



T.C.

ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ

MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

MALZEME ÜRETİM LABORATUVARI-I DERSİ

METALOGRAFİ DENEYİ FÖYÜ-1

2020-2021 DÖNEMİ

1. DENEYİN AMACI

Metalografi deneyinde amaç metalik numunelerin metalografik numune hazırlama prosedürlerine uygun olarak hazırlamaktır.

2. TEORİK BİLGİ

Metalografi; mikroskop veya diğer inceleme tekniklerine uygun olarak metalik numune hazırlama ve hazırlanan numunelerin mikro ve makroyapılarının incelenmesini içeren bir bilim dalıdır.

Temel olarak bir metalografik numune hazırlama işlemi 5 ayrı prosedürden oluşmaktadır.

1. Numune kesme
2. Kalıplama
3. Zımparalama
4. Parlatma
5. Dağlama (her malzeme için şart değildir)

NUMUNE KESME

İncelenecek numune parçası optik mikroskopta incelenecek ve metalografik olarak hazırlanabilecek ebatlarda kesme işlemidir.

KALIPLAMA

Numune küçük, karmaşık şekilli, gözenek ya da çatlak içeriyor, kenar düzgünlüğü gerekiyor (kaplama incelenmesi), standart boyut isteniyor ise (otomatik parlatma cihazları) kalıplama işlemi yapılır.

Ayrıca kalıplanmış numune, temizlik kolaylığı ve kodlama işlemi yapılabilmesini sağlar

İki şekilde numune kalıplanabilir;

- Sıcak ve basınç altında kalıplama (bakalite alma)
- Soğuk kalıplama

Sıcak ve basınç altında kalıplama (compression mounting)

Sıcak ve basınç altında kalıplamada toz halinde polimerik esaslı malzeme kullanılır.

Numune yüzeyi kalıp yüzeyi ile temas edecek şekilde yerleştirilir ve üzerine polimerik toz dökülür. Kalıbın ağzı kapatılır ve yük uygulanarak 150-160°C’de pişirilir. Kalıplama parametreleri (sıcaklık, basınç, süre) seçilen polimerik malzemeye göre değişir. Soğuk kalıplamaya göre elde edilen kalıbın sertliği ve kalitesi daha iyidir (özellikle otomatik hazırlamada önemli) Kalıp çapı kesin toleranslar içinde kalır

Kullanılan tozlar:

- Termoset (phenolic, diallyl phthalate ve epoxy) ve
- Termoplastik (acrylic) olmak üzere iki türdür.

Soğuk kalıplama (Cold mounting)

Basınç altında ve sıcak kalıplama sıcaklıklarında özellikleri değişebilen malzemelere uygulanan ve seri numune hazırlanmasına imkan veren bir yöntemdir. Vakum altında kalıplama yapımına uygundur. Her şekilde kalıp hazırlanabilir. Bir defada çok sayıda numune hazırlamak mümkündür ancak kullanılan reçineler sıcak kalıplamadakilerden daha pahalıdır. Soğuk kalıplamada iki sıvı ya da bir sıvı ve bir tozdan oluşan karışım kullanılır. Bunlardan bir tanesi reçine (polimerik esaslı) diğeri ise sertleştiricidir. Reçine ve

katılaştırıcı uygun oranlarda karıştırılmalıdır. Aksi taktirde kalıp sertleşmez. Kullanılan reçineler: epoxy, polyester ve acrylic'dir. Katılma süresi dakikalardan saatlere kadar ulaşabilir. Acrylicte katılma süresi 10 dakika iken epoksida 4-6 saattir.

Kalıplama işlemi sonrası;

- Numune deformasyonsuz ve hasarsız olmalı
- Numunede hiçbir yapısal değişiklik olmamalı
- Uygun bir kenar düzgünlüğü sağlanmalı
- Yaygın dağılayıcılara dirençli olmalı

Bir çok uygulamada, polimer tozuna başka ilaveler de yapılmaktadır (uygulamada, bu ilaveler üretici firmalarca yapılmış haldedir). Bu tür katkıların yapılması şu faydaları sağlar:

- İletkenlik sağlanır (iletken metal tozları ile),
- Bakalitin sertliği artırılır (numune ile aynı hızda aşınması istenir,
- Kenar etkisi (kenarlardaki netlik bozukluğu) azaltılır

Mekanik zımparalama ve parlatma

Numunenin yüzeyinde, kesmekte kullanılan aletin izleri bulunur, ayrıca kesme esnasında numunenin yüzeyi bir miktar deforme olur. Numuneyi orijinal yapı temsil ettiğinden toplam deformasyona uğramış tabakanın kaldırılması gerekmektedir. Bu nedenle numuneler kesildikten ve kalıba alındıktan sonra, mikroskobik inceleme için zımparalama ve parlatma işlemine tabi tutulurlar.

Zımparalama ve parlatma işleminin temel amacı, yüzey pürüzlülüğünü azaltmak suretiyle, ışığı iyi yansıtan bir yüzey elde etmektir.

Zımparalama ve parlatma işlemleri çeşitli kademeleri içerir ve aşındırıcılar yardımı ile yapılır. Her kademede bir evvelki kademede kullanılan aşındırıcılardan daha ince aşındırıcılar kullanılır ve böylece her kademenin numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon miktarı minimum seviyeye indirilir.

Aşındırıcılar;

- Sert olmalı ve kesme özelliğini uzun süre koruyabilmeli,
- Keskin olmalı ve sert malzemeleri koparmak yerine tamamen kesebilmeli

ZIMPARALAMA

- Manuel ya da otomatik olarak sulu ortamda yapılır

Aşındırıcılar;

- SiC (en çok kullanılan), Al₂O₃, B₄C ya da elmadır.

Aşındırıcılar kağıda tutturulmuşlardır (elmas dışında), bunlar disk, plaka ya da bant şeklinde olabilir.

Zımpara kağıtları birim alandaki aşındırıcı partikül sayısına göre numaralandırılmıştır. Partikül boyutu küçüldükçe birim alandaki partikül sayısı artar ve zımparanın no su yükselir.

Zımpara tane numarası	Mikron olarak tane boyutu
80	210
150	105
180	88
240	53
320	37
400	31
600	22
800	15
1200	6,5

150 numaralı zımparalamaya kadar olan zımparalarla yapılan işlem kaba zımparalama, daha ince zımparalarla yapılan işlemler ince zımparalama adını alır.

Zımparalama işlemine testere ile kesimden sonra 80, aşındırıcı disk ile 180, tel erozyon ve düşük hızda elmas ile 320 ya da 400 gritten başlanabilir.

Otomatik cihazlar dışında, el ile zımparalama yapıldığında;

- numunenin her bir zımparanın yüzeyine üniform basmasına,
- yüzeyde sadece o zımparaya ait çiziklerin bulunmasına,
- bu çiziklerin tek bir doğrultuda olmasına,
- numunenin zımparaya tek yönlü olarak sürülmesine,
- işlemin akan su altında yapılmasına,
- zımpara değiştirirken numunenin, ellerin ve zımparanın iyice yıkanarak bir sonraki adıma kaba zımpara tozunun taşınmamasına ve
- sonraki zımparanın 90° dik doğrultuda uygulanmasına dikkat edilmelidir.

Zımparalama sırasında, numunenin uzun süre ıslak bırakılmasından kaçınılmalıdır.

Zımparalama süresi

Belirli bir zımparadaki zımparalama süresi, bir evvelki zımparalama esnasında meydana gelen çizikleri tamamen yok edinceye kadar geçen süredir. Zımparalama esnasında numune yüzeyinde oluşan çizikler ve deformasyon tabakası bir sonraki zımparalama ile ortadan kalkar.

Basınç

- Homojen olarak dağıtılmalıdır
- Düşük basınçlar kesme işlemi yapılmasına engeldir, yüksek basınçlar ise aşındırıcının malzeme yüzeyine gömülmesine ve oyuklanmalara neden olabilir.

Hız

Çoğunlukla 300 ya da 600 devir/dakika

Ancak basma kuvveti ve makinanın dönüş hızı kademe kademe azaltılır

PARLATMA

Zımparalama işleminden sonra zımpara çizgilerini yok ederek düz, mümkün olduğu kadar çizik bulunmayan, iyi yansıtıcı olan bir yüzey elde etmek amacı ile yapılır.

Parlatma, zımparalanmış yüzeyin bir döner disk üzerindeki kumaş üzerine uygulanan aşındırıcı partiküller vasıtası ile aşındırılarak yapılır. Sürtünmeyi azaltmak için yağlayıcı da kullanılır.

Aşındırıcı partikül boyutuna göre iki gruba ayrılır

Kaba parlatma; aşındırıcı partikül boyutu 15-3 mikron ve

İnce parlatma; aşındırıcı partikül boyutu 1 mikron ve aşağısı

Kullanılan aşındırıcılar

Alumina (Al_2O_3), elmas daha az olarak krom oksit (Cr_2O_3), magnezyum oksit (MgO), demir oksit (Fe_2O_3), seryum oksit (CeO). Yumuşak malzemelerin son parlatma kademesine koloidal silika (SiO_2) önemli yer tutar

- Alumina pasta, solusyon veya toz halinde bulunurken elmas sprej, solusyon veya pasta halinde, diğerleri genellikle pasta şeklinde bulunur. Elmas kullanılması halinde yağ esaslı yağlayıcılar, alumina ve diğer aşındırıcılar kullanılması halinde ise su türü yağlayıcılar kullanılır.
- Kaba parlatma adımı alumina ve elmas çok kullanılan aşındırıcılardır. Elmas, alumina, koloidal silika, magnezyum oksit, demir oksit, krom oksit, seryum oksit ise son ya da ince parlatma adımı kullanılır.

(Magnezyum oksit alüminyum ve magnezyum alaşımları, demir oksit ve krom oksit çelik ve dökme demirin, seryum oksit ise ergime sıcaklığı düşük yumuşak metal ve malzemelerin parlatılmasında kullanılır)

Aşındırıcılar, genellikle pirinçten mamul diskler üzerine yapıştırılmış veya tutturulmuş özel parlatma kumaşları üzerine tatbik edilir. Parlatma sırasında numune ile aşındırıcı (kumaş) arasında sürtünmeden ileri gelebilecek ısınmayı engellemek için su, yağ gibi yağlayıcılar kullanılır.

Parlatma kumaşı numuneye karşı aşındırıcıyı tutabilmelidir, tüylü (nap) ya da tüysüz (napless) kumaşlar kullanılır.

Kaba parlatma kademesinde yüksek kesme hızı, maksimum aşındırıcı teması ve düşük rölyef için çadır bezi, naylon ve ipek gibi tüysüz ya da kısa tüylü kumaşlar tercih edilir.

- Numuneyi tutarken hareket ettirmenin bazı yararları vardır. Numune diskin dönme yönüne ters yönde hareket ettirilmeli ayrıca diskin merkezinden dışa doğru ileri-geri gezdirilmelidir. Bu şekilde;
 - aşındırıcının disk yüzeyine homojen bir şekilde dağılımı ile parlatma kumaşının homojen yıpranması sağlanır,
 - özellikle kalıntı, porozite ve ince çökelti fazı içeren numunelerde görülen ve yönlenmiş parlatmadan kaynaklanan "kuyruklu yıldız" görünümü engellenir

Başarılı parlatma işleminden sonra numunenin yüzeyi ayna gibi görünür. Parlatma işlemi sonunda yüzey deterjanlı su ile yıkanır, alkolle temizlenir ve hava püskürtülerek kurutulur.

Elektrolitik parlatma

Özellikle bakır, alüminyum, östenitik paslanmaz çelik gibi tek fazlı ve yumuşak malzemelerin mekanik olarak parlatılmasında birçok güçlük karşılaşılmaktadır. Bunların başlıcaları; çabuk çizilme ve aşırı yük tatbiki nedeniyle belirgin yüzey deformasyonudur. Bu tür malzemelerin parlatılmasında elektrolitik parlatma daha uygun bir yöntemdir.

Özel elektrolitik parlatma cihazlarında belirli akım ve voltajda belirli kimyasal çözeltiler içinde yapılan elektrolitik parlatma işlemi sonucunda son derece düzgün-temiz bir yüzey elde edilir.

Elektrolitik parlatmada iki elektrotlu (anot ve katot), bir sıvı elektrolit içeren elektrolitik reaksiyon hücresi kullanılır

Elektrotlar hücre içinde reaksiyon oluşumuna neden olacak bir dış güç kaynağına bağlıdır. Ve hücre içerisinde reaksiyon oluşumu için voltaj uygulanır. Bir elektrottan diğerine akım geçirildiği zaman elektrolit içinden metalik iyonlar bir elektrottan (anot) diğerine (katot) hareket eder.

- Katot, kullanılan elektrolite karşı inert davranan bir metalden yapılmalıdır. Genellikle paslanmaz çelik kullanılır.
- Elektroparlatmadan önce numune 600 No'lu zımparaya kadar zımparalanmalıdır. Berilyum ve lityum gibi bazı malzemeleri parlatmak da gerekebilir.
- Parlatılacak numune (anot) elektrolitten kolay alınabilecek konumda olmalıdır. Numuneye elektrik iletimi basit olmalı ve kolaylıkla kesilebilmelidir. (Parlatmadan hemen sonra alınıp yıkanması için)
- Bu yöntemde parlatma mekanizması anodik çözünmedir. Numune yüzeyindeki pürüzlerin ortadan kalkması çıkıntılarının tercihli çözünmesi ile olur ve çıkıntılar arasındaki çukurlar bu anodik çözünmeden korunurlar. Çünkü bu kısımlardaki çözünme hızı, çıkıntılı kısımlara kıyasla daha azdır.

Elektrolitik dağlama;

- Bir çok malzemeye elektrolitik parlatma işleminin ardından aynı elektrolit kullanılarak dağlama işlemi de gerçekleştirilebilir. Ancak bazı malzemelerin dağlanması için parlatmada kullanılan elektrolitten farklı bileşime sahip elektrolitler gerekebilir.
- Dağlama işlemi sırasında kullanılan voltaj parlatma için gereken voltajdan daha düşük voltajda, onda biri değerindedir
- Elektrolitik parlatma ve dağlama işlem süresi çok kısadır, birkaç dakika hatta saniyeler mertebesinde gerçekleştirilebilir.
- Ancak; çok fazla malzemelerde tercihli çözünme oluşabilir.

Parlatma işlemi sonucunda elde edilen yüzey bazı malzeme parametrelerinin incelenmesi açısından uygundur. Bunlar;

- Dökme demirlerin türünün belirlenmesi ve grafit yoğunluğu sınıflandırılması
- Çatlak incelemeleri
- Porozite incelemeleri
- Metalik olmayan inklüzyonlar (MnS, FeS, Al₂O₃ gibi)
- Bazı kaplamaların incelenmesi
- Polarize ışık aydınlatmasında bazı anizotrop metaller

Fakat parlatılmış yüzeyler ışığı eşit miktarda yansıttığından yapının detayları gözlenemez; bunu sağlamak için yapıda kontrast oluşturmak gerekir; bunun için dağlama yapılır.

DAĞLAMA

Numune yüzeyinde kontrast oluşturulmasıdır

Dağlama ile;

- Tane ve tane boyutu
- Faz ve fazların dağılımı
- Deformasyon
- Segregasyon

- Yüzey işlem ve derinlikleri (sementasyon, nitrasyon, dekarbürizasyon gibi)
- Kaplama tabakaları gibi mikroyapı ayrıntıları ortaya çıkarılır

Dağlama fiziksel ya da kimyasal olabilir

- Fiziksel dağlama; ısı veya voltaj uygulanması ile gerçekleştirilir
- Kimyasal dağlama; en çok uygulanan yöntemdir, parlatılmış yüzeylerin uygun bir kimyasal çözelti ile muamele edilmesidir (dağlama)

Kimyasal dağlama malzemelere ve incelenecek parametrelere göre değişen çok sayıda kimyasal çözelti (dağlayıcı, reaktif ayıraç) ile yapılır. Bir tek tür malzemenin dağlanması için dahi çok sayıda çözelti mevcuttur. Teknik eleman, malzeme ve kimya bilgisini kullanarak yeni çözeltiler de hazırlayabilir.

Dağlama çözeltileri

- Çözücü→ su, alkol, gliserin, glikol veya bunların karışımı
- Çözünen→ organik (oksalik, asetik, laktik ve sitrik asit gibi) ve inorganik asitler (hidroklorik, nitrik, sülfürik asit gibi) ile çeşitli alkali ürünlerdir.

Bazı çok kullanılan dağlama çözeltileri

Alaşım	Dağlama Çözeltisi
Çelik ve dökme demir	Nital (1-10 ml HNO_3 +90-99 ml metanol veya etanol)
Saf Ag ve alaşımları	1-5 gr CrO_3 +100 ml HCl
Ag-Cu alaşımları	25 ml NH_4OH +25 ml Su+50 H_2O_2
Cr ve alaşımları	Altın suyu (20 ml HNO_3 +60 ml HCl)
Cr ve alaşımları	Murakami (10 gr $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ +10 gr KOH+100 ml Su)

Dağlama işlemi çeşitli şekillerde gerçekleştirilebilir:

➤ Daldırma

Numune, bir paslanmaz maşa yardımı ile çözeltiye daldırılır ve tavsiye edilen süre kadar (numune yüzeyini gözle dikkatle takip ediniz) beklenir; çıkarılır, su ile yıkanır, alkollenir, kurutulur. Bu usulün uygulanabilmesi için, kalıplama malzemesinin çözeltiden etkilenmemesi özellikle gereklidir.

➤ Sürme

Çözeltiye daldırılan pamuk parlatılmış yüzeye bastırılmadan sürülür ve yüzeydeki renk değişimi izlenir. Yüzeyin matlaşması dağlamanın tam olduğuna işaret eder. İşlem sonunda, numune su ile yıkanır, alkollenir, kurutulur.

➤ Damlatma

Bazı hallerde ise, bir iki damla çözelti numune yüzeyine damlatılır ve yüzeyin gelişimi izlenir; numune yıkanır, alkollenir, kurutulur.

Numune yüzeyine hiçbir şekilde el veya başka bir maddenin temasına izin verilmemelidir.

Dağlama çözeltilerinin taze olarak kullanılması tavsiye edilir.

Dağlama çözeltisinin numunenin mikroyapısının detaylarını ortaya koyabilmesi;

- tek fazlı malzemelerde tane sınırlarının tane içerisine nazaran aktif davranmasının

- çok fazlı malzemelerde fazlar arasındaki elektronegativite farkının (fazların o çözeltideki korozyon hızlarının farklı olmasının) sonucudur.

Aşırı dağlama numunenin dağlayıcı ya da reaktif içerisinde gereğinden fazla bekletilmesi sonucunda katodik fazın anodik faz karakterinde davranması sonucu oluşur. Bu durumda yeniden parlatma bazen de ince zımpara kademesi gerekebilir.

Yönlenmiş tane parlaklığı tek fazlı yapılarda, aynı kimyasal yapıları tanelerin nispeten farklı renklerde görülmesi (ton farkı) sebebi ise, her tanedeki atomların farklı doğrultularda dizilmiş olmalarıdır (yönlenme farkı).

3. DENEYDE KULLANILACAKLAR

- Metalik numune
- Numune kesme cihazı
- Kalıba alma ekipmanı
- Zımparalama ve parlatma cihazı
- Zımparalama ve Parlatma ekipmanları
- Dağlayıcı çözelti

4. DENEYİN YAPILIŞI

İncelenecek olan metalik malzeme kesme cihazı ile kesilerek, sıcak veya soğuk olarak bakalite alınır. Daha sonra sırayla zımparalama ve parlatma işlemine tabi tutulduktan sonra dağlama işlemi uygulanarak metalografik numune hazırlama işlemi tamamlanır. (Deneysel uygulamalar video ve resimler yardımı ile gösterilecektir.)

5. KAYNAKLAR

1. George F. Vander Voort, ASM Handbook: Volume 9: Metallography And Microstructures (ASM Handbook) (ASM Handbook), Hardcover, (2004), ISBN: 978-0-87170-706-2
2. Mediha İpek Metalografi Dersi Notları ve Sunumları, Sakarya Üniversitesi.
3. Ş. Karagöz, Ş. Polat, Malzeme Karakterizasyonu ders notu (Yayın no. 109), Kocaeli Üniversitesi.