney sorumluları: Yrd. Doç. Dr. Miraç ALAF, Arş. Gör. Yiğit TÜRE*

## **1. AMAÇ**

Örnek numuneler (demir esaslı, demir dışı ve seramik malzemeler) kullanılarak bu malzemeler ait tane, tane sınırı, faz, çökelti, kalıntı, safsızlık, çatlak, ikizlenme vb. mikroyapı özelliklerinin yapı-özellik ilişkisi çerçevesinde incelenmesinin yanında metalografi için kullanılan mikroskopların tanıtılmasıdır.

## **2. TEORİK BİLGİ**

Malzemelerin tüm fiziksel, kimyasal, elektronik ve mekanik özellikleri bileşimlerinin yanı sıra içyapıları ile doğrudan ilgilidir. Bu nedenle üretimde kalite kontrolü, yeni malzemelerin geliştirilmesi, dayanıklılık hasar ve kazaların sebebinin araştırma gibi olaylarla karşılaşıldığında, malzemenin içyapısının etüdü gerekmektedir. Malzemelerin içyapısını inceleyen ilime genel olarak **METALOGRAFİ** denir.

Büyüteçten başka herhangi bir optik alet gerektirmeyen “Makroskobik Metalografi” 19. Yüzyılın başlarında Aloys Beck Von Widmanstätten’in meteor yüzeyini incelemesiyle başlar. Mikroskobik metalografi ise 1840’da başlamasına rağmen içyapı analizi ilk defa 1863 yılında Profesör Henry Sorby tarafından gerçekleştirilmiştir.

Malzemelerin içyapısını incelemek için çeşitli mikroskobik ve mikroskobik olmayan yöntemler mevcuttur. Bunlar optik, elektronik ve nükleer teknolojideki ilerlemelere paralel olarak gelişmektedir. Mevcut cihazların fonksiyonları her geçen gün biraz daha arttırılmakla veya yepyeni yöntem ve cihazlar devreye girmektedir.

Halen malzemelerin içyapısını incelemeye en fazla kullanılan yöntemlerden biri numunenin mikroskopta incelenmesidir. Malzemelerin içyapısını incelemeye amaç; a) malzemede mevcut fazların miktarını ve dağılımını, b) tane boyutu, şekil ve dağılımı, c) genel olarak yapı kusurlarının (çatlak, porozite, segregasyon, kalıntılar, v.b.) cinsini ve miktarını saptamaktır.

Malzemelerin içyapısını incelerken hangi yöntemin ve hangi cihazın seçileceği konusunda karar verebilmek için, hem yapılacak mikroyapı analizinin boyutu hakkında, hem de yöntem ve cihazların bu boyuta duyarlılığı hakkında bilgi sahibi olmak gerekmektedir.

Günümüzde mikroskobik yöntemler atomik seviyeye kadar inmiş olup başlıca iki ana grupta toplanmaktadır. Bunlar;

- ❖ Optik mikroskopi ve
- ❖ Elektron mikroskopi’dir.

Her iki grupta kullanılan cihazların **karakteri, prensipleri ve numune hazırlaması** birbirinden oldukça farklıdır.

## ➤ **Optik Mikroskop İçin Numune Hazırlanması**

Malzemenin iç yapısının incelenmesinde başlıca dört kademe vardır. Bunlar;

- a) Numune alınması
- b) Numunenin hazırlanması
- c) Numunenin incelenmesi'dir.

### **a) Numunenin Alınması**

Metalografik numunede seçilen numunenin bir değer taşıyabilmesi için bu numunenin gerek fiziksel özellik gerekse kimyasal bileşim yönünden esas malzemeyi tam olarak temsil etmesi gerekir. Bu nedenle, numune alınması için temeldir. Numunenin nereden alınacağı tespit edildikten sonra uygun bir kesici alet ile numune kesilir. Kesim işlemi için kullanılacak aletler; testere, keski, torna, kesici taş, çekiçle kırma, oksiasetlen, v.b. burada dikkat edilmesi gerek nokta, minimum yapı değişmesini sağlayacak yöntemin seçilmesidir.

### **b) Numunenin Hazırlanması**

İncelenecek numuneler şayet küçük veya biçimsiz şekilli ise zımparalama ve parlatma esnasında elde tutmak güçlük yaratır. bu durumda numuneler genellikle kalıplanır. Diğer taraftan, otomatik parlatma cihazları için standart boyutta numune kullanılması söz konusudur. Bu durumda da numuneleri kalıplamak, çok sayıdaki numunelerin kolayca kodlanarak işleme tabi olmasında kolaylık sağlamaktadır. Numuneyi kalıplamanın diğer önemli bir sebebi de, zımparalama ve parlatma esnasında temizliğin kolayca sağlanmasıdır. Numuneyi kalıplamak için iki farklı yöntem mevcuttur. Bunlar;

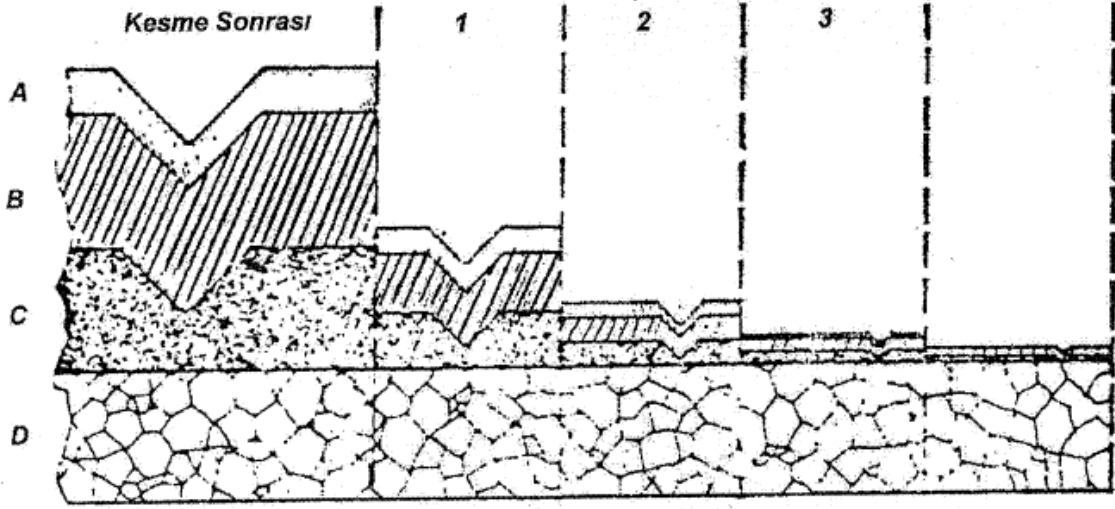
- a) Sıcakta ve basınç altında
- b) Soğuk kalıp

Numuneyi sıcak ve basınç altında kalıplamada genellikle bu iş için özel olarak imal edilmiş aletler kullanılır. Bu yöntemde kullanılan malzeme genellikle plastik karakterde tozlardır. Basınç ve sıcaklığın etkisiyle tozlar birbirine tamamen kaynaşarak numunenin etrafını sarar. Seçilen plastik özellikteki malzemenin aynı zamanda dağlama esnasında kullanılacak dağlama reaktifinden etkilenmemesi gerekmektedir. Bu özellikler kapsamında en yaygın kullanılan malzeme "**BAKALİT**"tir.

Sıcakta ve basınç altında kaplama sırasında ergime noktası düşük kalay, kurşun gibi yumuşak metallere deformasyon gözlemleneceğinden dolayı bu yöntem uygulanmaz. Bunun yerine soğuk kalıplama yöntemi uygulanır. Bu yöntemde kullanılan malzemeler polyester, epoksi ve akriliktir. Polymer resin üzerine kimyasal tepkimeyi hızlandırmak amacıyla sırasıyla sertleştirici ve hızlandırıcı eklenerek yaklaşık 25-30 dk beklenir.

Kalıba alınan numunenin yüzeyinde, numuneyi kestiğimiz aletin izleri bulunur (Şekil 1.). Ayrıca kesme esnasında numunenin yüzeyi bir miktar deforme olmaktadır. Numuneyi orjinal yapı temsil ettiğinden, toplam deformasyona uğramış tabakanın ortadan kaldırılması için ilk olarak kaba zımparalama işlemi uygulanır. Kaba zımparalama için çoğunlukla farklı

gradelerdeki (80, 150, 240, 320,...,1000,2000,4000) SiC zımparalar tercih edilir. **Bu aşamadaki en önemli nokta her kademede, bir önceki kademede kullanılan aşındırıcılardan daha ince aşındırıcı kullanılmasıdır.** Böylece her kademenin numune yüzeyinde yarattığı deformasyon ve çizik miktarı minimuma indirilir.

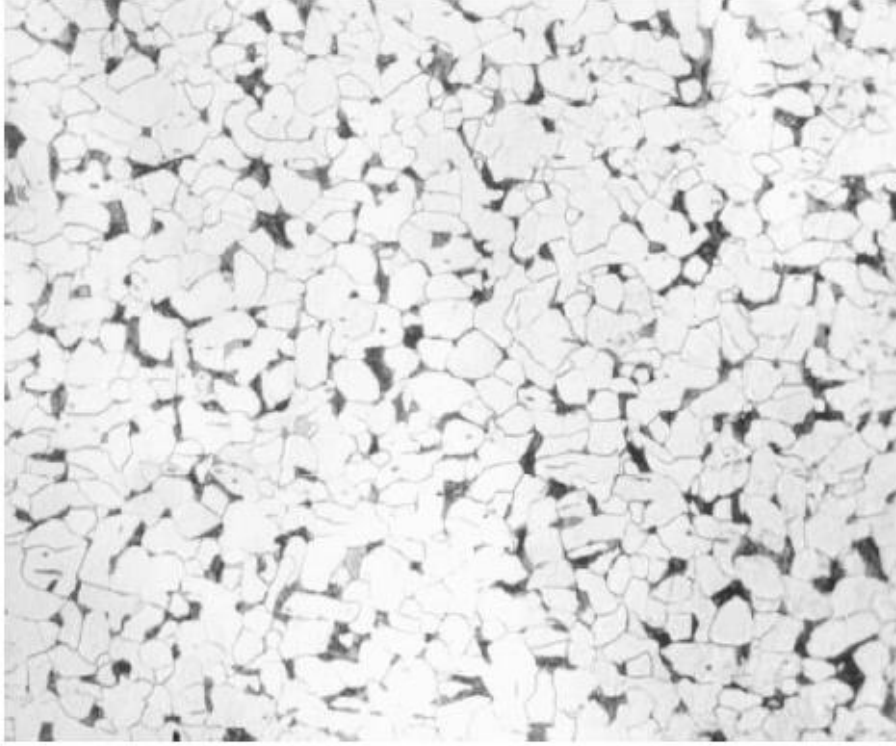


**Şekil 1.** Kesim işlemi sonrası numune yüzeyindeki deformasyon izleri ve bu deformasyon tabakasının zımparalama aşamasında giderek incelen zımpara ile değişimi.

Kaba zımparalama işlemini takiben parlatma işlemi numuneye uygulanır. Çapları 8-10 inç olan; pirinç veya bronzdan üretilmiş parlatma diskleri kullanılır. Parlatma disklerinin hızları 150-350 devir/dk. arasında değiştirilebilmektedir. Disklerin üzeri, parlatma kademesine ve numune karakteristiğine göre çadır bezi, sert çuha, flanel, naylon, poplin, koton kadife, süet kadife gibi parlatma kumaşları ile kaplanır. Parlatma kumaşlarında aranan özellikler, dokularının sık ve homojen olmasıdır. Parlatma kumaşlarının üzerine genellikle farklı tane boyutlarına sahip elmas veya  $Al_2O_3$  süspansiyonları kullanılır. Bu süspansiyonlarda bir önceki aşamada olduğu gibi numuneye kademeli (kabadan inceye doğru) olarak uygulanır. Her bir aşamadan sonra numunenin karakteristiğine uygun olarak numune yüzeyi su veya alkol ile temizlenir.

Parlatılmış numunelere mikroskopta bakıldığında, yapıları hakkında bilgi sahibi olmak ender rastlanan bir durumdur. Parlatmadan sonra ancak, metalik olmayan kalıntılar, porozite, çatlak, yüzeydeki diğer benzeri kusurlar kolaylıkla görülebilir. Bazı demir-dışı alaşımlarda taneler dağlanmadan önce sadece polarize ışık altında görülebilmektedir. Bu nedenle parlatmadan sonra numunelerin mikroskopta incelenmesinde yarar vardır. Parlatılmış numunenin yüzeyi ışığı eşit bir şekilde dağıttığından yapıdaki ayrıntılar ayırt edilemez. Bu nedenle yapıda kontrast oluşturulması gerekir. Bunun için uygulanan yöntem genel olarak **DAĞLAMA (ETCHING)** denilmektedir ve Şekil 2'de %15 karbon içeren ferritik-perlitik çelik için dağlama sonrası mikroyapı görüntü örneği verilmiştir. Dağlama fiziksel veya kimyasal olabilir. Fiziksel dağlama il yüzeyden atom tabakaları atılır. Bunun için belirli bir enerjiye ihtiyaç vardır. Bu enerji ısı veya yüksek voltaj uygulanarak sağlanabilir. Parlatılmış numunenin yüzeyine uygun bir reaktif tatbik edilir. Bu işleme "Kimyasal Dağlama" veya

kısaca “Dağlama” denilmektedir. Dağlama, ayrıca fazların cinsini tayin etmede, dislakosyonların yerlerini belirlemede de kullanılır.

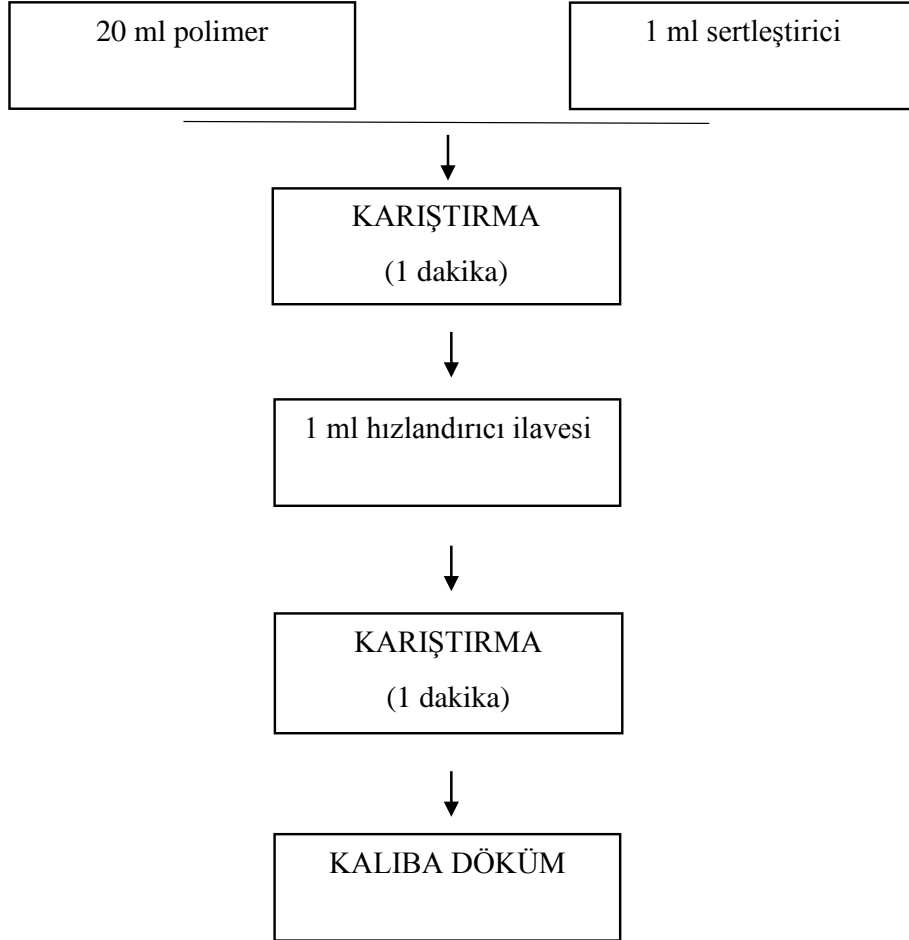


**Şekil 2.** Dağlama işlemi sonrası %15 karbon içeren ferritik-perlitik çelik mikroyapısı.

Dağlama işleminin tamamlanmasının ardından numune optik mikroskop altında incelenir. İy yapı etüdünde genellikle ışık yansımından yararlanıldığından metalografide kullanılan optik mikroskop (metal mikroskobu) biyolojide kullanılan optik mikroskoptan farklıdır. Metal mikroskobu ile numunedeki fazların özellikleri, dağılımları, tane sınırları, kayma bantları, ikizler, porozite, kalıntı ve çatlaklar kolayca ayırt edilebilir. Mikroskop birbiri ile bağlantılı üç ana optik sistem içerir. Bunlar; objektif, oküler ve aydınlatma sistemleridir. Objektiflerin başlıca özellikleri; büyütme derinliği, nümerik açıklık, ayırt etme gücü ve derinliği ayırt etme gücüdür. Oküler ise objektifin meydana getirdiği ilk görüntüyü genişleten ve zahiri görüntü olarak görülebilir hale getiren veya foto-mikrografide olduğu gibi ilk görüntüyü gerçek görüntü olarak tespit eden optik sistemdir. Son olarak ışık kaynaklarından bahsedilecek olunursa; metalürji mikroskobunda yansıma nedeniyle ışık kaybı fazla olacağından genellikle ışık kaynağının kuvvetli olması istenir. Optik mikroskobide kullanılan başlıca ışık kaynakları şunlardır; Tungsten filamanlı lambalar, Karbon-ark lambası, Xenon lambaları, Zirkonyum-ark lambası, Civa buharlı lambalar ve Ultra-viole lambadır.

### 3. DENEYİN YAPILIŐI

- Metalografisi yapılacak numune uygun boyutlarda kesilir.
- Kesilen numune sođuk kalıba alma yöntemi ile kalıplanır. Bu işlem için aŐađıdaki basamaklar sırası ile izlenir.



- Kalıba alınan numune uygun zımparalama parametreler ile zımparalama işlemine tabi tutulur.
- Numunenin yüzeyindeki çizikleri en aza indirmek için zımpara işleminin akabinde parlatma işlemi uygulanır. Kullanılacak parlatma solüsyonuna uygun çuha seçilir. Ve numunenin cinsine uygun olarak süre ve basınç optimize edilir.
- Parlatma işleminden sonra numunenin cinsine bađlı olarak numune yüzeyi alkol veya saf su ile temizlenir ve hava tabancası ile kurutulur.
- Bu aşamadan sonra numunenin türüne uygun dađlama solüsyonu hazırlanır ve uygun yöntem ile numune yüzeyine uygulanır.
- Dađlanmış numuneler ışık mikroskobu altında incelenir.



## **DENEY: ELEKTROKAPLAMA**

Deney sorumluları: Arş. Gör. Dr. Cihan KURU

### **1. AMAÇ**

Bu deneyin amacı öğrencilere elektrokaplama yöntemini detaylı bir biçimde öğretmektir.

### **2. TEORİK BİLGİ**

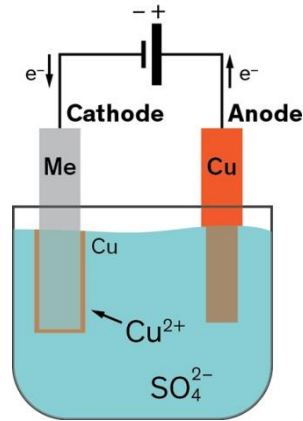
Bu yöntemle iletken yüzeyler üzerine bakır, krom, altın gibi metal kaplamalar yapılabilir. Metal kaplamalar görünümü güzelleştirmek, korozyon ve sıcaklık direnci kazandırmak ya da yüzey sertliğini arttırmak amacıyla yapılabilir. Bazı örnekler aşağıda verilmiştir:

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

Altın ve gümüş kaplama (Dekoratif amaçlı yapılan kaplamalardır.)

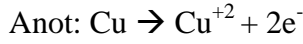
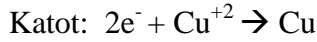
Nikel kaplama (Sürtünmeyi azaltarak aşınmayı azaltır.)

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 elektroda da katot denir. Her iki elektrot da kaplama yapılacak metal iyonlarını içeren bir çözeltiliye daldırılır. Bu örnekte çözeltili olarak bakır sülfat kullanılmıştır. Bakır sülfat çözeltilisi 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, çözeltilideki 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 çözeltiliye karışır. Nötr haldeki bakır atomlarının anotta elektron vererek pozitif yüklü iyonlar haline geçmesine oksitlenme denir. Anot, çözeltiliye sürekli olarak bakır iyonu sağladığından çözeltilideki bakır iyonlarının konsantrasyonu azalmaz. Anot olarak bakır yerine kimyasal olarak kararlı olan karbon, paslanmaz çelik ya da platin elektrot

da kullanılabilir. Bu durumda çözelti sürekli olarak yenilenmelidir. Bakırın indirgenme ve oksitlenme reaksiyonları aşağıdaki gibidir:



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:

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

W: Kaplanan malzeme miktarı (g)

I: Devreden geçen akım miktarı (A)

t: Zaman (s)

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

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.

### 3. 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 kurulayın.
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 çözültiden çıkarın. Bozuk paranın renginde bir değişim 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

**1. Kaplama yapılırken asla bağlantı kablolarına temas etmeyiniz.**

**2. Deney esnasında eldiven ve önlük giyiniz ve koruyucu gözlük takınız.**

### 4. 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: SERTLİK / KIRILMA TOKLUĞU***

*Deney sorumluları: Yrd. Doç. Dr. Ali ÇELİK, Arş. Gör. Yiğit TÜRE*

### **1. AMAÇ**

Sertlik deneyinin amacı; malzemelere ait sertlik değerinin belirlenmesi ve mukavemetleri hakkında bilgi edinilmesidir.

Kırılma tokluğu değerinin belirlenmesindeki amaç ise metalik malzemelerin düzlem deformasyon durumundaki kırılma tokluğu ( $K_{IC}$ ) değerinin elde edilmesi.

### **2. TEORİK BİLGİ**

#### ***SERTLİK***

Malzemeler üzerinde yapılan en genel deney, sertliğinin ölçülmesidir. Bunun başlıca sebebi, deneyin basit oluşu ve diğerlerine oranla numuneyi daha az tahrip etmesidir. Diğer avantajı ise, bir malzemenin sertliği ile diğer mekanik özellikleri arasında paralel bir ilişkinin bulunmasıdır. Örneğin çeliklerde, çekme mukavemeti sertlik ile doğru orantılıdır; dolayısıyla, yapılan basit sertlik ölçmesi neticesinde malzemenin mukavemeti hakkında bir fikir edinmek mümkündür. Sertlik izafi bir ölçü olup malzemelerin çizilmeye, kesilmeye, aşınmaya ve delinmeye karşı gösterdiği dirence denir. Laboratuvarlarda özel cihazlarla yapılan sertlik ölçmelerindeki değer, malzemenin plastik deformasyona karşı göstermiş olduğu dirençtir.

Sertlik ölçme genellikle, konik veya küresel standart bir ucun malzemeye batırılmasına karşı malzemenin gösterdiği direnci ölçmekten ibarettir. Uygun olarak seçilen sert uç, uygulanan yük altında malzemeye batırıldığında malzeme üzerinde bir iz bırakacaktır. Malzemenin sertliği, bu izin büyüklüğüyle ters orantılıdır.

Sertlik deneyinin yapılmasının amacı;

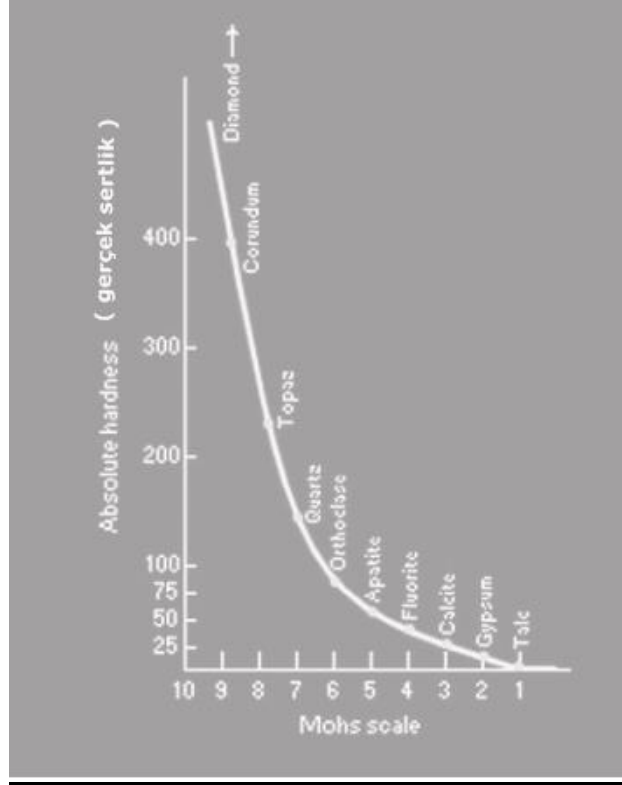
- Malzemenin kökeni hakkında bilgi sahibi olmak.
- Malzemenin yapısal diğer özellikleri hakkında fikir sahibi olmak. Örneğin, sertlik malzemenin işlenebilme özelliğini gösterebilir. Genellikle sertlik ile işlenebilme özelliği arasında ters bağıntı vardır.
- Numuneyi elden çıkarmadan tahribatsız bir şekilde malzemeye ait özellikler hakkında bilgi edinmektir.

*Numunelerin sertliklerinin ölçümü üç grupta incelenebilir;*

- ✓ Malzeme yüzeyini sert bir cisim ile çizerek yapılan sertlik deneyleri.
- ✓ Malzemeye sert bir cismi kuvvet altında batırmak suretiyle yapılan sertlik deneyleri.
- ✓ Sert bir bilyeyi malzeme üzerine düşürmek ve sıçratmak suretiyle yapılan sertlik deneyleri.

## Çizerek Yapılan Sertlik Deneyi

Çizme sertliği, bir mineralin keskin bir köşesinin başka bir mineralin düzgün yüzünü çizme kapasitesidir ve 1824’de Avusturyalı mineralog F. Mohs düzenlenen Mohs sertlik skalasına göre düzenlenmiştir (Şekil 1.). Durum bilimsel olarak açıklanacak olursa; sertlik, bir mineralin çizilme ve sürtünmeye karşı gösterdiği dirençtir. Minerallere ait sertlik değerleri çoğunlukla çizme sertliği cinsinden ifade edilir.



Şekil 1. Bazı minerallere ait Mohs sertlik skalası.

## Batırılarak Yapılan Sertlik Deneyleri

### *a) Statik Yük Kullanılarak Yapılan Sertlik Deneyleri*

- ❖ Rockwell
- ❖ Brinell
- ❖ Vickers
- ❖ Knoop

### *b) Dinamik Yük Kullanılarak Yapılan Sertlik Deneyleri*

- ❖ Shore
- ❖ Poldi çekici

## Rockwell Sertlik Deneyi

Rockwell sertlik deneyi (RSD), yapılmasının çok kolay olması ve özel bir ustalık gerektirmemesinden dolayı metallerin sertlik ölçümünde en yaygın kullanılan metottur. Rockwell sertliği, batma derinliğine karşı gelen birimsiz bir sayıdır. Şekil 2'de gösterildiği gibi batıcı uç, konik uçlu veya bilye şeklindedir. Yumuşak malzemeler bilye batıcı uç ile ölçülmektedir. Çok sert malzemeler elmas konik uç ile ölçülür. Rockwell sertlik ölçümünde batıcı uç, malzeme üzerine 10 kg (100 N) ön bir yükleme ile batırılır. Sonra batıcı uca ana yük uygulanarak elde edilen derinlik ölçülür. Ana yük Rockwell B (RB) için 100 kg, Rockwell C (RC) için 150 kg'dır. Bu yöntemde batma derinliği ölçüleceği için yüzey pürüzlülüğü sonuçları etkileyebilir. Bu sakıncayı gidermek için önce batıcı uç küçük bir yük (P<sub>0</sub>=ön yük) malzemeye daldırılarak alet sıfır düzeyine ayarlanır. Daha sonra toplam yüke tamamlanacak şekilde ana yük (P<sub>1</sub>) uygulanır. Son olarak ana yük (P<sub>1</sub>) kaldırılır. Meydana gelen kalıcı izdeki derinlik artışı bulunarak mevcut göstergeden Rockwell sertlik değeri okunur.

Sertlik ölçümünde kullanılan batıcı ucun tipi ile uygulanan yükün değeri bir sembolle gösterilir. Bu nedenle, farklı skalalara göre yani değişik deney koşullarında ölçülen farklı düzeydeki sertlik değerleri RSD-A, RSD-B, RSD-C, RSD-D gibi simgelerle birlikte verilir (Tablo 1). Çok sert malzemelerin Rockwell sertliği koni biçimindeki elmas uç kullanarak 150 kg'lık yük altında ölçülür ve sonuçlar RSD-C simgesi ile belirtilir. Yumuşak malzemelerin sertliğinin ölçümünde ise batıcı uç olarak çelik bilye kullanılır ve 100 kg'lık yük altında elde edilen ölçüm sonuçları RSD-B simgesi ile gösterilir. Bir malzemenin Rockwell cinsinden ölçülen sertlik değeri 100 rakamını aşarsa batıcı uç olarak bilye kullanılması tavsiye edilmez. Çünkü çok sert malzemelerin sertliğinin ölçülmesinde batıcı uç olarak bilye kullanılması, hem bilyenin deforme olmasına hem de ölçüm hassasiyetinin azalmasına neden olur. Diğer taraftan herhangi bir skalaya göre Rockwell sertliği 20 sayısından daha düşük olan malzemelerin sertliğinin ölçülmesinde koni biçimindeki elmas uç kullanılması tavsiye edilmez. Rockwell sertlik değerinin bulunmasında kullanılan formüller;

$$\left. \begin{array}{l} \text{RSD-A=} \\ \text{RSD-C=} \\ \text{RSD-D=} \end{array} \right\} 100-500t \quad \text{ve} \quad \left. \begin{array}{l} \text{RSD-B=} \\ \text{RSD-F=} \\ \text{RSD-G=} \\ \text{RSD-E=} \end{array} \right\} 130-500t \text{ şeklindedir.}$$

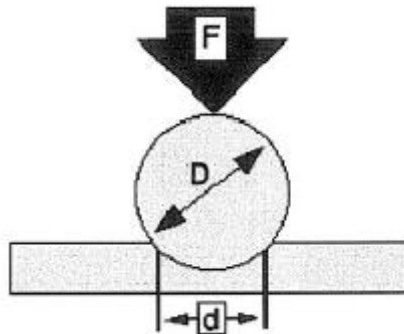
Burada t batıcı ucun batma derinliği (mm) dir.

**Tablo 1.** Rockwell sertlik skalalarını gösteren tablo.

Sembolü	Batıcı Uç	Büyük yük Kgf.	Tipik Kullanım Yerleri
B	1.6mm (1/16 inç) bilya	100	Bakır alaşımları, yumuşak çelikler, aşüminyum alaşımları, temper döküm vs.
C	Elmas konik uç	150	Çelik, sert dökme demirler, perlitik teöper döküm, titan, derin olarak yüzeyi sertleştirilmiş çelik ve Rockwell B değeri 100'den daha fazla olan diğer malzeme
A	Elmas konik uç	60	Sert metaller, ince çelik ve yüzeyi ince tabaka halinde sertleştirilmiş çelik
D	Elmas konik uç	100	Ince çelik ve orta kalınlıkta yüzeyi sertleştirilmiş çelik ve temper döküm
E	3.2mm (1/8 inç) bilya	100	Dökme demir, alüminyum ve magnezyum alaşımları, yumuşak ince sac metaller
F	1.6mm (1/16 inç) bilya	60	Tavlanmış bakır alaşımları, yumuşak ince sac metaller
G	1.6mm (1/16 inç) bilya	150	Fosforlu bronz berilliyumlu bakır temper dökümler

### Brinell Sertlik Deneyi

Brinell sertlik deneyi malzeme yüzeyine belirli bir yükün ( $F'$ ) belirli bir çaptaki ( $D$ ) sert malzemedan yapılmış bir bilya yardımıyla belirli bir süre uygulanması sonucu yüzeyde kalıcı bir iz ( $d$ ) meydana getirme esasına dayanır. Daha sonra bu kuvvetin oluşan izin küresel yüzey alanına bölünmesiyle Brinell sertlik değeri elde edilir (Şekil 2).



**Şekil 2.** Brinell sertlik deneyine ait şematik gösterim.

Brinell sertlik değeri için aşağıdaki eşitlik (Eşitlik 1.) kullanılır;

$$BSD = \frac{F}{y} = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (\text{Eşitlik 1.})$$

bağıntısı ile hesaplanır. Bu bağıntıda yer alan F uygulanan yükü (kg), D bilye çapını (mm) ve d ise iz çapını (mm) gösterir. Standart deney koşullarında çapı 10 mm olan bilye kullanılır. Yük, malzemenin cinsine göre seçilir ve uygulama süresi 10-15 saniye arasında değişir. Ancak bazı durumlarda çapları 10 mm'den daha küçük olan (örneğin 1,25, 2,5 ve 5,0 mm) bilye biçimindeki uçlarda kullanılır. Malzemenin üzerine uygulanacak yük değeri sertliği ölçülecek malzemenin cinsine ve bilye çapına göre seçilmektedir.  $d/D = 0,20 - 0,70$  oranı sağlandığı durumlarda uygulanan yük değeri doğru kabul edilir. Deney yükünün saptanmasında  $F=CD^2$  bağıntısı kullanılır. Burada F deney yükü, C malzeme cinsine göre değişen yükleme derecesidir.

-Demir esaslı malzeme (Çelik, DD) (C=30)

- Cu ve Al alaşımlı malzeme (C=10)

- Yumuşak malzeme (C=5)

Metalik malzemelerde sertlik arttıkça çekme dayanımı da artar. Çeliklerin Brinell sertlik değeri ile çekme dayanımları arasındaki ilişki aşağıdaki Eşitlik 2 ile tayin edilir;

$$\sigma_c \left( \frac{kg}{mm^2} \right) = 0,35xBSD \left( \frac{kg}{mm^2} \right) \quad (\text{Eşitlik 2.})$$

bağıntısı ile bulunabilir. Bu bağıntı yardımıyla çeliklerin çekme dayanımını yaklaşık olarak belirlemek mümkündür.

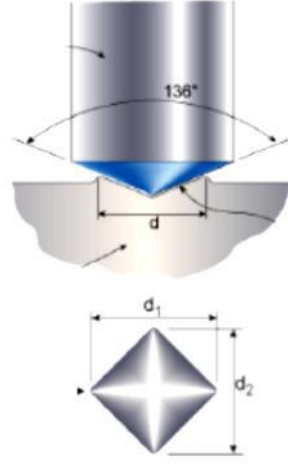
### **Vickers Sertlik Deneyi**

Bu deney yönteminde baskı elemanı olarak tepe açısı  $136^\circ$  olan elmas kare piramit kullanılır. F yükü ile malzemeye bastırılan piramit ucun bıraktığı dörtgen izin köşegenleri ölçülerek hesaplanan ortalama köşegen uzunluğu formülde yerine konarak sertlik değerleri bulunur. Vickers sertliği yüke bağlı değildir. Ölçme hatalarını azaltmak ve heterojen yapılarda ortalama değer elde edebilmek için yükü ve dolayısıyla izi büyütmek faydalıdır. Ancak köşegen uzunluğu sertliği ölçülen parça veya tabaka kalınlığının en çok üçte ikisi kadar olmalıdır. Yük 1-120 kgf arasında değişebilir. Normal yük olarak 30 kgf seçilebilir. Vickers yönteminde büyük piramit açısından dolayı az derinliklere rağmen geniş diyagoneller elde edilir. Yüklü numune üzerinde kalma süresi yaklaşık 20 saniyedir. Bu süre sonunda baskı ucu numune üzerinden kaldırılır ve deney bitirilir.

Burada F uygulanan yükü (kg), d iz köşegenlerinin ortalaması (mm) olup  $d=(d1+d2)/2$  formülü ile hesaplanır. d1 ve d2 sırasıyla ölçülen köşegen uzunluklarıdır (Şekil 3). Vickers sertlik deneyi çok yumuşak ve çok sert tabakalar için de uygundur. Deneyde yük düşük olduğu için genellikle ince parçalarda ve sadece yüzeyi sert olan özel işlem görmüş malzemelerde tercih edilir. Vickers sertliğinin avantajı, oldukça doğru okumalar yapması ve tüm metal ve işlem görmüş yüzeyler için sadece bir tip batıcı ucun kullanılmasıdır. Vickers sertliği metallerin yanında seramik malzemelerin sertliğinin ölçümünde de güvenilir bir sertlik ölçüm metodudur ve aşağıdaki Eşitlik 3 ile hesaplanır.







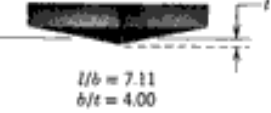

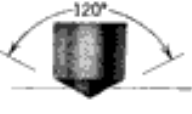



$$VSD = 1,8544x \frac{F}{d^2} \quad (\text{Eşitlik 3.})$$



**Şekil 3.** Vickers sertlik deneyinin şematik gösterimi.

### **Knoop Sertlik Deneyi**

Bir malzemenin göreceli mikrosertliği Knoop batma deneyi ile belirlenebilmektedir. Bu deneyde tepe açısı  $130^\circ$  ve  $173^\circ$  olan piramit şekilli elmas bir uç malzeme üzerine bastırılır. Bir boyutu diğerinin yaklaşık olarak 7 katı olan bir iz oluşur. Malzemenin sertliği izin derinliği ölçülerek bulunur. Vickers sertlik ölçme deneyine göre daha düşük kuvvetler uygulanır. Knoop deneyi, cam ve seramik gibi gevrek malzemelerin sertliğinin test edilmesini sağlar. Malzeme üzerine uygulanan yük genellikle 1 kgf'den daha azdır. Batıcı uç yaklaşık olarak 0,01 ile 0,1 mm arasında dört yanlı bir iz bırakır.

Test	Batan Uç	Batan uç geometrisi		Yük	Sertlik değeri için Formül
		Yan görünüş	Üst görünüş		
Brinell	10-mm çelik çelik yada tungsten karbür küre			P	$HB = \frac{2P}{\pi D[D - \sqrt{D^2 - d^2}]}$
Vickers Mikrosertlik	Elmas pramit			P	$HV = 1.854P/d^2$
Knoop Mikrosertlik	Elmas pramit			P	$HK = 14.2P/l^2$
Rockwell ve yüzey sertliği için Rockwell	Elmas koni 1/16, 1/8, 1/4, 1/2 inç çaplı çelik küreler			60 kg 100 kg 150 kg 15 kg 30 kg 45 kg	Rockwell Yüzey sertliği için Rockwell
Not: P : Kg, Uzunluk ölçü : mm					

Şekil 4. Sertlik ölçme yöntemleri.

### KIRILMA TOKLUĞU

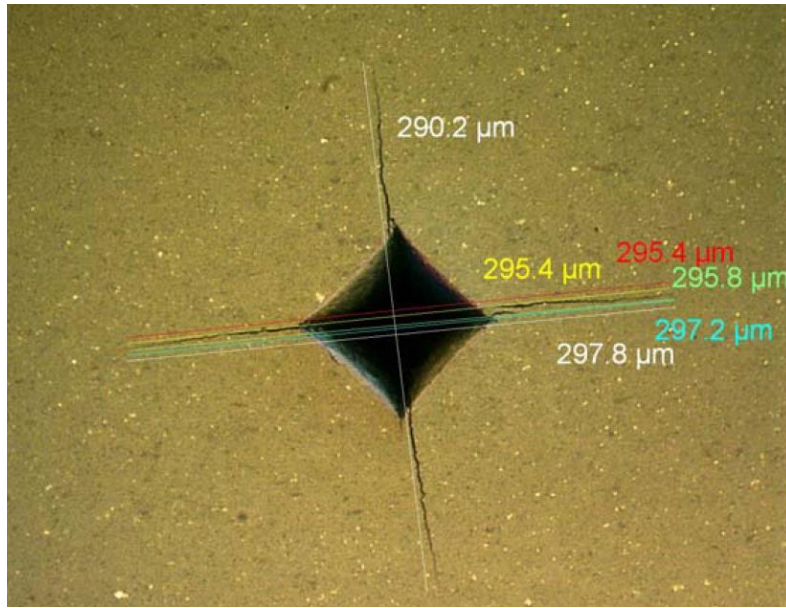
Malzemelerin gerilme altında iki veya daha fazla parçaya ayrılmasına kırılma denir. Malzemedeki malzemeye farklılık gösteren kırılma karakteri genellikle uygulanan gerilmeye, sıcaklığa ve deformasyon hızına bağlıdır. Kırılma başlıca iki safhadan oluşur. Birinci safha çatlak başlangıcı, ikinci safha ise çatlağın ilerlemesidir. Yani kırılma, karakteri ne olursa olsun çatlak başlangıcı ve çatlağın ilerlemesi ile oluşur.

Ani darbelere karşı dayanımı yüksek olan malzeme seçimi için, malzemenin kopmaya karşı olan direnci darbe testi ile ölçülmelidir. Malzemenin ani darbelere karşı dayanımı tokluğu ile yakından ilişkilidir. Tokluk bir malzemeyi kırmak için gerekli enerji miktarı olarak tanımlanabilir. Darbe deneyi süresince malzeme tarafından soğurulan enerji, malzemenin dayanımının ve tokluğunun bir ölçüsü olarak kullanılabilir. Uygulama yerine ve kullanım amacına göre malzemenin maruz kalabileceği darbeler çok farklı şekillerde olabilir. Buna karşın darbeye karşı olan cevap da malzemenin kendisi tarafından belirlenir. Şöyle ki, metal ve metal alaşımlarının darbeye karşı cevabı; elastik uzama ve plastik şekil değiştirme şeklinde meydana gelir ve darbe hasarı, çoğunlukla, çarpma yüzeyinde başladığı anda kolay bir şekilde tespit edilebilir.

Darbe testleri sadece malzemenin ani yüklemeler altında soğurabildiği enerjiyi ölçmek için yapılmaz. Bunun yanı sıra, malzemenin sünek halden gevrek hale geçiş sıcaklığının belirlenmesinde de darbe testlerine başvurulur. Bu tip olaylar, çentik darbe deneyinin metalik malzemelerin mekanik özelliklerini tayin etmedeki önemini açıklamaktadır. Çentik darbe deneyinden elde edilen sonuçlar, o numune için bir karşılaştırma değeridir. Bu sonuçlar, çekme deneyi sonuçları gibi mühendislik hesaplamalarda kullanılmazlar.

Kırılma tokluğu,  $K_{Ic}$ , kırılğan bir malzemedeki çatlak ilerlemesine karşı gösterdiği direncin bir ölçüsüdür. Bu test yöntemi malzeme geliştirme, malzeme karşılaştırması, kalite değerlendirmesi ve elde edilen malzemenin karakterizasyonu için kullanılabilir.

Vickers indent kırığı veya Vickers indent kırılma uzunluğu yöntemi, geleneksel olmayan bir yöntemdir. Daha önceden hasara uğramış numune yerine, cilalanmış bir numune yüzeyinde sertlik yaratmak için bir Vickers indenti kullanır. Vickers indenti uygulandıktan sonra yük altında plastik olarak deforme olmuş bir bölgenin yanı sıra çentiklerden radyal olarak dışa ve aşağıya doğru yayılmış çatlaklarda oluşmaktadır. Çatlaklar, analizlerin çoğunda yarı dairesel medyan çatlaklar olarak kabul edilir. Cilalı yüzeye girinti köşelerinden dışarıya doğru yayılan dört çatlak görülür. Bu çatlakların uzunlukları ölçülür. Kırılma tokluğu, çatlak uzunlukları, girinti yükü, sertlik, elastik modül, girinti diyagonal boyutu ve ampirik sabitleme sabiti temel alınarak hesaplanır. Bu yöntemde, konvansiyonel sertlik ekipmanı kullanıldığı için çok küçük bir test parçası yeterli olup detaylı bir test etme ekipmanı gerektirmemektedir.



Şekil 5. Ölçüm sonrası numune yüzeyi ve çatlak ölçüm çizgileri.

### 3. DENEYİN YAPILIŞI

#### -Numune Hazırlama

Deneyde kullanılacak numuneler uygun boyutlarda kesilir ve numunenin cinsine uygun olarak soğuk veya bakalit kalıba alınır. Yapılacak test için numune yüzey özellikleri tıpkı taramalı elektron mikroskobunda inceleme yapılacakmış gibi pürüzsüz olmalıdır. Bu özelliği kazandırabilmek için numuneler gerekli kaba zımparalama ve parlatma işlemlerine tabi tutulur. Test sırasında mikroskop kullanıldığı için numunenin alt ve üst yüzeylerinin birbirine mükemmel paralellikte olmasına özen gösterilmelidir.

#### -Deneyin Yapılışı

##### Vickers Sertlik Ölçümü

Yukarıda belirtilen aşamalardan geçip hazırlanan numune test cihazında indentörün altına yerleştirilir. İndentör numunenin yüzeyine yaklaşık olarak 120 Kgf ' a kadar yük uygulayabilmektedir. Yük uygulandıktan sonra numune yüzeyinde beliren iz (<0.5 mm) kalibre edilmiş mikroskop vasıtası ile ölçülür ve aşağıdaki formül ile Vickers sertliği hesaplanır.

$$VSD = 1,8544x \frac{F}{d^2} \quad (\text{Eşitlik 3.})$$

##### Kırılma Tokluğu Ölçümü

Sertlik ölçümü gerçekleştirilen numunelerin kırılma tokluğu; çatlak boyu, elastik modülü, uygulanan yük ve sertlik değerleri kullanılarak literatürde bulunan çeşitli bilim adamları tarafından geliştirilmiş formüller ile hesaplanır. Formüller aşağıda Tablo 1.'de gösterilmiştir

**Tablo 1.** Kırılma tokluğunun hesaplanmasında kullanılan eşitlikler.

Eşitlik Adı	Eşitlik	Değişkenler
Marshall and Evans	$K_c = 0.036E^4 P^6 a^{-7} \left(\frac{c}{a}\right)^{-1.5}$	E:Elastik modülü (GPa) P: Uygulanan kuvvet (N) c: çatlak boyu(μm) a: indentör boyutu(μm) c/a: Çatlak boy oranı (μm)
Anstis	$K_c = 0.016 \left(\frac{E}{H}\right)^{0.5} \left(\frac{P}{c^{1.5}}\right)$	E:Elastik modülü (GPa) H: Sertlik (GPa) P: Uygulanan kuvvet (N) c: Çatlak boyu (m)
Niihara	$K_c = 0.0334 \left(\frac{E}{H}\right)^{0.4} \left(\frac{P}{c^{1.5}}\right)$	E:Elastik modülü (GPa) H: Sertlik (GPa) P: Uygulanan kuvvet (kgf) c: çatlak boyu(μm)
Miyoshi	$K_I = 0.018 \left(\frac{E}{HV}\right)^{0.5} \left(\frac{P}{c^{1.5}}\right)$	E:Elastik modülü (GPa) HV: Vickers sertliği (GPa) P: Uygulanan kuvvet (N) c: Çatlak boyu (μm)

## İstenenler

- ✓ Yapılan ölçümler sonucunda elde edilen veriler sertlik ve kırılma tokluğu değerlerinin bulunabilmesi için formüllerde yerlerine koyularak hesaplanacaktır. Kırılma tokluğu hesaplanırken her bir formülde ayrı hesaplamalar yapılacaktır.
- ✓ Elde edilen sonuçların malzeme türlerine göre karşılaştırılacaktır.
- ✓ Seramik malzemelerin diğer malzeme türlerine göre daha sert olmasının nedenini açıklayınız.

## Kaynaklar

- 1) KAYALI, E.S., ENSARİ, C., DİKEÇ, F., 1996, *Metalik Malzemelerin Mekanik Deneyleri*, İTÜ. Kimya-Metalurji Fakültesi, Ofset Atölyesi, İstanbul.
- 2)<http://www.trgemoloji.com/minerallerinozelliklerimineral/tanmlama/minerallerin-fiziksel-ozellikleri/minerallerin-sertlikleri-dereceleri>
- 3)David D. Rethwisch, William D. Callister, Mehmet Demirkol, *Malzeme Bilimi ve Mühendisliği*, Nobel Yayın Dağıtım, 2013.
- 4)Yıldız Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fakültesi Metalurji Ve Malzeme Mühendisliği Bölümü 2015–2016 Bahar Dönemi Malzeme Bilimi Laboratuvarı Deney Föyü.
- 5)Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü Metalik Malzemeler Darbe Deneyi (Charpy) 2016-2017 Güz dönemi Laboratuvar Deney Föyü.
- 6)George D. Q., Fracture Toughness Of Ceramics By The Vickers Indentation Crack Length Method: A Critical Review , Ceramic Engineering and Science Proceedings, Jan. 2006.

## **DENEY: ÇEKME VE BASMA DENEYİ**

*Deney sorumluları: Yrd. Doç. Dr. Şenol AVCI, Arş. Gör. Alican ATAMAN*

### **1. AMAÇ**

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

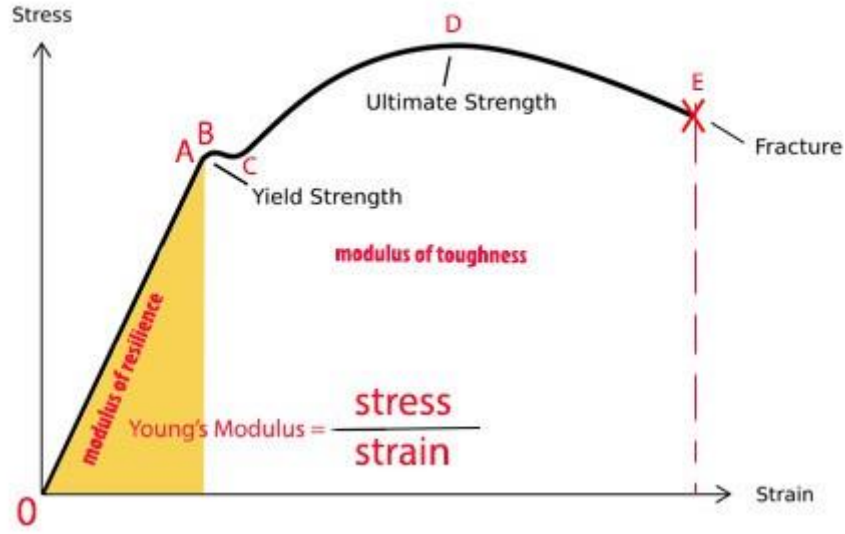
### **2. TEORİK BİLGİ**

**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 malzemedan 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 ( $\sigma_a$ ):** Uygulanan çekme kuvvetinin yaklaşık olarak sabit kalmasına karşın, plastik şekil değiştirmenin önemli ölçüde arttığı ve çekme diyagramının düzgünlük gösterdiği kısma karşı gelen gerilme değeridir (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 ( $\sigma_\zeta$ ):** Bir malzemenin kopuncaya veya kırılıncaya kadar dayanabileceği en yüksek çekme gerilmesi olarak tanımlanır. Bu gerilme, çekme diyagramındaki en yüksek gerilme değeri olup,  $\sigma_\zeta = F_{maks}/A_0$  formülü ile bulunur. Burada  $F_{maks}$  malzemeye uygulanan en yüksek kuvveti,  $A_0$  ise malzemenin ilk kesit alanını gösterir.

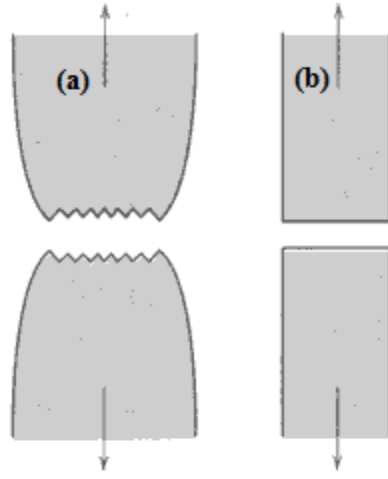
$$\sigma_\zeta = \frac{P_{maks}}{A_0}$$

**Kopma dayanımı ( $\sigma_K$ ):** 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 ( $K_U$ ):** 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 ( $K_B$ ):** 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. 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.

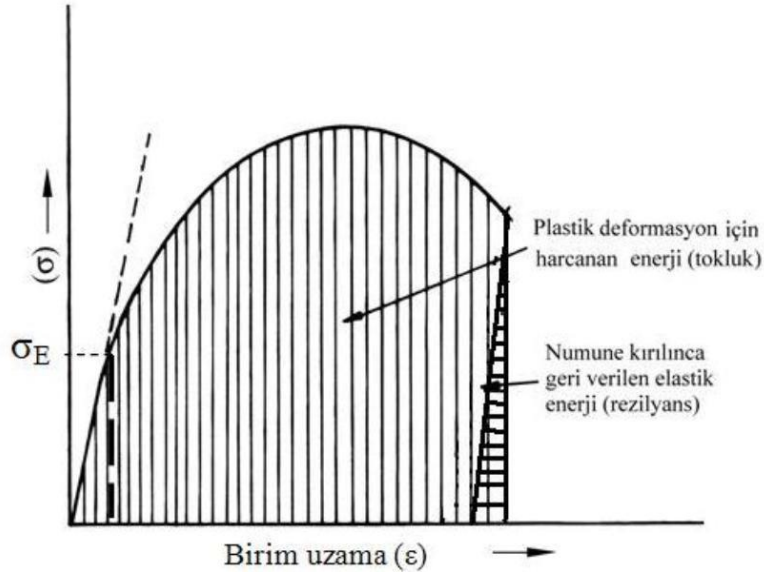
**Rezilyans:** Malzemenin yalnız elastik şekil değiştirmesi için harcanan enerji veya elastik şekil değiştirme sırasında malzemenin depoladığı enerji demektir. Bu enerji, gerilme ( $\sigma$ )-birim uzama ( $\epsilon$ ) eğrisinin elastik kısmının altında kalan alan ( $\frac{\sigma E - \epsilon l}{2}$ ) 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.

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

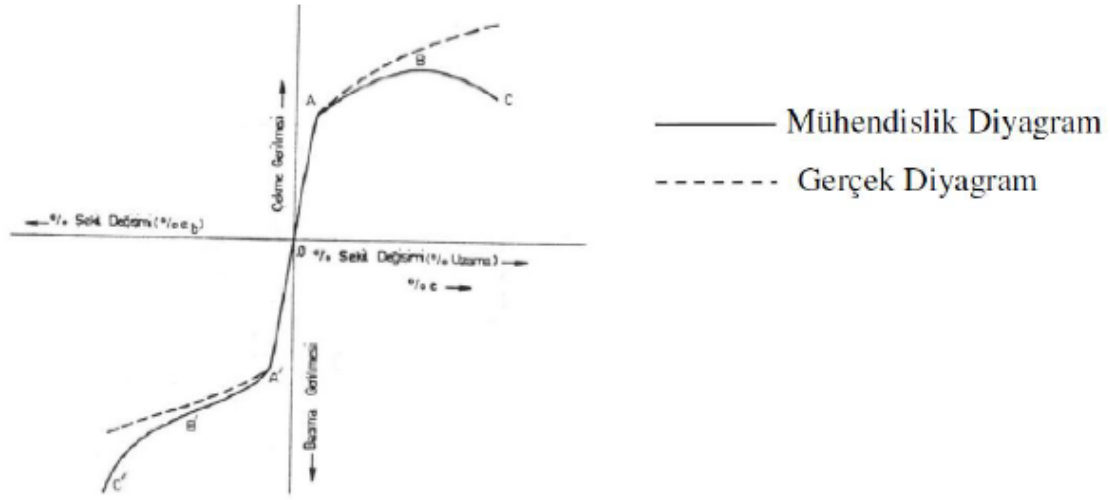




**Şekil 3.** Rezilyans ve tokluk değerlerinin gerilme gerinme grafiğinden elde edilişi.

**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 sünekliliğini ölçmede çok faydalıdır, zira bu malzemelerin sünekliliği 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 gösterilişi

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

**Akma Dayanımı ( $\sigma_a$ ):** 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 ( $\sigma_b$ ):** 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 gerilmede 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  $l_k$  ve  $\Delta l_k = l_k - l_0$  yardımıyla  $K.U. = \% \Delta l_k / l_0 \times 100$  bağıntısı yardımıyla bulunur. Bu değer ne kadar büyükse malzeme o derece sünektir anlamına gelir. Bir malzemede  $\sigma_k$  ve  $\sigma_b$  değerlerini yükselten etkenler çoğunlukla sünekliliği 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: XRD, XRF ve SEM**

*Deney sorumluları: Doç. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ, Arş. Gör. Alican ATAMAN*

**1.DENEYİN AMACI:** Deneyin amacı, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği için son derece önem arz eden karakterizasyon yöntemlerinden XRD, XRF ve SEM'in bilimsel arka planlarını, çalışma prensiplerini, önemli parametrelerini ve kullanım alanlarını öğrenmek, anlamak ve uygulamalarını görmektir.

## **2.TEORİK BİLGİ**

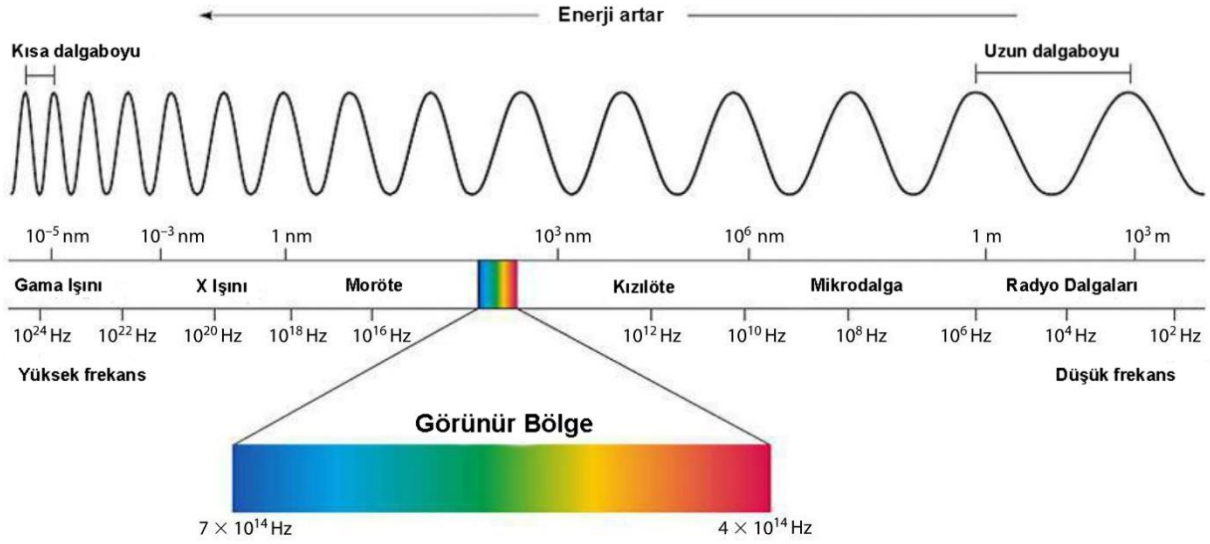
### **X IŞINLARININ TARİHÇESİ**

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 dalgalar**dır (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

radyasyona **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
<ul style="list-style-type: none"> <li>Sürekli spektrum verir.</li> <li>Çizgi spektrum verir.</li> <li>Işık hızı ile yayılır.</li> <li>Doğrular halinde yayılır.</li> <li>Elektrik ve magnetik alandan etkilenmezler.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>İyon</li> <li>Fotoelektron</li> <li>Auger elektronu</li> <li>Geri tepme elektronu</li> <li>Elektron pozitron çifti</li> </ul>
Yapabileceği fiziksel olaylar	X-ışını soğurmasının kalıcı sonuçları
<ul style="list-style-type: none"> <li>Transmisyon</li> <li>Kırılma</li> <li>Yansıma</li> <li>Polarizasyon</li> <li>Koherent saçılma</li> <li>İnkoherent saçılma</li> <li>Fotoelektrik olay</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Radyasyon tahribatı</li> <li>Sıcaklık artması</li> <li>Fotoelektrik iyonizasyon</li> <li>Genetik değişme</li> <li>Hücrenin ölümü</li> </ul>

## X IŞINLARININ OLUŞUMU

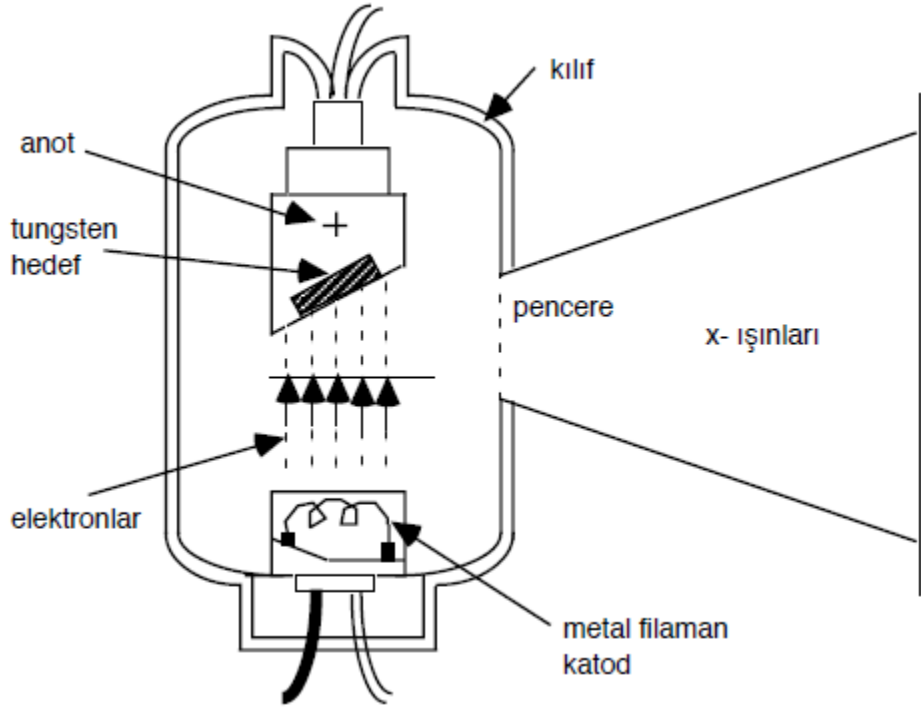
X-ışınları, doğal X-ışınları ve yapay X-ışınları olmak üzere iki şekilde meydana gelir;

**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 nütürleşir. 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 ışını tüpüdür. Tüp yüksek vakumda havası boşaltılmış cam bir kılıftan oluşmuştur. Bir ucunda anot (pozitif elektrot), diğer ucunda katot (negatif elektrot) bulunur ve bunların her ikisi de lehimle sıkıca mühürlenmiştir. 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.

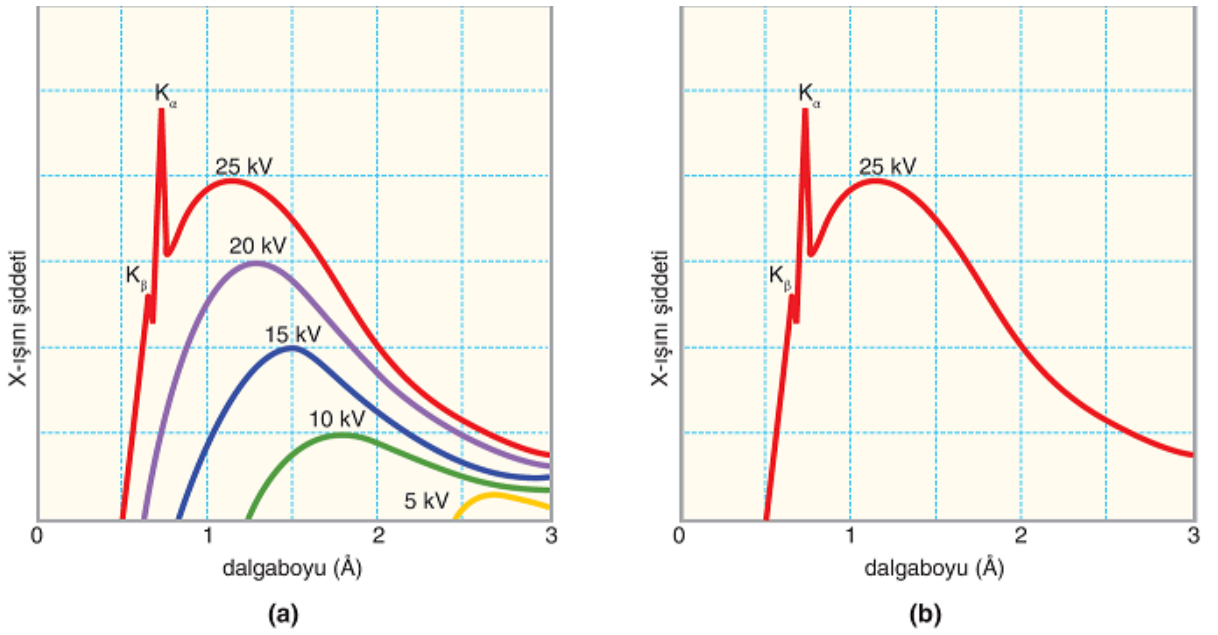
Hareketli bir elektronun kinetik enerjisi vardır. Yüksek hıza sahip bir elektron tungstene çarpınca bir tungsten atomu ile çarpışır. Elektron durdurulana kadar birçok atomla çarpışmak zorunda kalabilir. Elektronun durdurulması sırasında kaybedilen kinetik enerjinin yüzde biri veya daha az kısmı X-ışını 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 çarptırılır. 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 kurşun katmanıyla 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 bozduğunda dışarıya foton yayınlanır. Enerjileri, seviyeleri arasındaki farka eşit olan bu fotonlara karakteristik x-ışınları adı verilir (Şekil 3).



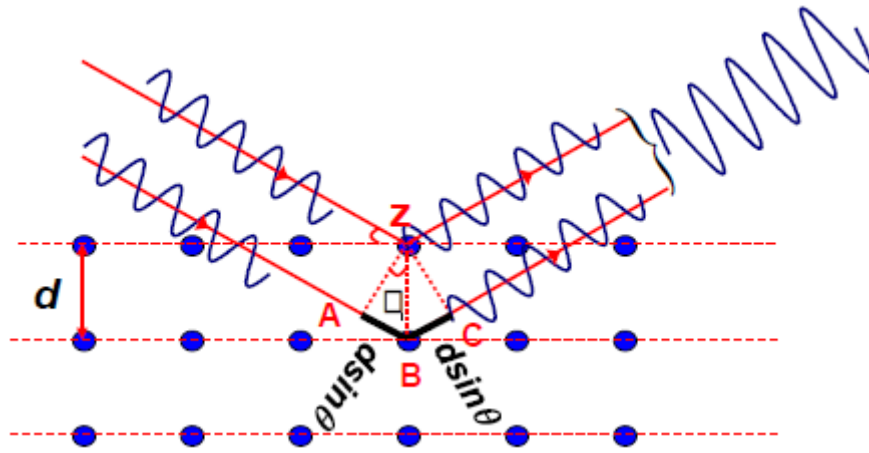
Şekil 3. (a) Sürekli X ışını spektrumu (b) Karakteristik X ışını spektrumu [4].

### 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 kullanılmasını 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 açılıyla 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 şekli aşağıdaki formül ile verilir (Şekil 4)[5].

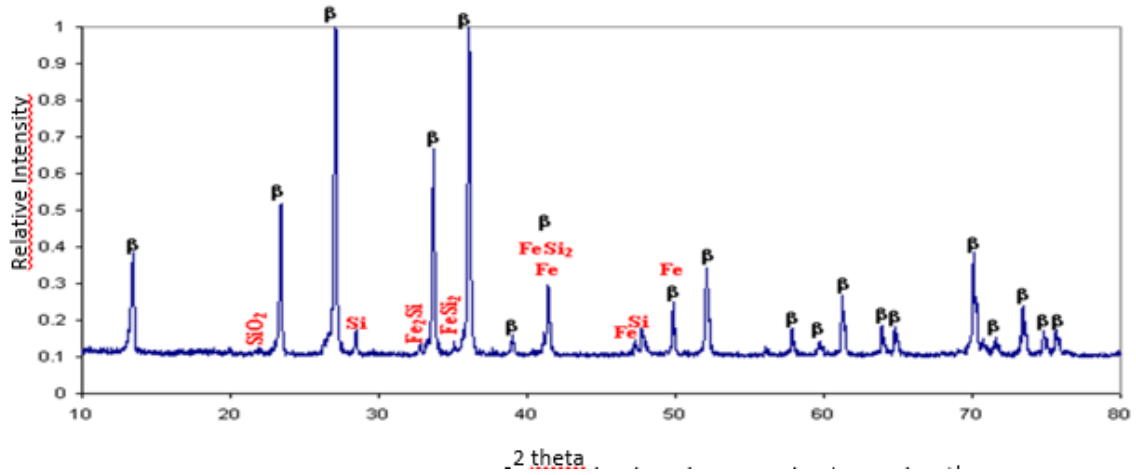
$$n\lambda = 2d\sin\theta$$



**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)**'nin, 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 β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozunun XRD spektrumu verilmiştir. X eksenini 2 teta'yı, y eksenini relative şiddeti göstermektedir.





Şekil 5.  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  tozunun XRD analiz çıktısı ( $\beta$ : $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) [6].

Kristallerde X ışını kırınımı ile sağlanan bilgiler şunlardır:

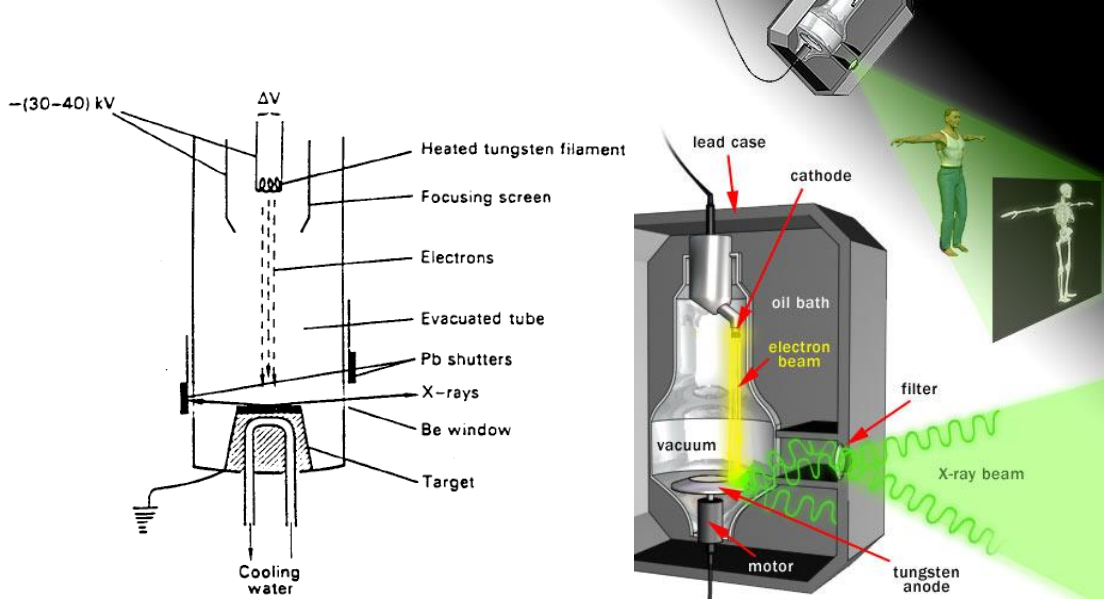
- 1) Kimyasal kompozisyonun belirlenmesi (faz/mineralojik analiz)
- 2) Tane boyutu
- 3) Latis parametresi (Bragg eşitliği kullanılarak, örneğin kübik sistem için  $\sin^2\theta = (\lambda^2/4a)(h^2+k^2+l^2)$ )
- 4) Yapıdaki değişmeler
- 5) Kristal yönelmesinin belirlenmesi
- 6) Atom pozisyonlarının belirlenmesi

DeneySEL olarak ayrıca Bragg Kanunundan iki şekilde faydalanılır:

- 1)  $\lambda$ 'sı bilinen X ışını kullanarak  $\theta$ 'yu ölçüp kristal içerisindeki düzlemlerin d mesafeleri ölçülebilir (XRD).
- 2) d'si bilinen bir kristal kullanılır ve  $\theta$  açısını ölçerek kullanılan ışının  $\lambda$ 'sı tayin edilir (WDX).

XRD ile ilgili belirtilmesi gereken bir diğer önemli husus ise; yapılan analiz en iyi sonucu vermesi için **uygun tane boyutu aralığının 10-50  $\mu\text{m}$**  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)

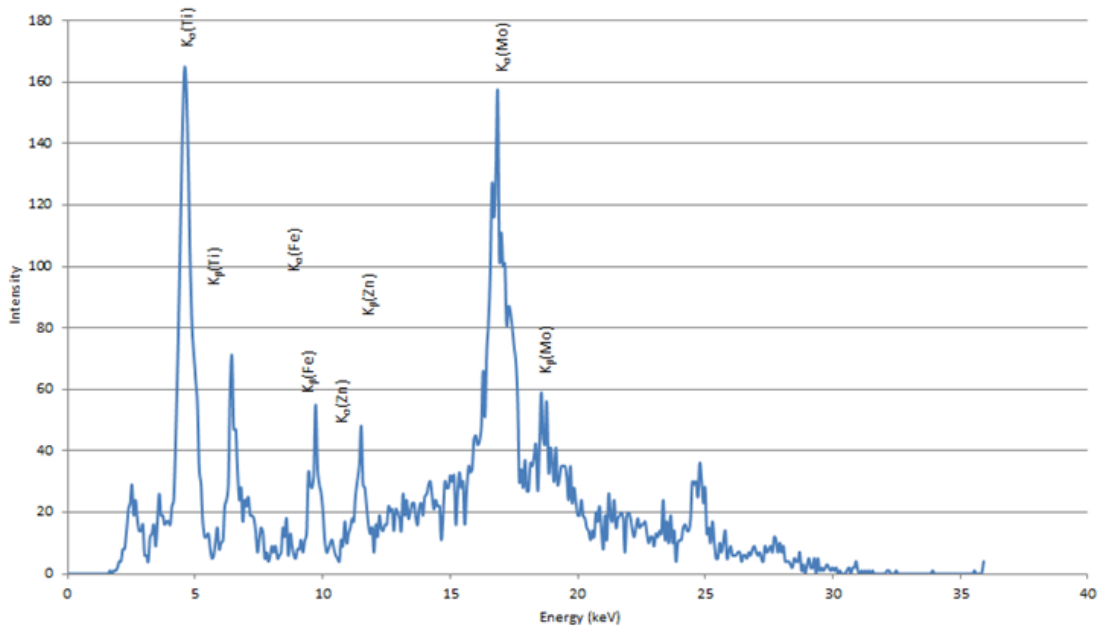
X-ışınları floresans tekniği, genel olarak foton madde etkileşmesi sonucu meydana gelen karakteristik X-ışınları ve saçılma fotonlarının **nicel ve nitel** değerlendirilmesine bağlı olarak uygulanan bir tekniktir. Katı, sıvı, toz durumlarında uygulanabilmektedir. XRF tekniği kimyasal bileşimi belirlemede 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 floresans radyasyonun 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.



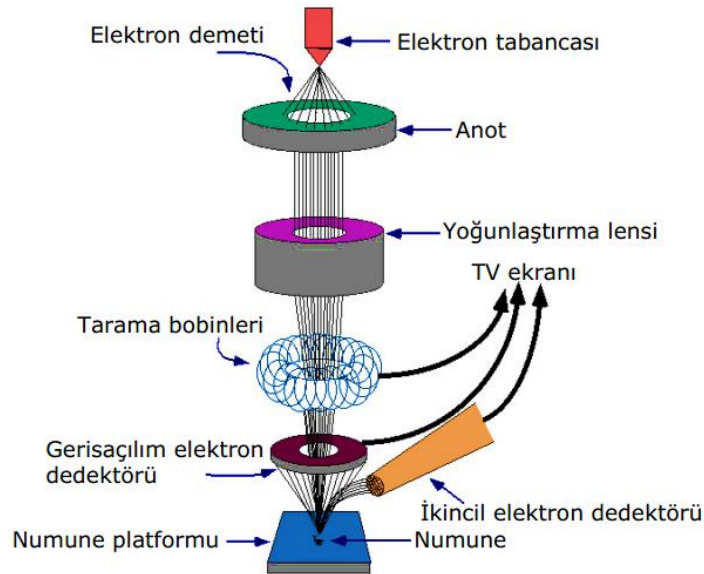
**Şekil 7.** XRF analiz çıktısı [7].

## XRF tekniğinin uygulama alanları

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

## 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 kızıağı, 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 Mikroskopu 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 inceltiren elektron demeti incelenerek analiz yapılır [5].

### **Elektron Demeti ve Numune Etkileşimi**

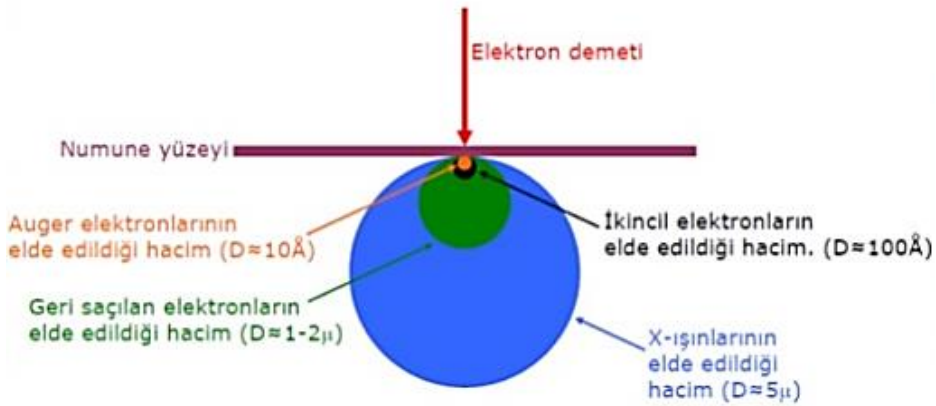
Elektronlar, numune yüzeyinde ya da numune yüzeyine yakın atomlarla etkileşime girerek numune yüzeyinin topografisi, kompozisyonu ve diğer özellikleri hakkında bilgiler içeren sinyaller üretir. **SEM tarafından üretilen sinyaller ikincil elektronları, geri saçılan elektronları, karakteristik x-ışınlarını,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

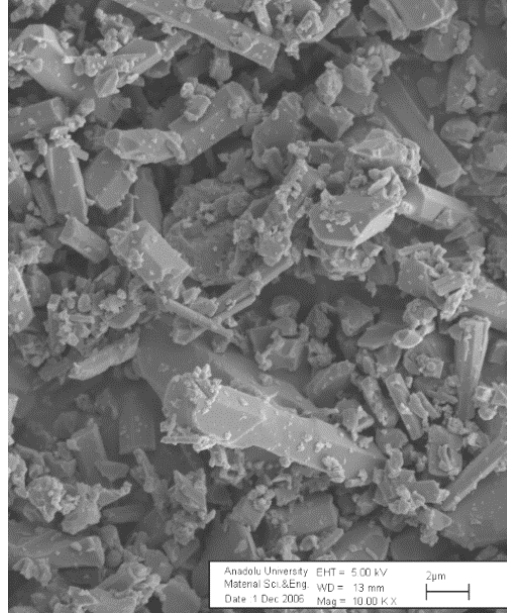
**Geri saçılan elektronlar:** Demetle gelen elektronlar numunedeki atomların elektrostatik alanlarıyla etkileşebilir veya bu atomların yörüngelerindeki elektronlarla çarpışabilirler. Elektrostatik alanla olan etkileşim yön değiştirme şeklinde gerçekleşebilir. Bu durumda **elektron hızında bir değişim 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].

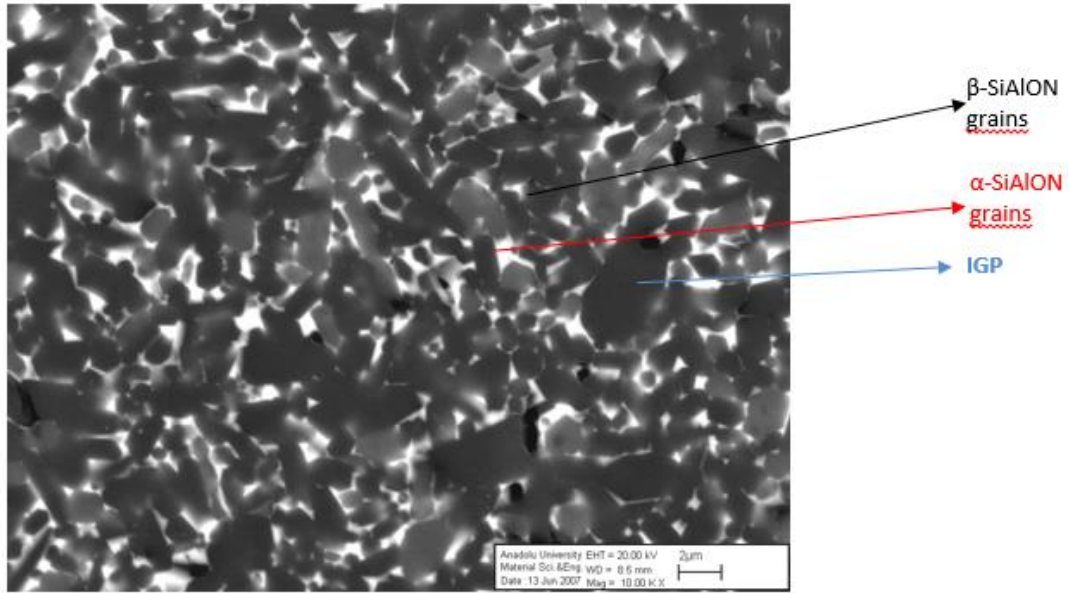
Şekil 9’da elektron demeti ve numune etkileşimi sırasında ortaya çıkan elektronlar ve etkileşim derinlikleri [8]. Şekil 10’da  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozuna ait SEM-SE dedektörü ile alınmış görüntü ve Şekil 11’de SEM-BSE dedektörü ile Y:Sm:Ca takviyeli  $\alpha$ : $\beta$ -SiAlON seramiklerinin mikroyapı görüntüsü verilmiştir. Burada  $\alpha$ -SiAlON taneleri kristal yapılarında ağır metalleri ihtiva ettikleri için daha açık renkte ve  $\beta$ -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.  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  tozunun SEM-SE görüntüsü



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

### Taramalı Elektron Mikroskopunda 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 (LaB<sub>6</sub>)**
- **Field Emission Gun (FEG)**

**Tablo 2.** Elektron tabancaları ve özellikleri [8].

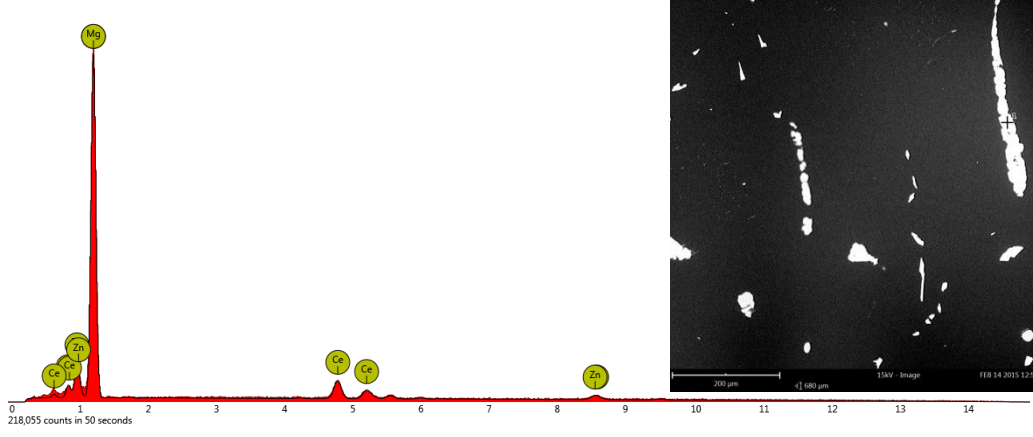
	Birim	W	LaB <sub>6</sub>	FEG
Φ (Eşik enerjisi)	eV	4.5	2.4	4.5
Çalışma sıcaklığı	K	2700	1700	300
Parlaklık	A/m <sup>2</sup>	10 <sup>9</sup>	5x10 <sup>10</sup>	10 <sup>13</sup>
Enerji saçılımı	eV	3	1.5	0.3
Vakum	Pa	10 <sup>-2</sup>	10 <sup>-4</sup>	10 <sup>-8</sup>
Kullanım ömrü	saat	100	500	>1000

### **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].



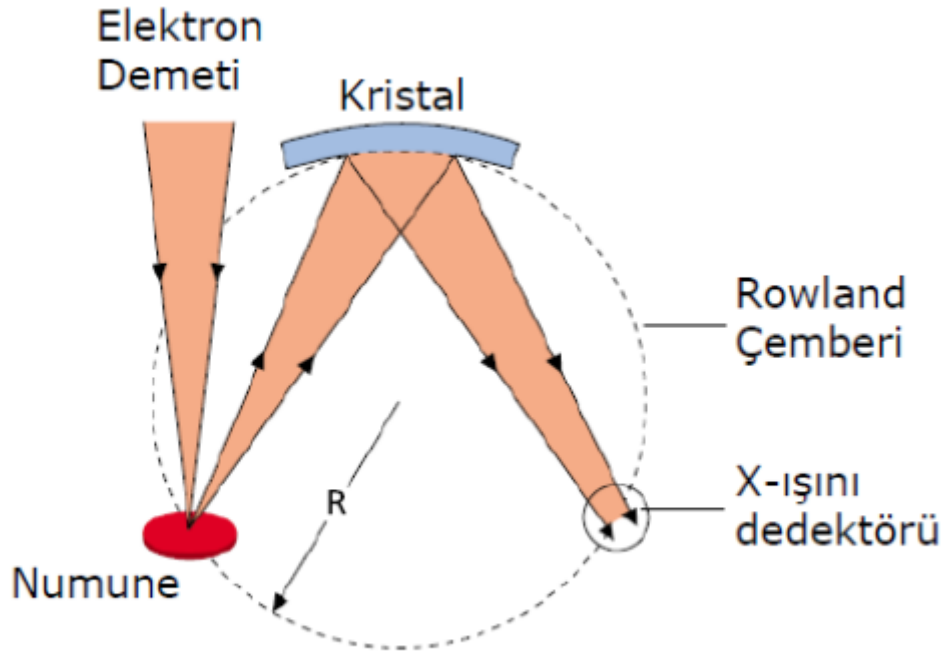


Element Number	Element Symbol	Element Name	Confidence	Concentration	Error
12	Mg	Magnesium	100.0	73.4	0.4
58	Ce	Cerium	100.0	17.2	1.6
30	Zn	Zinc	100.0	9.4	3.5

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

### Dalgaboyu Dağılım Spektroskopisi (WDS)

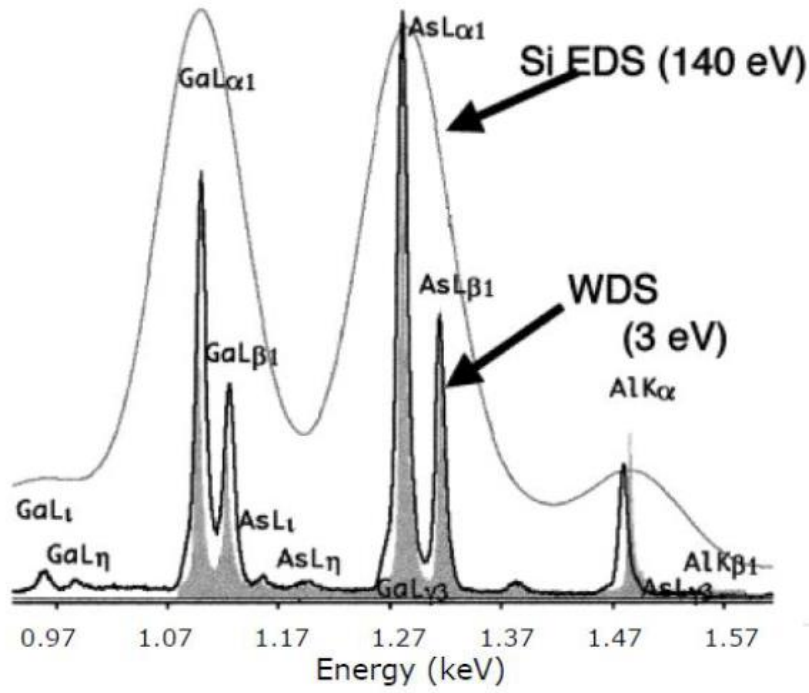
Numunenin, X ışını ile bombardımanı sonrası numunedeki elementler tarafından X ışını üretilir. Üretilen X ışınlarının dalga boyları,  $d$ 'si bilinen bir kristal tarafından Bragg Kanunu'na göre yansıtılması sonucu elde edilir. Kristal değişik açılarla döndürülerek numunede bulunan elementlerin cinsine 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].

## 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-uygulamaları-notları-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  $\alpha$ -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 Ağırlik Tasarrufu (0286.STZ.2013-2 nolu SANTEZ Projesi).
10. <http://muh.bartın.edu.tr/Files/i4jrhcicxae54tnxj5txxyi2016121155529i4jrhcicxae54tnxj5txxyi2016121155529.pdf>

## ***DENEY: HİDROMETALURJİ***

*Deney sorumluları: Yrd. Doç. Dr. Fatih APAYDIN, Arş. Gör. Alican ATAMAN*

### **1.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.

### **2.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.

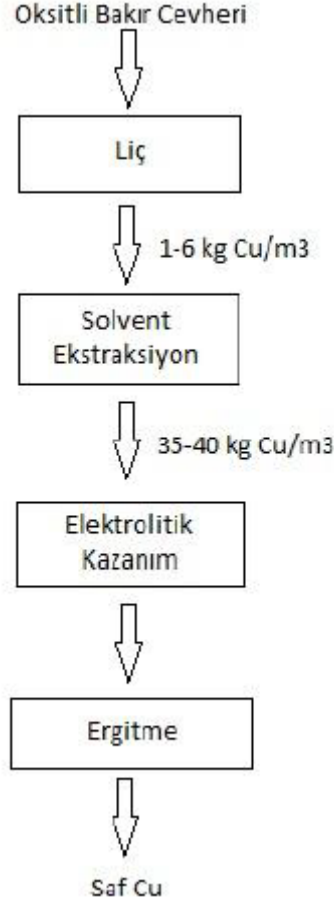
#### **Siyanür Liç Prosesi**

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.

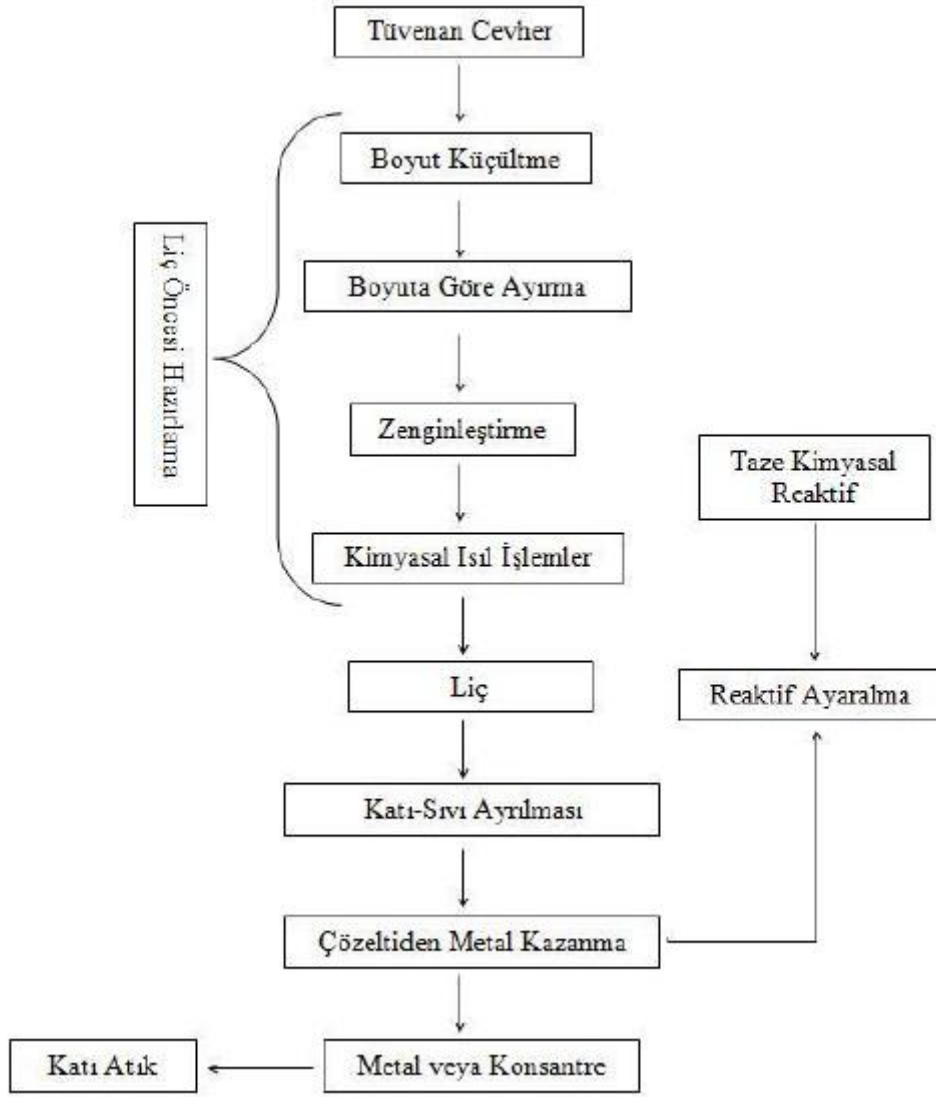
Bu proses, boksitin basınçlı bir reaktör içerisinde, kaynama noktasından yüksek bir değerde sodyum hidroksit çözeltisi ile liçini kapsamaktadır. Liç işlemi sonrası çözünmeyen kısmın uzaklaştırılmasından sonra, çözeltiliye alüminyum hidroksit taneleri (çekirdek) ilave edilir ve böylece alüminyumun çözeltiden 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 çözeltilmeye 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 çözeltilmeye 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
- Çözeltiyeye alınması istenen elemente karşı reaktifin seçici olma özelliği.

Kullanılacak liç yönteminin seçimi, önemli ölçüde cevherin tenörüne bağlı olup, seçilen liç 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.



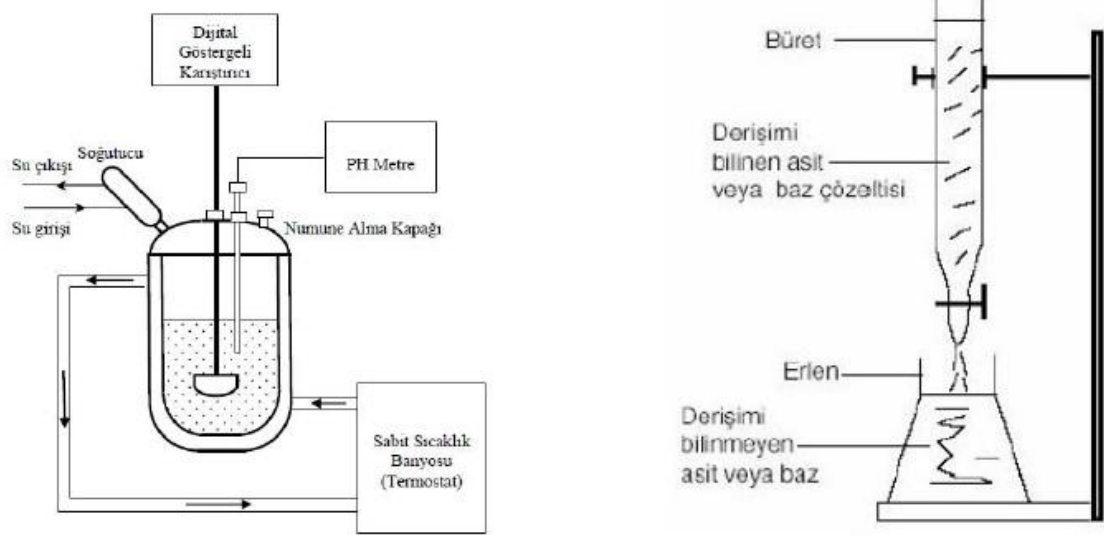
## HİDROMETALURJİNİN DEZAVANTAJLARI

- Liç çözeltilisinden çözünmeyen gang kısmını ayırmada zorluklar bulunmaktadır.
- Ayrıca liç çözeltilisindeki çok küçük miktarlarda olan empüriteler bir metalin elektrodepozisyonuna (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.

## 3.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.



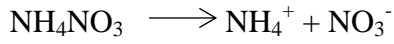
Şekil 3. Liç ve titrasyon düzeneği.

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

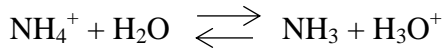
gözlemleyebilmek için) ilave edilir. Oluşan sarı-portakal renkli çözelti, menekşe rengine dönünceye kadar EDTA (etilen diamin tetra asetik asit) çözeltisi ile titre edilir.

### **Liç reaksiyonları:**

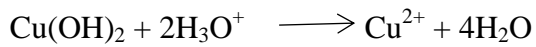
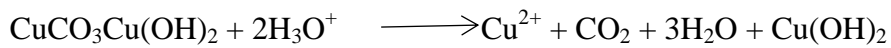
Amonyum nitrat; güçlü bir asit olan nitrik asit (HNO<sub>3</sub>) ve zayıf bir baz olan amonyağın (NH<sub>3</sub>) tuzudur. Zayıf asidik özellikte olan amonyum nitratın (NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>) çözelti ortamındaki iyonlaşma reaksiyonu;



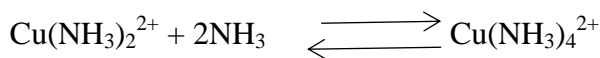
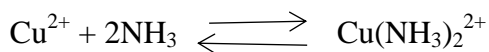
Amonyum iyonunun hidrolizi;



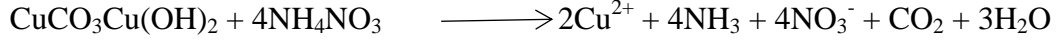
Yukarıdaki hidroliz reaksiyonu sonucunda amonyak ve hidrojen iyonları oluşmaktadır. Reaksiyonda amonyum iyonu malahit cevherinin çözünmesi için gerekli olan hidrojen iyonunu (protonu) meydana getirirken reaksiyon sonucunda açığa çıkan amonyak (NH<sub>3</sub>), çözünen Cu<sup>2+</sup> iyonları ile kararlı 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;



$\text{Cu}^{+2}$  tayininde titrasyon çözeltisinin 1 ml'si 0.6354 mg bakıra karşılık gelmektedir. Buradan çözeltiliye geçen  $\text{Cu}^{+2}$  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.