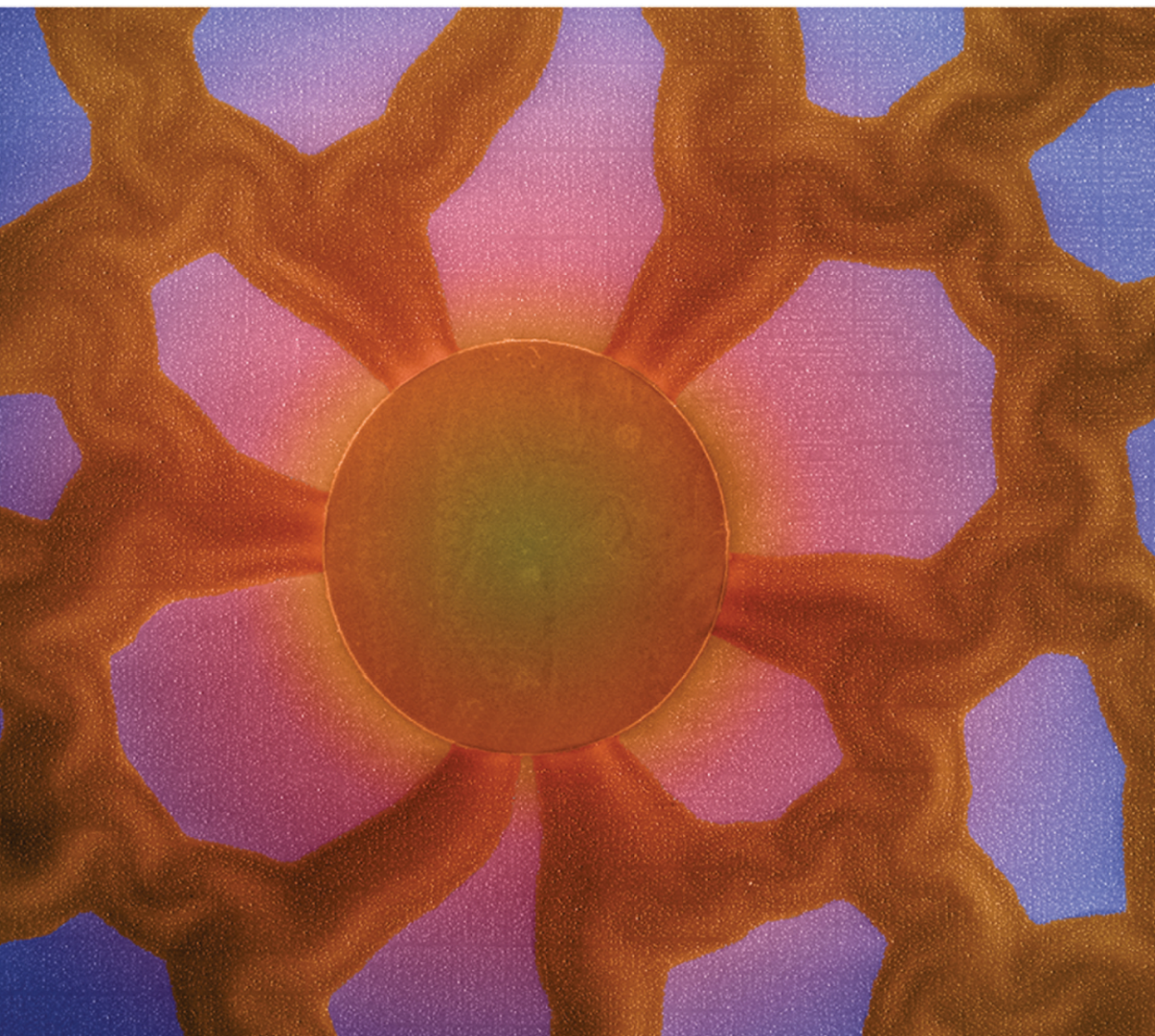
METALOGRAFİ ve UYGULAMALARI

Prof. Dr. Mehmet TÜRKER



Kapak Resmi: Nanolithografi ile sentezlenen grafen/SiO_2'nin yanal heteroyapının SEM fotografı.

Yüksek frekans dikey tünelleme cihazlari için grafen/n-type SiC dikey heteroyapısı. Grafen/n-type SiC cihazının kısa devresini engellemek amacıyla cihazın aktif bölgesinin dışına 50 nm kalınlığındaSiO_2 elektron-ışın buharlaştırma ile çökeltilmiştir. Fakat yüksek SiO_2 çökelme oranı sebebiyle (2A/sec) SiO_2 katmanı üzerindeki stresi dalgalanma ve kırışıklanma yaparak atabilmiştir. SiO_2 katmanının kırışıklığı çökelme hızı 2A/saniyeden 0.5A/saniyeye düşürülerek çözülmüştür.

"Güneşi kim sever ?" isimli bu mikro yapı resmi doktora öğrencisi **Furkan Türker** tarafından 2023 yılında *The Pennsylvania State University, Material Science and Engineering Department* tarafından halk oylamasına açık olarak yapılan *"Malzemede Görsellik"* yarışmasında (Materials visualization contest) 26 mikroyapı resmi arasında **birincilik ödülü almıştır.**

METALOGRAFİ
ve
UYGULAMALARI

Prof. Dr. Mehmet TÜRKER
Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi,
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

ANKARA – 2024

Yazarın kendi yayınıdır. 2024 (e-kitap)

Kaynak gösterilmeksizin, alıntı yapılamaz.
İzin alınmaksızın kopyalanamaz, çoğaltılamaz.

ISBN 978-625-00-1806-4

Temin ve görüşleriniz için
e-mail: mturker1961@gmail.com
mturker@gazi.edu.tr

UYUM AJANS / ANKARA
Necatibey Cad. 88/11 Kızılay/ANKARA
e-mail: uyumajans@gmail.com

Bu kitabı çocuklarım
Ahmet Safa ve Nagihan,
Furkan ve Yağmur Cansu ile
kıymetli eşim İnci'ye
ithaf ediyorum

ÖNSÖZ

Metalografi bir asrı aşkın bir süredir malzeme özelliklerinin belirlenmesi ve yapılar ile özellikleri arasında ilişki kurulmasına yardım eden bir bilim dalıdır. Bu süre zarfında çok gelişmiş cihazlar ve yeni teknikler ortaya konulmuş ve konulmaya da devam edilmektedir. Bilindiği gibi kullanım alanına uygun malzeme seçimi için sadece malzemenin mekanik özelliklerinin bilinmesi yeterli olmayıp, mikro yapısının da detaylı olarak bilinmesi gereklidir. Bu veriler malzeme imalatçısı ve araştırmacılar için önemli olup, bunlara ancak metalografik teknikler kullanılarak ulaşılması mümkün olmaktadır.

Metalografinin genel olarak eğitimde kullanım amacı; tane yapılarını tanımanın yanı sıra faz, tane ve kalıntıların şekil ve büyüklüğü ile ikinci fazların dağılımları hakkında bilgi sahibi olup, gerektiğinde bunların metalografik yoldan ölçümlerinin yapılarak tespitine yardımcı olacak yapılar ile özellikler arasında ilişki kurmaktır. Bunlara ilave olarak, kırık yüzeylerden yararlanarak yapı ve özellikler arasında ilişki kurmak suretiyle malzeme dayanımı ile özelliklerinin iyileştirilmesine yönelik çalışmalar yapmaktır.

Bu kitapta metalografik teknikler genel olarak anlatılmış olup, metal ve alaşımlarının özellikleri ile makro ve mikro yapılarla ilgili detaylı örnekler verilmiştir. Ayrıca metalografik numunelerin hazırlanması ve bu aşamada karşılaşılan problemler ele alınmıştır. Aynı zamanda deformasyon ve ısıl işlemlerin malzeme yapılarında meydana getirdiği değişikliklerle ilgili bilgi verilmiş, bunlar uygun mikroyapılarla desteklenmiştir. Kitapta ağırlıklı olarak makro ve mikro yapılar ile optik mikroskop ve nicel metalografi konuları ele alınmıştır. Demir, dökme demir, alüminyum, bakır, pirinç, bronz, titanyum, magnezyum, toz metal malzemeler, süper alaşımlar, kompozit malzemeler, kaynaklı yapılar, kaynak hataları ile kırık yüzey görüntüleri, gözenekli yapılar ve nano fazlı malzemeler ile ilgili örnekler verilmiştir.

Mikro yapılarla ilgili örneklerde optik mikroskop yapılarının yanı sıra, zaman zaman elektron mikroskop ile elde edilen yapılar da ele alınmış ve yorumlar yapılmıştır. Kitabın sonunda verilen EK 1'de oldukça geniş makro ve mikro dağlama listesi yer almaktadır. Kitap ağırlıklı olarak üniversitelerde okutulmakta olan *Metalografi* ve *Malzeme Karakterizasyonu* derslerinin müfredatlarına uygun olarak hazırlanmış olup, ayrıca üretim alanında çalışmakta olan mühendislerimiz için el kitabı olarak da kullanılabilecek bilgileri içermektedir.

Prof. Dr. Mehmet Türker
2024 - Ankara

TEŞEKKÜR

Bu kitabın ortaya çıkarılmasında gerek teorik olarak, gerek mikro yapı desteği şeklinde katkı sağlayan aşağıda isimleri verilen meslektaşlarıma teşekkür etmek istiyorum.

Volkan Kılıçlı, *Gazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Yusuf Özçatalbaş, *Gazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Süleyman Gündüz, *Karabük Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Ramazan Kaçar, *Karabük Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Mustafa Boz, *Gazi Üniversitesi, İmalat Müh. Bölümü,*
Bilge Demir, *Karabük Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Mustafa Aydın, *Manisa Celal Bayar Üniv., Turgutlu Tekn. Fak., Mak. Müh. Bölümü,*
Mustafa Acarer, *Selçuk Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Furkan Türker, *Pennsylvannia State University, Material Sci. and Eng. Department,*
Şükrü Talaş, *Afyon Kocatepe Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Ertan Evin, *Malatya Turgut Özal Üniversitesi, Otomotiv Teknolojisi Programı,*
Ahmet Durgutlu, *Gazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Halil Arık, *Gazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Hakan Ateş, *Gazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Ferhat Gül, *Gazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Hanefi Çinici, *Gazi Üniversitesi, Metalurji ve MalzemMüh. Bölümü,*
İbrahim Çiftçi, *Çankırı Karaketekin Üniversitesi, Makine Müh. Bölümü,*
Kadir Kocatepe, *Gazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh.i Bölümü,*
Hasan Hasırcı, *Gazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Neşet Akar, *Gazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Kamil Kunt Tüzünalp, *Gazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü,*
Efe Mert Tokgöz, *Gazi Üniversitesi, Makina Resim Böl. (Teknik çizim desteği),*
Abdülkerim Ercil'e *Buehler temsilcisi.*

Ayrıca bu kitabın grafik tasarım aşamalarında katkı sağlayan Uyum Ajans mensupları Mehmet Ali Şenol ve Seher Şengül'e de teşekkür ediyorum.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ ..... **V**
TEŞEKKÜR ..... **VII**

GİRİŞ **1**

BÖLÜM 1 MAKRO İNCELEME **3**
MAKRO DAĞLAMA 5
Makro Dağlama Uygulamaları 6
Asitli Çözeltilerle Makro Dağlama 6
Makro Dağlayıcılarda Aranması Gereken Özellikler 9
Makro Dağlama İle Metal ve Alaşımlarında Elde Edilen Görüntüler 12
MAKRO DAĞLAMA İLE BELİRLENEN ÖZELLİKLERİN SINIFLANDIRILMASI 14
Dökümde Oluşan Makroskobik Gözlemler 14
Hadde İngotlarda Makroskobik Gözlemler 20
MAKRO DAĞLAMA UYGULAMA ALANLARI 23
Katılaşma Yapılarının İncelenmesi 23
Katılaşma Yapıları 26
MAKRO İNCELEME YÖNTEMİYLE TESPİT EDİLEN DEFORMASYON MODELLERİ 29
Mekanik Fiberleşme 29
Akma Çizgileri 30
Gerinim İzleri 31
Kayma Bantı 32
Lüders Bantları 32
Tane Boyutu 33
KAYNAK BÖLGESİ 35
Kaynak Bölgelerinin İncelenmesi 35
Kaynak Metali 35
Isı Tesiri Altındaki Bölge (ITAB) 35
Sürtünme Kaynağı 38
ALAŞIM SEGREGASYONU 40
ÇELİĞİN KÜKÜRT BİLEŞENLİ KALINTILARI 42
Sülfür Kalıntı Türleri 44
I.Tür Sülfür Kalıntıları 44
II.Tür Sülfür Kalıntıları 45
III.Tür Sülfür Kalıntıları 45
IV. Tür Sülfür Kalıntıları 45

ÖZEL BASKI YÖNTEMLERİ 46
Kontakt Baskı 46
Sülfür Baskı (Baumann Print) 47
İnklüzyon Uzantılarının Tespiti 48
BOZUNUM ANALİZLERİ VE ISIL İŞLEM UYGULAMALARI 48
Yüzey ve Altında Görülen Değişiklikler 48
DİĞER YAYGIN KARŞILAŞILAN YAPILAR VE HATALAR 50
Lunker Hataları (Döküm Boşluğu) 50
Dağlama Oyukları 51
Gözenekli Yapılar 52
Kırık Yüzeylerin İncelenmesi 56
Kırık Yüzey Oluşumu ve Sebepleri 56
Tane Ebadı ve Sertleşme Derinliği 56
Çatlak/Kırılma Oluşum Nedenleri Ve Darbe Dayanım Özelliklerinin Belirlenmesi ... 57
Bileşim 62
Kompozitlerde Matris-Takviye Elamanı Arayüzey Yapısı 63
Yüksek Sıcaklık Etkisi 63
Kalite Kontrol 64
DEMİR DIŞI METAL VE ALAŞIMLARININ MAKRO İNCELEMESİ 65
ALÜMİNYUM VE ALAŞIMLARI 65
BAKIR VE ALAŞIMLARI 68
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR 71

BÖLÜM 2 MİKRO İNCELEME 73
GIRIŞ 73
OPTİK MİKROSKOP İÇİN NUMUNE HAZIRLAMA 73
Numune Alma Bölgesinin Tespiti 74
Enine Kesit Alınması Gereken Konular 80
Boyuna Kesit Alınması Gereken Konular 80
KESME 83
Makasla Kesme 85
Testere İle Kesme 86
Aşındırarak Kesme 87
Hassas Kesme 90
NUMUNE BÜYÜKLÜĞÜ VE ADEDİ 91
NUMUNE SAKLAMA 92
Oksitlenmiş Veya Boyalı Yüzeylerin Temizlenmesi 94
Numune Alma Ve Hazırlamada Dikkat Edilmesi Gereken Hususlar 95
Soğutma Sıvıları 96

KIRMA 97
TEMİZLEME 99
KAPLAMA 100
Numune Seviyeleme 103
KALIPLAMA (BAKALİTE ALMA) İŞLEMLERİ 104
KALIPLAMA YÖNTEMLERİNİN İNCELENMESİ 108
Mekanik Kalıplama 108
Döküm Kalıplama 109
Sıcak Basınçlı Kalıplama (Bakalite Alma) 110
Soğuk Kalıplama 116
Vakumla Boşaltma Metodu 122
Numune İşaretleme ve Saklama 124
ZIMPARALAMA 125
Zımparalama Araçları 129
PARLATMA 134
Elektrolitik Parlatma 137
Parlatma Sonrası Görülen Bazı Hatalar 139
DAĞLAMA 144
Seçici Dağlama 149
Renklendirme Dağlaması (Tint Dağlama) 150
Renklendirme Dağlamasında Kullanılan Dağlayıcı İçerikleri 151
Elektrolitik Dağlama 151
DAĞLAYICILARLA İLGİLİ GÜVENLİK KURALLARI 155
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR 156

BÖLÜM 3 OPTİK MİKROSKOP VE UYGULMALARI 159
METAL MİKROSKOBUNUN BAZI ÖNEMLİ PARÇALARI 164
GÖRME MERCEĞİ /OKÜLER 167
METAL MİKROSKOBUNDA GÖRÜNTÜNÜN ELDE EDİLMESİ 168
OBJEKTİF MERCEK 171
MERCEK KUSURLARI 179
Sferik Kusurlar 180
Koma 180
Astigmatizm 180
Görüntünün Kavislenmesi 181
Görüntünün Çarpılması (Distorsiyon) 181
Boyuna Kromatik Kusurlar 182
Enine Kromatik Kusurlar 183
MİKROSKOPTA AYDINLATMA TÜRLERİ 183
Görüntü Analiz Cihazı 189
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR 197

BÖLÜM 4 NİCEL METALOGRAFİ.....199
NİCEL METALOGRAFİ UYGULAMA ALANLARI..... 201
FAZ ORANLARININ BELİRLENMESİ..... 201
Karşılaştırma Kartları..... 204
ÖLÇME YÖNTEMLERİ..... 206
Alan Çözümleme..... 206
Doğrusal Çözümleme..... 208
Nokta Sayım Metodu..... 210
YÖNTEMDEN KAYNAKLANAN HATALAR..... 211
YÖNTEMİN SEÇİMİ..... 212
HACİM ORANI HESAPLAMALARI İLE İLGİLİ ÖRNEKLER..... 213
TANE BOYUTU TESPİTİ..... 216
Deney Numunelerinin Alımı Ve Hazırlanması..... 216
Tane Boyutu Ölçme Yöntemleri..... 217
Standart Karşılaştırma Kart Yöntemi..... 217
Kırık Yüzey Karşılaştırma Kart Yöntemi..... 223
Metalik Olmayan Kalıntıların Standart Diyagramlarla Belirlenmesi..... 224
DÖKME DEMİRLERDE GRAFİT MİKRO YAPISININ TAYİNİ..... 234
Grafitin Biçim, Dağılım Ve Büyüklükle Gösterilmesi..... 235
Jeffries Alan Ölçme Yöntemi..... 239
Doğrusal Kesişme Yöntemleri..... 245
Dairesel Kesişme Yöntemleri..... 253
Hilliard Tek Daire Yöntemi..... 253
Üçlü Kesişim Noktası Sayım Metodu..... 254
Abrams Üç Daire Yöntemi..... 255
Düzensiz Tane Yapılı Malzemeler..... 258
Dubleks Tane Yapısı..... 258
Karşılaştırma Kart Metodu..... 262
Alan Ölçme Yöntemi..... 262
Kesişme Yöntemi..... 263
İstatiksel Analizler..... 263
Deney Raporu..... 265
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR..... 266

BÖLÜM 5 BAZI METAL VE ALAŞIMLARININ MİKRO YAPILARI 267
DEMİR ESASLI MALZEMELER 267
Ferrit 271
Östenit 274
Sementit (Fe_3C) 275
Perlit 276
Martenzit 279
Beynit 283
TEMEL ISIL İŞLEMLER 286
Deformasyon, Yeniden Kristalleşme ve Tane İrileşmesi 290
ÇEŞİTLİ ISIL İŞLEM YAPILARI 294
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR 302
FARKLI KARBON ORANLARINA SAHİP ÇELİKLERDE OPTİK MİKRO YAPILAR 304
ÇEŞİTLİ FERRİTİK MALZEMELERE AİT MİKRO YAPILAR 309
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR 314
PASLANMAZ ÇELIKLER 315
Mikro Yapılar 317
Paslanmaz Çeliklerde Isıl Işlemler 317
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR 337
DÖKME DEMİRLER 339
Gri Dökme Demirler 342
Beyaz Dökme Demirler 343
Küresel Grafitli Dökme Demir 344
Benekli Dökme Demirler 345
Temper Grafitli Dökme Demirler 345
Vermiküler/Kompakt Grafitli Dökme Demirler (VGDD) 345
Gri Dökme Demir Mikro Yapıları 349
Beyaz Dökme Demir Mikro Yapıları 352
Temper Dökme Demir Mikro Yapıları 360
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR 363
ALÜMİNYUM VE ALAŞIMLARI 364
Al-Si Alaşımları 368
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR 375
BAKIR VE ALAŞIMLARI 376
TİTANYUM VE ALAŞIMLARI 382
MAGNEZYUM VE ALAŞIMLARI 383
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR 387
SÜPERALAŞIMLAR 388
Ni Esaslı Süperalaşımlar 388
Fe Esaslı Süperalaşımlar 389

Co Esaslı Süperalaşımlar 390
ODS Alaşımları 390
Mikro Yapı 391
TOZ METAL MALZEMELER 398
MEKANİK ALAŞIMLAMA (MA) YAPILARI 404
KOMPOZİT YAPILAR 405
GÜMÜŞ NANO TOZLAR 409
SİNTERLEME, 3DP VE DİĞER PARTİKÜL YAPILARI 411
KIRIK YÜZEY ANALİZİ 423
DİSLOKASYON VE PARTİKÜL YAPILARI 438
MİKRO SERTLİK 441
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR 452

EK 1 DAĞLAYICILAR 456
METAL VE ALAŞIMLARI İÇİN YAYGIN KULLANILAN DAĞLAYICILAR VE ÖZELLİKLERİ 456

EK 2 ÖRNEK RAPOR 480
TAŞINABİLİR LPG TÜPLERİ HASAR ANALİZ RAPORU (TS 55 EN 1442 STANDARDINA UYGUNLUKLARININ TESPİTİ) 480

EK 3 ÇELİKLERİN GÖRÜNÜR TANE BÜYÜKLÜĞÜ TAYİNİ İÇİN STANDART KART ÖRNEKLERİ 497

KİTAPTA YARARLANILAN DİĞER KAYNAKLAR 500

DİZİN 501

KISALTMALAR

SEM	Taramalı elektron mikroskobu
TEM	Geçirimli elektron mikroskopu
OM	Optik mikroskop
XRD	X-ışınları kırınımı
EDS	Energy dispersive X-ray spektroskopisi
XPS	X-ışını fotoelektron spektroskopisi
AFM	Atomik kuvvet mikroskobu
MA	Mekanik alaşımlama
YK	Yeniden kristalleşme
MMK	Metal matriks kompozit
SA	Sayısal açıklık
AG	Ayırma gücü
AD	Alan derinliği
ÇM	Çalışma mesafesi
ITAB	Isı tesiri altındaki bölge
EN-GJL	Lamel grafitli/Gri dökme demir
EN-GJS	Küresel grafitli/Sfero dökme demir
(CBN)	Kübik bor nitrür
M_e	Görme merceği
M_o	Objektif mercek
A_b	Ara büyütme halkası
V	Hacim,
S	Yüzey alanı (düzgün olmayan),
A	Yüzey alanı (düzgün geometrik şekilli),
L	Çizgi uzunluğu,
P	Nokta sayısı
V_f	α fazının toplam hacme oranı,
A_f	α fazının alansal oranı,
L_f	α fazının çizgisel oranı,
P_f	α fazının noktasal oranı,
G	ASTM tane büyüklüğü numarası
MLI	Ortalama doğrusal kesişme
TWIP	*İkizleme kaynaklı plastisite- Twinning induced plasticity*
TRIP	*Dönüşüm kaynaklı plastisite -Transformation induced plasticity*
FG	Fleyk grafit-Lamel grafit
SG	Küresel grafit - Spheroidal graphite
CGI	Kompakt grafitli dökme demir
VGDD	Vermiküler/Kompakt **g**rafitli **d**ökme **d**emir
ODS	Dağılımla güçlendirilmiş alaşım- Oxide dispersion strentghened
ODM	Dağılımla güçlendirilmiş mikro dövme alaşım- Oxide dispersion microforged alloy
γ'	$[Ni_3 (Al,Ti)]$
γ''	Ni_3Nb
3DP	Üç boyutlu yazıcı

GİRİŞ

Metalografi; metal, seramik, kompozit gibi mühendislik malzemelerinin makro ve mikro yapılarını nicel ve nitel olarak tanımlanabilmesi için çeşitli cihazlar kullanılarak araştırılmasını ve bunlarla malzeme özellikleri arasında ilişki kurulmasını sağlayan bir bilim dalıdır. Metalografinin amacı göz, optik mikroskop (OM), elektron mikroskobu (SEM-TEM) veya X-ışınları kırınımı (XRD) gibi çeşitli görüntüleme ve analiz cihazları vasıtasıyla metal ve alaşımlarında makro ve mikro yapılarını meydana getiren tane yapısı, faz ve kalıntılar hakkında bilgi edinmektir. Bu sayede kimyasal bileşim ve malzemelerin imalat süreçlerindeki işlemlerin etkileri belirlenebilmektedir. Elde edilen veriler malzemelerin fiziksel ve mekanik özelliklerini içermektedir. Metalografi, kalite kontrolünde olduğu gibi hasar analizlerinde de kullanılmaktadır. Çalışmalar metal ve alaşımlarının özelliklerinin, yapıdaki bulunan çatlak, çökelti, dislokasyon, yığılma hataları, yabancı atomlar ve tane sınırları gibi kusurlar ile doğrudan ilişkili olduğunu göstermektedir. Metalografik inceleme ile bu hataları tespit etmek ve bu sayede üretim veya sonraki aşamalarda gerekli tedbirleri almak mümkün olmaktadır.

Metalografi, sadece bir bilim değil, aynı zamanda sanat özelliği de taşımaktadır. Bir numuneden mikro veya makro yapı resmi alabilmek için numunenin uygun yerinin tespiti, kesilmesi, gerektiğinde kalıplanması, zımparalanması, parlatılması ve dağlanması gereklidir. Bunların uygun şartlarda yapılması durumunda elde edilen fotoğraf ve görüntüler, malzemenin yapısını doğru olarak temsil eder ve bu verilerle malzeme özellikleri belirlenebilir. Bu aşamaların herhangi birinde hata yapılması veya itina gösterilmemesi durumunda yapı bozulur veya istenilen özellikler tespit edilemez ve dolayısı ile malzeme hakkında yanlış yorumlamalar yapılabilir. Bazı durumlarda metalografik inceleme yapılan bölgenin tanımlanabilmesi için numuneden onlarca resim sistematik olarak alınır, uygun bir şekilde birleştirilir ve geniş bir bölge bu şekilde tanımlanır. Bu işlem özellikle geçirimli elektron mikroskop (TEM) ile çekilen resimlerde yaygın olarak kullanılır.

Metalografi ile ilgili mikroskopla yapılan ilk çalışmalarda elde edilen sonuçlar düzensiz olmasına rağmen, metalografi bilim dalının kurucusu olarak kabul edilen İngiliz jeolog Henry Clifton Sorby tarafından yapılmıştır. Sorby, değişik demir alaşımlarının yapıları üzerine mikroskop kullanarak sistematik bir çalışma yapmıştır. Özellikle son 50 yılda metal, seramik, kompozit ve polimer gibi mühendislik malzemelerin özelliklerinin belirlenmesi ve karakterizasyonu ile ilgili yoğun çalışmalar yapılmaktadır. Sorby'den başka Roberts-Austen, Adolf Martens ve Sauner gibi bilim adamları da metalografi bilimine çok önemli katkıda bulunmuşlardır.

Son yıllarda metal ve alaşımlarının geliştirilmesi ile ilgili çalışmalar bütün hızı ile devam etmektedir. Bunlara bağlı olarak, metalografi biliminde kullanılan cihaz ve mikroskoplar da gelişmektedir. Metalografik incelemelerde yaygın olarak kullanılan optik mikroskobun yanısıra, taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirimli elektron mikroskobu (TEM), EDS analizi (Energy dispersive X-ray spectroscopy), elektron prob mikro analizi (EPMA), yüksek sıcaklık mikroskobu, X ışınları kırınım cihazları, XPS (X-ışını fotoelektron spektroskopisi), AFM (Atomik kuvvet mikroskobu-Numunenin yüzey topografyasını belirlemek için), Raman spektroskopisi, mikro sertlik cihazları, tane veya parçacık boyutu ölçüm cihazları ve otomatik nicel metalografi araçları gibi çok gelişmiş aletler de kullanılmaktadır. Bunların yanısıra gelişmiş görüntü analiz yazılımları da metalografide yoğun olarak kullanılmaktadır.

Bu kitapta yukarıda sayılan cihazlar yardımı ile elde edilen görüntü ve analiz sonuçları verilmiştir. Kitap ana hatları ile 5 Bölümden oluşmaktadır. 1. Bölümde *Makro İnceleme* hakkında bilgi verilerek çeşitli metal ve alaşımlarına ait makro yapılar, kaynaklı bölgenin yapısı, kırık yüzey görüntüleri verilmiştir. 2. Bölümde *Mikro İnceleme* üzerinde durulmuş ve optik mikroskop için numune hazırlama detaylı bir şekilde anlatılmıştır. Numune hazırlama için gerekli olan numune alma bölgesinin tespiti, kesme, kalıplama, zımparalama, parlatma ve dağlama konuları ele alınmıştır. 3. Bölümde *Metal Mikroskobu* incelenmiş ve değişik uygulama yöntemleriyle görüntünün elde edilmesi anlatılarak metal mikroskobunda elde edilen görüntülerle ilgili örnekler verilmiştir. 4. Bölümde ise *Nicel Metalografi* konuları hakkında bilgi verilerek tane yapısı ve faz oranlarının hesaplanması örneklerle anlatılmıştır. 5. Bölümde yaygın olarak karşımıza çıkan *Metalografik Yapılar* ile ilgili örnekler geniş kapsamlı olarak verilmiştir. Kitabın sonunda *EK* 1'de sık kullanılan makro ve mikro dağlayıcılar ve özellikleri bir çizelge halinde verilmiştir.

Bu kitabı hazırlarken ağırlıklı olarak “Atlas of Microstructures of Industrial Alloys”, “ASM Handbook”, Volume 7 ve Volume 9, Vander Voort tarafından hazırlanan “Metallography, Principles and Practice”, Emel Geçkinli tarafından hazırlanan, “Metalografi”, I. kısım ile ağırlıklı olarak kendi özel çalışmalarımız ile değerli meslektaşlarımdan elde edilen mikro yapılardan yararlanılmıştır. Diğer yararlanılan kaynaklar her bölümün sonunda “*Bu Bölümde Yararlanılan Kaynaklar*” kısmında verilmiştir. İlk aşamada Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü öğrencileri için 2009 yılında hazırlanan ve daha sonra geliştirilen ders notu şeklinde çalışma, daha da geliştirilerek daha geniş bir kitleye hitap etmesi amaçlanarak kitap haline getirilmiştir. 750’den fazla mikro yapı içeren bu kitapta emeği geçen ve orijinal mikro yapı resimleri vererek katkıda bulunan tüm meslektaşlarıma, özellikle öğrencim ve meslektaşım Volkan Kılıçlı’ya teşekkür ederim.

Prof. Dr. Mehmet TÜRKER
2024 – ANKARA

BÖLÜM 1

MAKRO İNCELEME

Makroskobik inceleme tekniği, diğer bir deyişle *makro inceleme* genellikle metal ve alaşımlarındaki yapıları kabaca tespit etmek ve heterojenliği ortaya çıkarmak amacıyla kalite kontrolünde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu teknik, çoğu zaman mikroskobik inceleme (*mikro inceleme*) için bir başlangıç teşkil etmekle beraber, kalite kontrolünde, malzemenin kabul veya reddinde tek başına yeterli olmaktadır. Her ne kadar bu bölümde makro inceleme ve makro yapılarla ilgili resimler verilmeye çalışılmışsa da zaman zaman konu bütünlüğü ve akıcılığının bozulmaması bakımından mikro resimlere de yer verilmiş, makro ve mikro yapılara arasında ilişki kurulmuştur. Makro inceleme metalografide farklı uygulamalar için kullanılmaktadır. Bunlara örnek olarak; genel tane yapısının belirlenmesinin yanı sıra kenet, bindirme veya katman gibi yüzey görüntülerinin incelenmesi, kaynaklı yapıların veya kaynak hatalarının tespiti, yüzey sertleştirme ve sertleştirme derinliklerini belirleme ile kırık yüzey görüntüleri verilebilir. Ayrıca ingotun yüzeyleri, haddelemeden kaynaklanan hatalar, yüzey çatlakları, segregasyonlar veya malzemedeki düzensizlikler de bu yöntemle tespit edilebilir. Makro inceleme tahribatlı veya tahribatsız olarak yapılabilir. Rahat bir inceleme yapabilmek için genelde el büyüteçleri veya mikroskopta düşük büyütmeler tercih edilir. Bununla birlikte makro incelemede en çok kullanılan metot, gözle yapılan basit muayenedir. Makroskobik inceleme için maksimum büyütme genelde X25 olarak kabul edilmektedir. Makro inceleme parlatılmış, dağlanmış veya kırık yüzeylere uygulanabilmektedir.

MAKRO DAĞLAMA

Bütün güvenilir kalite kontrollerine makro inceleme ile başlanır ve daha sonra gerekirse mikro inceleme ile devam edilir. Dağlamadan sonra çıplak gözle görülebilen yapısal düzensizlikler, daha sonra numune kırılarak veya parlatılarak incelenebilir. Sıcak haddelenmiş bir malzemeden enine veya boyuna kesilerek hazırlanmış numune üzerinde, çalışma ekseni boyunca oluşan akma çizgilerini de kapsayan büyük bir alanı makro dağlama ile kısa bir sürede ve detaylı bir şekilde incelemek mümkündür. Bunlardan başka aşağıda sıralanan özellikler makro dağlama ile kolayca tespit edebilir. Bu sebeple *derin dağlama* olarak da bilinen *makro dağlama*, metalografi içerisinde çok önemli bir yere sahiptir. Makro dağlama ile tespit edilen bazı önemli özellikler aşağıda verilmiştir:

- Katılaşmadan dolayı oluşan yapısal detaylar,
- Katılaşma sırasında soğuma hızından kaynaklanan yapısal değişiklikler,
- Plastik deformasyondan kaynaklanan yapısal farklılıklar,
- Termo-mekanik işlemlerin malzeme üzerine etkileri,
- Kalıntıların (segregasyon, inklüzyon gibi) yapıdaki dağılımı,
- Sementasyon (karbürleme), nitrürleme veya dekarbürizasyon gibi yüzey işlemleri,
- Yüzey kaplama ve özellikleri,
- Genel malzeme yüzey düzensizlikleri,
- Oksidasyon veya korozyon gibi yüzey ve yapısal değişimleri,
- Döküm yapısı ve döküm hataları,
- Kaynak bölgesi, kaynak hataları ve ITAB,
- Servis sırasında oluşan termal etkiler.

Yukarıda sıralanan bu özellikler, malzeme herhangi bir işleme tabi tutulmadan doğrudan veya çeşitli metalografik işlemlerden sonra elde edilen yapılar incelenerek belirlenebilir.

Makro Dağlama Uygulamaları

Malzeme yapısının belirlenmesi ve yapıda bulunan bazı düzensizlikler genellikle makro dağlamada başvurduğumuz *sıcak dağlama, makro dağlama* veya *derin dağlama* yöntemi ile belirlenir. Enine kesit alınması durumunda daha fazla detay görüldüğü için makro dağlama işlemine genelde malzemelerin enine kesitleri incelenerek başlanır. Fakat ekstrüzyon veya sıcak haddeleme gibi deformasyondan kaynaklanan tane değişimi ile fiber yapı, akma çizgileri, segregasyon ve kalıntılarının işlem sonrası incelenmesi durumunda numunelerin boyuna kesitinin alınması tercih edilir. Makro inceleme için büyük numuneler kullanılıyor olmakla beraber, daha rahat tutulup incelenebilmesi amacıyla genelde 25 mm çapında veya uygun büyüklükte numuneler tercih edilir.

Asitli Çözeltilerle Makro Dağlama

Makro dağlama esas olarak kimyasal dağlama yönteminin bir türüdür. Yüzey yapılarını veya kusurlarını genel olarak veren bir dağlama yöntemidir. Bu yöntemde numune yüzeyi, derin dağlama neticesinde ortaya çıkan yükseklik farkları esas alınarak düşük büyütmelerde incelenir. Dağlama sırasında farklı oryantasyon (yönlenme) ve potansiyellerdeki tane, inklüzyon, kalıntı veya fazlar, bu farklı potansiyelleri nedeni ile dağlayıcıya farklı tepki verir. Tane sınırı gibi atomik dizilimin daha az yoğun veya düzensiz olduğu ve yabancı malzemeden dolayı potansiyel enerjinin yüksek olduğu bölgeler dağlamaya daha hızlı tepki verirken, tane içleri gibi daha düşük enerjili ve daha kararlı bölgeler daha az tepki verir. Buna bağlı olarak malzemenin bir bölgesi (genelde tane veya faz sınırları)

veya bir tanesi fazla dağlanırken bir başka bölgesi dağlamadan daha az etkilenir. Aynı kimyasal bileşime sahip olmasına rağmen farklı oryantasyonda olan dolayısı ile farklı potansiyele sahip taneler de dağlayıcılardan farklı şekilde etkilenir. Malzeme içerisinde bulunan kalıntılar ve inklüzyonlar gibi ana yapıdan farklı bileşim ve farklı potansiyelde olan yapılar ile ana malzemenin ara yüzeyleri, dağlayıcıya karşı her zaman daha hassastır. Dağlama sırasında bu bölgeler ana yapıdan daha farklı şekilde etkilenir.

Makro dağlama için sıcak dağlama tercih edilecekse, dağlayıcı daha etkili olduğundan testere ile kesilen yüzeyler yeterli olup, numune yüzeyinin zımparalanması veya parlatılmasına gerek yoktur. Soğuk dağlamada ise daha iyi hazırlanmış yüzeylere ihtiyaç vardır. Bazı durumlarda özellikle sıcak dağlamaya ihtiyaç duyulur.

Metals Handbook'un 1939 yılı basımında düşük karbonlu çeliğin derin dağlanmasında asit sıcaklığı 70˚C olarak verilmiştir. Bu dağlayıcı hala günümüzde de kullanılmaktadır. Ancak sıcak dağlamada işlem çok kısa sürede gerçekleştiği için homojen olmayan yapılar ortaya çıkabilir. Çizelge 1.1'de bazı çelikler için tavsiye edilen dağlama süreleri verilmiştir. Dağlayıcının ısıtılmasında problem olması durumunda, numune sıcak su veya uygun bir ortamda istenilen sıcaklığa getirilerek çözeltiye daldırılarak çizelgede gösterildiği sürelerle dağlanabilir. Özellikle demir esaslı malzemelerin makro dağlanmasında oldukça etkili asit çözeltileri kullanılır. Dağlama süreleri tamamen deneysel tecrübelerle belirlenmiş olup, malzeme yüzey pürüzlülüğü, kimyasal bileşim, dağlayıcının kimyasal bileşimi ve saflığı gibi birçok parametreye bağlı olmakla beraber sıcaklıkla da değişebilir.

Makro dağlama, malzemelerde genel özelliklerin belirlenmesinde kullanılır. Ayrıca katmanlaşma, dövme düzensizlikleri, malzeme çekmesi, boşluklar ve çatlaklar gibi özellik değişimlerinin belirlenmesinde de kullanılır. Makro dağlama aynı zamanda malzeme içerisindeki ikinci fazların morfolojisinin tayininde kullanılır. Genel olarak kalite kontrolü, bozunum analizleri, kaynaklı yapılar, ısıl işlem görmüş parçalar ve döküm parçaların incelenmesinde tercih edilir. Makro inceleme yöntemi inklüzyon incelemelerinde de kullanılır.

***Çizelge 1.1**- Çeşitli çelikler için tavsiye edilen makro dağlama süreleri*

Çelik	Süre (dk.)	Çelik	Süre (dk.)
S.A.E Karbon çelikleri		**S.A.E Molibden çelikleri**	
1010	15	x4130	45
1015	15	4140	45
X1015	15	4150	45
1020ek	15	4320	45
X1020	15	X4340	45
1025	30	4615	45
X1025	30	4620	45
1030	30	4640	45
1035	30	4815	45
1040	30	4820	45
1045	45		
1050	45	**S.A.E Si-Mn çelikleri**	
1055	45	9255	30
1060	45	9260	30
1065	45		
X1065	45	**S.A.E Otomat çelikleri**	
1070	45	X1314	30
1075	45	X1315	30
1080	45	X1330	30
1085	45	X1335	30
1090	45	X1340	30
1095	45		
		S.A.E krom çelikleri	
S.A.E Ni-Cr çelikleri		5120	30
3115	45	5140	30
3120	45	5150	30
3130	45	52100	30
3135	45		
3140	45	**S.A.E krom- vanadyum çelikleri**	
X3140	45	6135	30
3145	45	6150	30
3150	45		
3215	45	**Paslanmaz çelik ve diğer çelikler**	
3220	45	Krom tipi	30
3240	45	Cr-Ni tipi	45
3245	60		
3250	45	**S.A.E Mangan çelikleri**	
3312	60	1330	30
3415	45	1335	30
		1340	30
Talaşlı imalata uygun çelik		1345	30
Krom tipi	30	1350	30
Cr-Ni tipi	20		
		Takım çelikleri	
S.A.E nikel çelikleri		C ve C-V çeliği	30
2315	30	Mn yağda sertleştirilen çelik	20
2330	30	Yüksek hız çelikleri	45
2340	30	W sıcak iş kalıp çeliği	45
2345	30	Cr sıcak iş kalıp çeliği	45
2515	30	Yüksek C ve yüksek Cr çeliği	45
		Yüksek hız çeliği	45

Not: X ile başlayan çelikler uluslararası SEA biriminde yer almayan çelikleri göstermektedir.

Birçok durumda homojen olmayan büyük bir bölümün incelenmesi için başlangıç teşkil etmesi amacıyla kullanılan derin dağlanmış yapılar, gerektiğinde daha detaylı inceleme olan mikro yapı, altyapı, kristal yapı, atomik yapı gibi detayların incelemelerine temel teşkil eder. Derin dağlama ilk olarak çelik üzerine;

9 birim HCl
3 birim H_2SO_4
1 birim H_2O çözeltisi ile yapılmıştır.

Bu çözelti günümüzde zaman zaman kullanılıyor olmakla birlikte uzun yıllar kullanılmıştır. Daha sonra çelikler için daha kolay hazırlanan ve günümüzde daha yaygın olarak kullanılan çözelti bileşimi aşağıda verilmiştir:

1 birim HCl
1 birim H_2O

Asit ile dağlama işlemi 70-80°C sıcaklıkta 15-45 dakika süre içerisinde yapılır. Dağlanan yüzey daha sonra bol su ile durulanır, gözle veya 10X büyütme ile incelemeye başlanır. Bu şekilde bir dağlama için testere ile kesilen yüzey kalitesi yeterli olmakla beraber, daha kısa sürede daha iyi bir görüntü elde etmek için zımparalanmış yüzeyler tercih edilir. Makro dağlama için zımparalama yapıldığında genellikle 220-400'lük kaba zımparalama yeterlidir.

Makro Dağlayıcılarda Aranması Gereken Özellikler

Diğer dağlayıcılarda olduğu gibi makro dağlayıcılarda da çeşitli özellikler aranmaktadır. Bunlardan önemli olan bazıları aşağıda verilmiştir:

- ***Homojen etki:*** Dağlayıcı, malzemenin her tarafında homojen etki göstermelidir. Dağlanacak malzemeye uygun bir çözelti hazırlamak suretiyle homojen bir dağlama yapılabilir. İşlem sırasında ortaya çıkan gazların ortamdan uzaklaştırılması gerekmektedir. Bunun için numune bir çeker ocak veya uygun bir havalandırmanın yapıldığı ortamda dağlanmalıdır. Dağlama sırasında numune yüzeyi mümkünse üst tarafa gelecek şekilde dağlanmalı veya numune sık sık kontrol edilmelidir. Bazı durumlarda dağlama sırasında numune yüzeyinde çözeltilerden kaynaklanan küçük baloncuklar oluşabilir. Dağlayıcı bu baloncukların altına etki edemediğinden dağlanan yüzeyde beneklenmeler görülür. Bu durumu ortadan kaldırmak ve oluşan gaz kabarcıklarını uzaklaştırmak amacıyla işlem süresince numunenin sürekli hareket ettirilmesi ve bu baloncukların yüzeye yapışmasının engellemesi veya patlatılması gerekir. Bazı durumlarda dağlanmış yüzeyde koyu bir film tabakası oluşur ve bu

tabaka alttaki makro yapının görünümünü engeller. Bu olumsuzluğu ortadan kaldırmak için numune, çözelti içerisine konulan pamuk veya yumuşak bir bez parçasına dağlama süresince sürülerek istenmeyen bu yüzey tabakası oluşumu engellenir.

- ***Bileşimi basit olmalı:*** Dağlayıcı, kimyasal bileşim bakımından basit olmalı, hazırlanması kolay ve ucuz olmalıdır. Mümkün olduğunca kolay bulunan kimyasallarla hazırlanan veya hazırlanması kolay olan dağlama çözeltileri tercih edilmelidir. Her ne kadar basit kimyasal bileşim tercih edilse de, özellikle bazı malzemelerin dağlanmasında çok fazla sayıda dağlama malzemesi birbiri ile karıştırılarak dağlama çözeltisi elde edilir. Bu gibi durumlarda dağlayıcı hazırlama sıralamasına dikkate edilmelidir. Aksi halde patlamalar meydana gelebilir. Kitabın sonundaki EK 1'de verilen bazı dağlayıcıların hazırlanmasında bu sıralamaya dikkat edilmesi özellikle vurgulanmış, HF gibi tehlikeli kimyasal madde içeren dağlayıcılar da özellikle belirtilmiştir.

- ***İlave işlemler gerektirmemeli:*** Dağlayıcı ısıtma ve benzeri ilave işlemler gerektirmeden kısa sürede dağlama yapabilmelidir. Dağlayıcının ısıtılması ile daha hızlı ve etkili bir dağlama gerçekleştirilmesine rağmen, sürenin kısa olması nedeniyle dağlamanın kontrolü çok daha zorlaşmaktadır. Sıcak dağlama zaman zaman kullanılıyor olmakla beraber pratik olmamasından dolayı pek tercih edilmemektedir. Temel olarak en kolay hazırlanan ve en rahat uygulanan yöntem, en çok tercih edilen yöntemdir.

- ***Birden çok metale uygulanabilmeli:*** Dağlayıcı birden çok metal veya alaşıma uygulanabilmeli, yapısal değişiklik ve düzensizlikleri gösterebilmelidir. Hazırlanan dağlayıcının birden fazla metal ve alaşıma uygulanması tercih edilmesine rağmen günümüzde malzemenin sadece belirli özelliklerini ortaya çıkarmak amacıyla bazı özel dağlayıcılar kullanılmaktadır. Çoğu zaman tane sınırlarını göstermede kullanılan dağlayıcı, tane yönlenmesini veya yapı içerisindeki inklüzyon ve kalıntıları göstermede kullanılan dağlayıcıdan farklıdır. Bu nedenle her ne kadar tek bir dağlayıcıdan farklı özellikleri ortaya çıkarması, hatta farklı metal ve alaşımına etki etmesi beklense de, bir malzemenin değişik özelliklerini ortaya çıkarmak için birden fazla dağlayıcıya ihtiyaç duyulur. Bu nedenle günümüzde sadece dağlayıcıların kimyasal bileşimini ve özelliklerini veren çok sayıda kitap ve kaynak bulunmaktadır.

- ***Uzun süre kullanılmalı:*** Dağlayıcı uzun süreli kullanıma uygun olmalı, depolanma ve kullanım sırasında bozulmamalıdır: Genelde her dağlama işlemi için yeni çözelti hazırlamaya ihtiyaç duyulur. Hatta süper alaşımlar veya paslanmaz çeliklerin dağlanmasında kullanılan *Glyceregia* gibi bazı dağlayıcıları sadece birkaç saat içinde kullanıp imha etmek gereklidir. Özellikle hidroflorik asit (HF) ihtiva eden dağlayıcıların hazırlanması ve kullanımı sırasında gerekli tedbirler alınmalıdır. Bu gibi dağlayıcılar için kitabın sonundaki dağlayıcılar bölümünde "***DİKKAT HF!*** *El ve göz için koruyucu malzemeler kullanılmalıdır. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.*" Veya depolanması uygun olmayan çözeltiler için, "*Her seferinde taze dağlayıcı kullanılmalıdır. Dağlayıcı kullanımdan sonra depolanmaz, hemen bertaraf edilmelidir*" şeklinde uyarı bulunmaktadır. Bununla birlikte demir esaslı malzemelerin dağlanmasında yoğun olarak kullanılan bazı dağlayıcılarda homojen çözünme zamanla sağlandığından fazla miktarda dağlayıcı hazırlanır ve gerektiğinde kullanılır. Alüminyumun dağlanmasında kullanılan Barker dağlayıcısı gibi çözeltiler uzun süre muhafaza edilebilir. Bu gibi dağlayıcıların muhafaza kaplarında "*Dağlayıcı uygun şartlarda uzun süre saklanabilir*" ibaresi bulunur. Bu özellikteki dağlayıcılar tercih edilir.

- ***Güvenli olmalı:*** Dağlayıcı güvenli olmalı, zararlı veya öldürücü gaz çıkarmamalıdır. En zararsız olanları tercih edilse bile, birçok dağlayıcı tehlikeli asitler içerdiğinden hazırlanması ve kullanımı sırasında gerekli tedbirler alınmalıdır. Bu sebeple dağlayıcı hazırlanırken çeker ocak altında, çıkan gazlar teneffüs edilmeden, eldiven, maske ve deri veya muşamba önlüklerle çalışılmalıdır. Şekil 1.1'de içeresinde çeker ocağın da bulunduğu bir metalografi laboratuvarı görülmektedir.

Dağlanacak malzemedeki alaşım elementi sayısı veya yapıda segregasyon, inklüzyon gibi düzensizlikler arttıkça buna bağlı olarak dağlama ile ilgili problemler de artar. Dağlayıcı, segregasyon-ana yapı ara yüzeyleri gibi bölgelerde yüksek enerjiden dolayı daha etkili olur ve bu bölgede dağlama oyukları meydana gelebilir. Malzemede sülfür veya karbür varsa, bunların bulundukları bölgede dağlama oyukları oluşabilir. Yapıda birden fazla faz bulunması durumunda, farklı fazlar dağlayıcılardan farklı şekilde etkilenir ve homojen bir görünüm sağlanmasına engel olur. Dağlama, farklı fazların ve ara yüzeylerin bulunduğu bölgelerde daha etkili olur. Bazı durumlarda aynı malzeme içerisinde farklı fazların görüntülenmesi için birden fazla dağlayıcı sıra ile kullanılır. Dağlayıcılar, bu husus dikkate alınarak seçilmelidir.



Şekil 1.1- *Dağlamanın yapıldığı çeker ocakların ve parlatma cihazlarının bulunduğu bir metalografi laboratuvarı (Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malz. Müh. Böl. Lab.)*

Makro Dağlama ile Metal ve Alaşımlarında Elde Edilen Görüntüler

Makro dağlama ile metal ve alaşımlarında birçok değişikliği görmek mümkündür. Bunlar çıplak gözle veya düşük büyütmeli büyüteçler kullanılarak sağlanabilir. Takım çeliklerinde boyuna kesilen numuneler deformasyon ve segregasyonu göstermede kullanılırken, enine kesitler genel kalite incelemesinde tercih edilir. Takım çeliklerinde 70-80°C sıcaklıkta 15-45 dakika süreyle yapılan makro dağlama ile segregasyonlar, çatlaklar, gözenekler, inklüzyonlar (MnS gibi) akma çizgileri, karbürizasyon ve dekarbürizasyon gibi yüzey düzensizlikleri ve bunlara bağlı olarak sertlik değişimi gibi farklılıklar gözlenir.

Oda sıcaklığında %10 sulandırılmış nitrik asit (HNO_3) çözeltisine bir kaç dakika süreyle daldırılan zımparalanmış numunede karbürizasyon, dekarbürizasyon, nitrürleme, sertleşme derinlikleri ve zımparalama hasarları gibi yüzeyde meydana gelen değişiklikler ve düzensizlikler görülebilir. Bunlardan başka içyapıdaki segregasyon gibi problemleri de görmek mümkündür. Ancak bu dağlayıcı, sıcak dağlamaya oranla daha az etkilidir.

Makro dağlama ile tespit edilen yapıların tamamını burada belirtmek mümkün değildir. Aşağıda makro dağlama ile tespit edilebilen bazı önemli özellikler verilmiştir:

- Dökümün katılaşması veya uygulanan ısıl işlem ile imalat süreçlerinden kaynaklanan makro yapılar ve makro ölçekte fiziksel süreksizlikler.

  - Genel tane yapısı ve tane boyutu tespiti,
  - Tane büyümesi, tane inceltmesi ve modifikasyonu, tane yönlenmesi,
  - Eş eksenli, sütunsal, dendritik, asiküler yapı gibi tanelerin katılaşması sırasında oluşan yapısal farklılıklar,
  - Matris malzeme içerisinde oluşan gözeneklerin[1] şekli ve dağılımı,
  - Sac ve plaka malzemelerde oksit uzantıları,
  - Makro segregasyon, inklüzyon ve kalıntıların dağılımı,
  - Yüzey hataları.

- Isıl işlemden kaynaklanan değişim ve hatalar,
  - Düzensiz soğumadan kaynaklı sertleşme düzensizlikleri ve çatlaklar,
  - Yüksek sıcaklıktan dolayı oluşan irileşmiş tane yapısı,
  - Sementasyon (karbürleme), nitrürleme ve dekarbürizasyon gibi bileşimdeki homojensizlikler,
  - Pulcuklaşma,
- Plastik deformasyondan kaynaklanan yapısal farklılıklar,
  - Tane yönlenmesi,
  - Deformasyon akma çizgileri,
  - Karbür ve ferrit bantlaşması,
  - Katmanlaşma, üst üste binmiş veya ayrık kısımlar gibi fiziksel kusurlar,
  - Ekstrüzyon ve detayları,
  - Zımparalamadan kaynaklanan düzensizlikler,
- Bozunum analizleri ve muhtemel sebepleri,
  - Korozyon ve oksidasyon derinliğinin tespiti,
  - Karbürizasyon ve dekarbürizasyon derinliğinin tespiti,
  - Makro çatlaklar ve kırılmanın başlangıç bölgesi,
  - Yorulmanın başlangıç bölgesi ve kırılma modu,
- Kaynak bölgesi veya yüksek sıcaklıktan dolayı oluşan **I**sı **T**esiri **A**ltındaki **B**ölgenin (ITAB), incelenmesi,
- Döküm hataları,
- Nitel anlamda kimyasal homojenlik,
- Servis sırasında oluşan termal etkiler.

---

[1] Her ne kadar gözenek yapısının incelenmesinde, dağılımının ve boyutunun belirlenmesinde dağlanmış numuneler kullanılsa da, dağlayıcının gözeneklere atak ederek büyümesine sebep olduğu unutulmamalıdır. Özellikle gözenek boyutu ve oranının belirlenmesinde uzun süreli dağlamadan kaçınılmalıdır. Bu durumda numune ancak parlatılmış yüzeyde oluşan ince filmin kaldırılması için 1-2 saniye gibi çok kısa süreyle çözelti içerisine daldırılır ve gözenek ölçümü daha sonra yapılır.

PRATİK BİLGİ

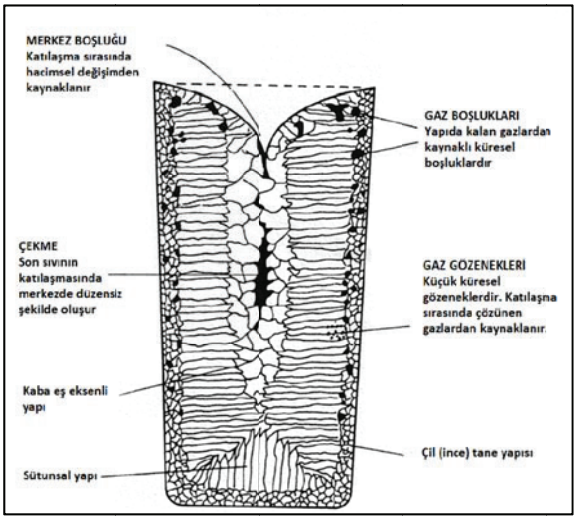
- Bazı dağlayıcılar cam kapta, bazıları ise plastik kapta saklanmalıdır. Özellikle HF içeren dağlayıcılar mutlaka plastik kapta saklanmalıdır.
- Etil veya metil alkol içeren dağlayıcılar birkaç saat sonra derişik hale gelir. Alkol içeren çözeltilerin uygun şekilde bertaraf edilerek yenisinin hazırlanması daha uygun olacaktır.
- Vilella gibi gliserin ihtiva eden dağlayıcılar hazırlanıp kullanıldıktan hemen sonra imha edilmelidir. Bu dağlayıcı hazırlandığında açık sarı renktedir. Koyu renge (turuncuya) döndüğünde hemen imha edilmelidir.

MAKRO DAĞLAMA İLE BELİRLENEN ÖZELLİKLERİN SINIFLANDIRILMASI

İmalat sırasında ve sonrasında uygulanan termo-mekanik işlemlerden kaynaklanan birçok detayı makro dağlama ile görmek mümkündür. Bunların daha rahat anlaşılabileceği bir şekilde sınıflandırılmasının yararlı olacağı düşünülerek basit bir terminoloji hazırlanmıştır. Aşağıda bazı özel malzemelerle ilgili makro dağlama ile ortaya çıkan detaylar sıralanmıştır:

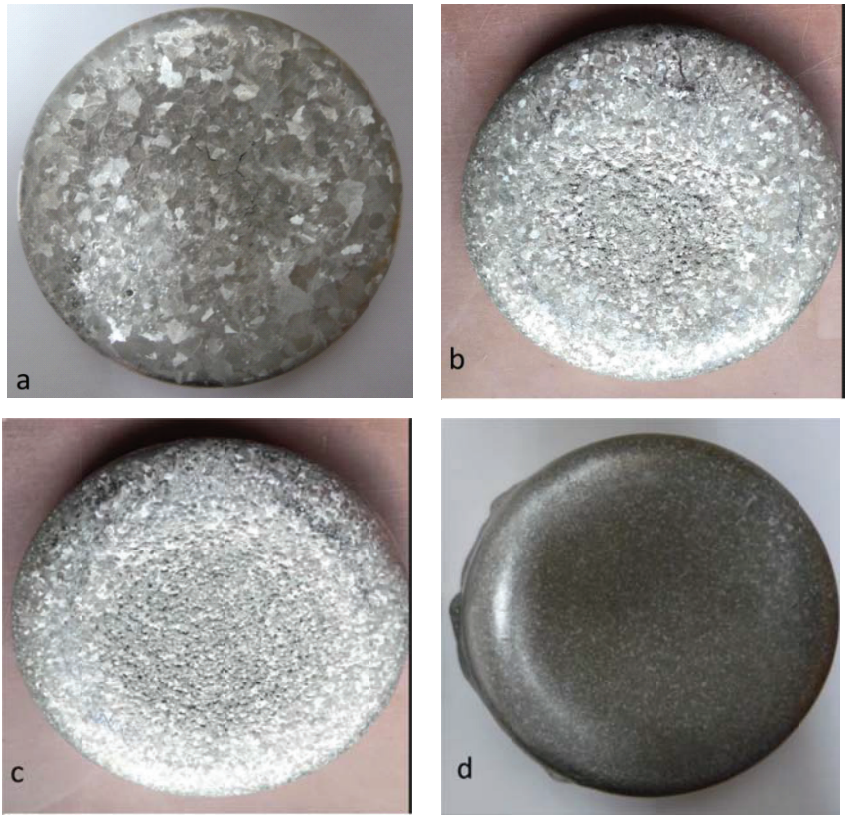
Dökümde Oluşan Makroskobik Gözlemler

Döküm yapılarda gerek kimyasal bileşim, gerekse üretim sırasında uygun olmayan şartlardan kaynaklı hatalar oluşur. Bunlardan bazıları döküm sırasında alınan tedbirlerle yok edilebilirken bazıları ise yapıda kalır. Bu hatalar daha sonra servis şartlarında malzeme özelliklerini önemli ölçüde etkiler. Şekil 1.2'de döküm hataları şematik olarak verilmiş, dökümde oluşan makroskobik gözlemler de maddeler halinde aşağıda sıralanmıştır.



Şekil 1.2- *Dökümlerde yaygın olarak görülen hataların şematik gösterimi [1].*

Tane yapısı: Döküm sırasında oluşan taneler makro dağlama ile net bir şekilde görülür. Farklı soğuma hızları nedeniyle değişik bölgelerde oluşan farklı tane yapıları makro inceleme ile tespit edilebilir. Şekil 1.3'te kaba ve ince tane yapılı Al malzemenin makro yapısı verilmiştir. Şekilde (a) ile gösterilen resimde saf Al malzemenin makro dağlanmış kaba tane yapısı görülmektedir. Bu malzemeye farklı oranlarda AlTiB ilave edilerek elde edilen tane yapıları ise Şekil 1.3.b (%0.3 AlTiB) ve 1.3.c'de (%0.5 AlTiB) gösterilmiştir. Şekil 1.3.d'de ise %12 oranında Si ilave edilmiş AlSi12 döküm alaşımının makro yapısı görülmektedir. Bu alaşıma ilave edilen Si ve diğer alaşım elementleri tane incelmesine yardımcı olarak daha ince taneli yapı oluşumuna sebep olmakta ve aynı zamanda da dökümün akıcılığını artırmaktadır. Alüminyumda bu tür ince yapı tercih edilmektedir. Dökümü yapılan malzemenin kimyasal bileşimi veya çekirdekleşmeye yardımcı olacak alaşım elamanları ilavesi, oluşacak tane yapısını etkileme açısından önemlidir.

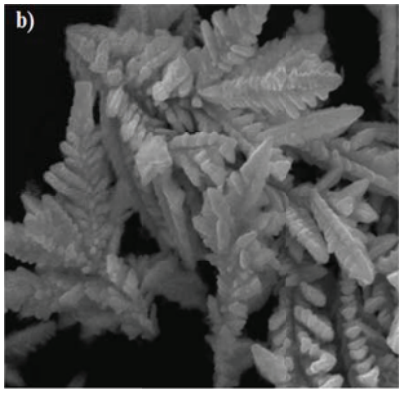


Şekil 1.3- *Alüminyuma ilave edilen çeşitli alaşım elementlerinin tane yapısına etkisi. Saf Al (a), AlTiB ilaveli (b ve c) ve AlSi12 (d) döküm alaşımlarının makro dağlama neticesinde ortaya çıkan tane yapısı. Orijinal büyütme 0.35X [2].*

Dendritik (dallantılı) yapı: Çam dalı şeklinde büyüyen yapı, *dendritik* veya *dallantılı yapı* olarak adlandırılır. Makro inceleme veya makro dağlama ile malzemelerin dallantılı yapısını görmek mümkündür. Mekanik işlem görmüş malzemede dahi bu yapı görülebilir. Malzemelerin mekanik özelliklerini iyileştirmek için yıllarca tane küçültülmesi için çalışmalar yapılmıştır. Bu iyileştirme, dendritik yapıda dendritin kontrolü, dendritik yapının küçültülmesi ve dendrit kolları arasındaki mesafenin azaltılması ile mümkündür. Dendritlerin büyük, kollar arası mesafenin fazla ve yapı içerisinde bulunan kalıntıların çok olması durumunda mekanik özellikler düşüktür. Bazı durumlarda hiç dağlama yapılmadan dahi malzeme yüzeyinde dendritik yapıyı gözlemek mümkündür. Ancak yaygın olarak makro dağlama kullanılır ve bu şekilde çok daha fazla detay görülebilir. Şekil 1.4'te dağlama yapılmamış kurşun döküm malzemedeki dendritik yapı, Şekil 1.5'te ise elektroliz yöntemi ile üretilmiş toz metal bakır malzemedeki dendritik yapının SEM görüntüsü verilmiştir.



Şekil 1.4- *Serbest olarak katılaşmış kurşun malzemede dağlama yapılmaksızın görülebilen dendritik yapı, 0.5X [3].*

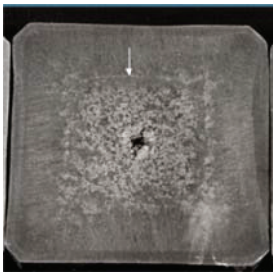


Şekil 1.5- *Elektroliz yöntemi ile üretilmiş bakır esaslı toz metal malzemede dendritik yapının SEM görünümü [4].*

Segregasyon: Katılaşma sırasında makro veya mikro segregasyonlar oluşur. Bunlar numune merkezine yakın bölgelerde oluşabileceği gibi, daha küçük olarak da dallantılı yapının kolları arasında görülebilir. Bu durum makro dağlama ile belirlenebilir. Segregasyon olan bölge dağlamadan farklı şekilde etkilenir ve böylece bu ve benzeri düzensiz bölgeler rahatlıkla tespit edilebilir. Segregasyonlar, döküm malzemenin merkezinde, çekme boşluğu çevresinde veya yüzeye yakın bölgelerde birikir. Şekil 1.3 b ve c'de bu durum açık bir şekilde görülmektedir. Bazen bunlar yoğun olarak bulunan safsızlık ile karıştırılabilir. Bu durumda mikro incelemede daha detaylı araştırma yapmak suretiyle fark anlaşılabilir. Şekil 1.6'da 416 tipi martenzitik paslanmaz çelikte (Fe,0.16C-0.15S,13Cr,0.6Mn) merkez bölgede oluşan segregasyon görülmektedir.

Fil derisi hatası: Özellikle küresel grafitli dökme demirlerde çok görülen bir hata türüdür. Döküm sırasında aşırı sıcak bölgelerde meydana gelir. Buruşma olarak da bilinen bu hata lokal bir bölge ile sınırlı olabileceği gibi geniş bir yüzeyde de görülebilir. Çok fazla olduğunda yüzey pürüzlülüğü şeklinde görülür. Sıvı içerisinde kalıntı magnezyum oranının yüksek olması, oluşumu hızlandırır. Şekil 1.7'de fil derisi hatası bulunan bir malzeme yüzeyi görülmektedir.

Gaz boşlukları: Dökümlerde yaygın olarak görülen bir boşluk türüdür. Yuvarlak veya elips şekilli ve düzgün duvarlardan oluşur. Kalıp içerisinde hapsolan gazlardan veya yetersiz havalandırmadan kaynaklanır. Genellikle cüruf veya oksitlerle birlikte görülür. Bu boşluklar ağırlıklı olarak üst derecede ve kötü havalandırılmış bölgelerde meydana gelir. Boşluk oluşumu lamel grafitli/gri dökme demirde (EN-GJL), küresel grafitli/sfero dökme demire (EN-GJS) oranla daha fazladır. Şekil 1.8'de yoğun gaz boşluğu oluşmuş bir malzemenin yüzeyi görülmektedir.



Şekil 1.6- *416 tipi martenzitik çelikte merkezde yoğunlaşan makro segregasyon [5].*



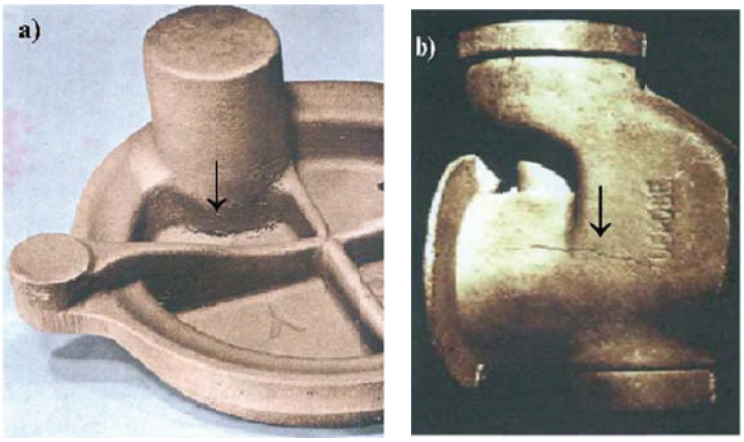
Şekil 1.7- *Döküm malzeme yüzeyinde görülen fil derisi hatası olarak tabir edilen yapı [6, 7].*



Şekil 1.8- *Dökümde görülen irili ufaklı yoğun gaz boşluğu hatası [6].*

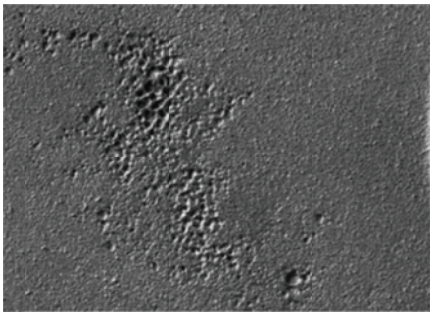
Büzülme çatlamaları veya sıcak yırtılma: Yırtılma veya çatlama, malzemenin döküm sıcaklığından ortam sıcaklığına soğutulması sırasında görülür. Tasarım ve malzemenin termal genleşme katsayısına (özellikle büzülme direncine) bağlı olarak meydana gelir. Genellikle karmaşık şekilli parçalarda keskin köşelerde ve et kalınlığının farklılaştığı bölgelerde daha çok görülür. Şekil 1.9'da sıcak yırtılma ile ilgili farklı örnekler verilmiştir.

Karıncalanma: Küçük ve homojen dağılımlı, yuvarlak ve parlak duvarlardan oluşan gaz boşluklarıdır. Oyuklar çok küçük noktalar şeklinde olduğu için *iğne başı hatası* olarak da adlandırılır. *Yüzey altı gaz boşlukları* olarak da bilinir. Gaz çıkışından dolayı meydana gelir. Yüzey ve yüzeyin hemen altında görülebilir (Şekil 1.10). Hidrojen gazı, hidrojen ve azot gazları ile CO-cüruf reaksiyonun neden olduğu hata türlerindendir. Çıplak gözle tespit edilebilir.

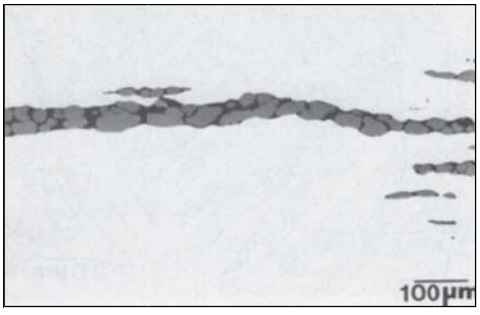


Şekil 1.9- *Sıcak yırtılma örnekleri. a) Bronz alaşımında keskin köşede meydana gelen yırtılma hatası. b) Kısıtlı daralma ve aşırı döküm sıcaklığından kaynaklı, kum döküm pirinç vana gövdesinde oluşan sıcak yırtılma hatası [6].*

Oksit veya madeni cüruf inklüzyonları: Sıcak metalin dökümü sırasında cüruf veya madeni cürufların sıvı içerisinde kalmasından dolayı meydana gelen hata türüdür. Şekil 1.11'de demir esaslı bir malzemede oluşan bir sıra halinde dizilmiş oksit inklüzyonları görülmektedir.



Şekil 1.10- *Döküm malzeme yüzeyinde görülen karıncalanma hatası [8].*



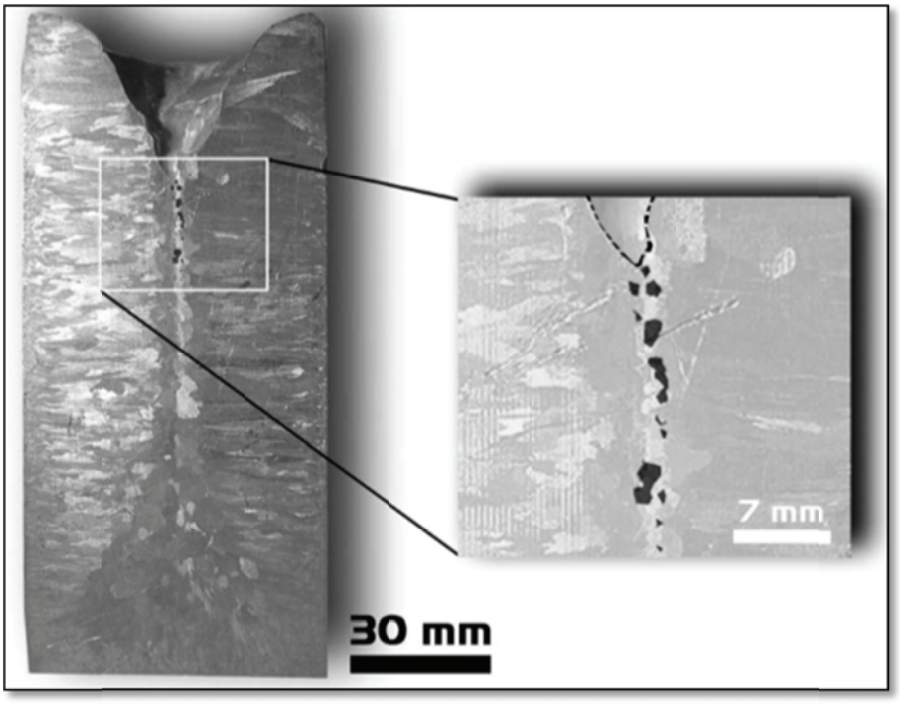
Şekil 1.11- *Parlatılmış Fe esaslı bir malzeme yüzeyinde görünen oksit inklüzyonu [9].*

Kaba kum kalıntı hatası: Döküm malzemelerin yüzeylerinde yaygın olarak görülen bir hata türüdür. İyi sıkıştırılmamış kalıp bölgesinde veya uygun büyüklükte olmayan kalıp kumlarının kullanılmasında sıkça karşılaşılır. Yüzey pürüzlülüğü şeklinde ortaya çıkar ve rahatlıkla tespit edilebilir.

Kum kalıntı hatası: Döküm sırasında yeterince sıkıştırılmamış kum kalıbın yerinden sökülmesiyle oluşan düzensiz şekilli boşluklardır. En sık rastlanan döküm hata türlerindendir. Yüzey pürüzlülüğü şeklinde görülebileceği gibi dökümü yapılan parça kalınlığında yer yer azalmalar şeklinde de görülür. Aşırı olması durumunda delinmelere sebep olur. Boşlukları diğer gaz boşlukları hatasından

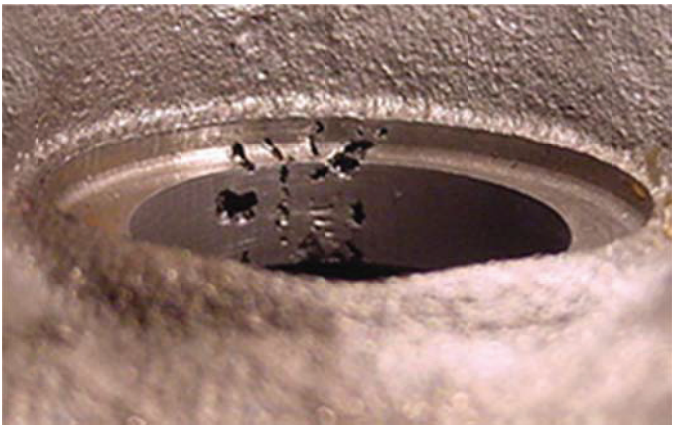
ayıran en önemli özelliği duvarların düzgün olmayışı ve boşlukların kum parçacıkları içermesidir.

Çekme boşlukları: Dökümün yetersiz sıvı beslenmesinden kaynaklanan düzensiz şekilli boşluklardır. Özellikle döküm malzemenin üst kısmında başlayıp tabana doğru uzanan bir hata şeklidir. Çekme boşlukları makro inceleme ile çok rahat bir şekilde tespit edilir. Segregasyonlarla beraber bulunduğundan tespiti çok daha kolaydır. Sık rastlanan bir hata türüdür. Şekil 1.12'de alüminyum malzemede oluşan çekme boşlukları görülmektedir.



Şekil 1.12- *Dökümde birincil ve ikincil çekme boşlularının görünümü [10].*

***Çekme gözenekleri*:** Düzensiz şekilli gözeneklerdir. Genelde büyük parçaların merkezinde ve ani değişim bölgelerinde sıvı metalin yetersiz beslenmesinden kaynaklı olabilir. Dökümde özellikle son katılaşan bölgede ergiyik metalin katıya dönmesi sırasında oluşturduğu hacim daralmasından dolayı meydana gelir. Şekil 1.13'te bakır bir malzemede çekmeden kaynaklanan aşırı gözenekli yapı görülmektedir.

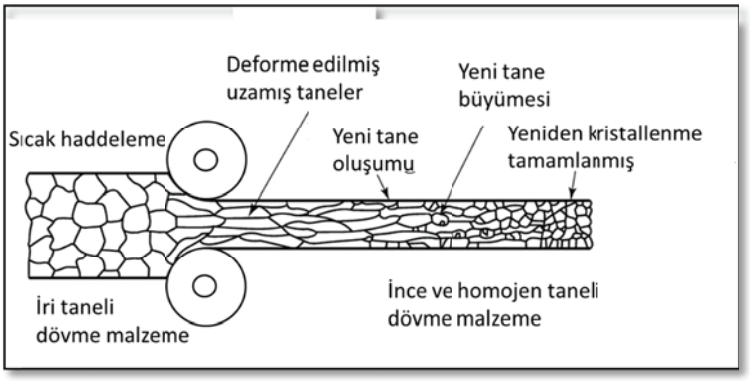


***Şekil 1.13**- Bakır malzemede çekmeden kaynaklanan gözenekli yapı [11].*

Parlak karbon kalıntısı: Kalıplama ve maça kumundaki fazla miktardaki karbon yapıcı maddelerden dolayı meydana gelir. Yapıdaki yoğunluk farkı nedeniyle döküm esnasında bazı malzemelerin belirli bölgelerde toplanmasından kaynaklanır. Kalıntılar özellikle küresel grafitli dökme demirlerde oksit ve cüruf hatalarıyla birlikte gözlenir. Döküm duvarına dik olarak bulunur. Döküm yüzeyinde parlak damarlar şeklinde görülür.

Hadde İngotlarda Makroskobik Gözlemler

Haddeleme, malzemelerin bir çift veya bir seri merdanenin arasından geçirilmek suretiyle plastik deformasyon yoluyla yassı geometrik şekil almasına yardımcı olan bir üretim aşamasıdır. Soğuk veya sıcak olarak yapılabilir. Sıcak haddeleme özellikle büyük kesitli malzemelere istenilen şekli vermede yaygın olarak kullanılırken, soğuk haddeleme genelde ince cidarlı malzemelerde düzgün yüzey kalitesi ve hassas ölçü toleransları elde etme amaçlı kullanılır. Sıcak haddeleme sırasında bozulan, kırılan ve belli bölgelerde uzamış olan tane yapısı, sıcaklığın etkisi ile yeniden kristalleşerek orijinal yapısına, yani eş eksenli yapıya dönüşür. Soğuk haddelemede ise malzemede yeniden kristalleşme oluşmaz ve haddeleme sırasında yapıda meydana gelen yönlenmiş ve bozulmuş taneler muhafaza edilir. Ancak sıcak haddelemeye göre yüzey kalitesi daha çok daha iyi ve ölçü toleransları daha hassastır. Şekil 1.14'te sıcak haddeleme sonucu makro yapıda meydana gelen değişimler şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 1.14- *Sıcak haddeleme sonucu makro yapıda meydana gelen değişimlerin şematik gösterimi.*

Hadde ingotlarda[2] yaygın olarak görülen makroskobik hatalar ve değişik yapılar aşağıda verilmiştir:

- ***Yüzey hataları:*** Malzemelerin imalatı sırasında oluşan yüzey düzensizlikleri şeklindedir. Bazı bölgelerde yüzey çıkıntıları, bazı bölgelerde ise yüzey çukurları şeklinde oluşur. Yoğun olması durumunda gözenekli yapıya benzer engebeli bir görünüm verir.
- ***Ek ve katman gibi hatalar:*** Ekler, çubuk yüzeyine dik durumdadır ve ısıl işlem eksenini takip eder. Katmanlar ise sıcak işlem (dövme, haddeleme vb.) sırasında yüzeye binme şeklinde görülür.
- ***Yüzey çatlakları:*** Malzemenin imalatı veya devamında yapılan uygun olmayan ısıl işlemlerden kaynaklanan çeşitli boyutlardaki çatlaklardır. Genelde yüzeye dik yönde görülür.
- ***Sertleştirilmiş bölgeler:*** Demir esaslı malzemelerde sertleştirme yapılmış bölgeler, eşit orandaki HCl-H_2O çözeltisi ile sıcak dağlama yoluyla rahatlıkla görülebilir. Su verilmiş ve sertleştirilmiş çelikler veya yüzey sertleştirme işlemi yapılmış çelikler ile haddelemiş malzemelerde yüzey ve hemen altındaki sertleştirilmiş bölgelerin belirlenmesinde yaygın olarak kullanılan bir metodudur. Yüzeyden merkeze doğru sertleşme kademeleri dağlama ile oluşan renk farkı ile rahatlıkla tespit edilebilir.
- ***Boşluklar:*** İngotun katılaşması sırasında yapı içerisinde kalan boşluklardır. Bu boşluklar segregasyonların oluşumu için ideal bir bölge oluşturur. Malzeme kesiti boyunca birçok bölgede görülmekle birlikte özellikle son katılaşmanın olduğu merkeze yakın bölgelerde yaygın olarak bulunur.

[2] *İngot*, çelik üretim prosesinde büyük hacimli kalıplara dökülerek elde edilmiş metal kütüklerdir

- ***Patlama oyukları:*** Genelde uygun olmayan sıcaklıkta yapılan işlemlerden dolayı meydana gelen gözenek veya çatlak şeklindeki hatalardır. Malzemenin merkez veya merkeze yakın bölgelerinde görülür.
- ***Merkez gözenekleri:*** Soğuma sırasında oluşan boşluk ve gaz çıkışından kaynaklanan ve malzeme merkezinde görülen süreksizliklerdir.
- ***Metal olmayan kalıntılar:*** Katılaşma sırasında genelde merkez veya merkeze yakın bölgelerde oluşur. Makro dağlama ile gözenekler yuvarlak veya elips şeklinde görünür. Zaman zaman karıncalanma ile karıştırılabilir. Sıcak dağlamadan sonra bu inklüzyonlar, dağlama oyukları şeklinde bir görüntü sergiler.
- ***Metalik segregasyonlar:*** İngotun katılaşması sırasında yapıya giremeyen ve en son katılaşma bölgesine doğru sürüklenen farklı fazlardan kaynaklanan ve merkeze yakın bölgede yoğunlaşan metalik kalıntılardır. Malzeme bileşimine bağlı olarak mikro veya makro boyutta oluşabilir.
- ***Dahili çatlaklar ve pulcuklar:*** Yüzey bölgesinde pullanma veya soğuma çatlamaları, malzemede fazla miktarda bulunan hidrojenden kaynaklanır. Hidrojen içeren ortamda bulunan ve metal yüzeyi ile temas halindeki atomik hidrojen, özellikle HMK yapı içerisine hızlı bir şekilde difüze olur. Yerleşeceği uygun ortam bulamadığı zaman yapıyı terk eder. Değilse malzeme içerisinde bulunan boşluk veya hatalı bölgelere yerleşerek zamanla moleküler hale geçer. Çok fazla miktarda bir araya gelen atomik hidrojen, moleküler hale geçtiğinde yapıda gerilmelere ve bunun sonucu olarak çatlama veya kırılmaya sebep olur.
- ***Dekarburizasyon bölgesi:*** Yüzey veya yüzeye yakın bölgedeki karbonun yanması veya yüzeyden uzaklaşması ile yüzey ve hemen altındaki belirli bir bölgenin karbonsuzlaşması veya karbon bakımından fakirleşmesidir. Çok yaygın karşılaşılan bir hata türüdür. Makro inceleme sırasında karbon bakımından fakir olan bu bölgeler ingot veya metal bloğun yüzeyinde dağlama ile parlak veya daha açık renkte bir görüntü verir.
- ***Karbürizasyon bölgesi:*** Katı, sıvı veya gaz karbon vericilerle malzemenin yüksek sıcaklıkta teması neticesinde karbonca fakir olan yüzey bölgesinin, karbonca zengin bir bölgeye dönüştürülmesi işlemidir. Dekarbürizasyonun tersi olan bu işlemde, makro inceleme sırasında karbonca zengin ve aynı zamanda sert olan yüzeyin iç kısımlardan daha koyu görünmesine neden olur.
- ***Akma çizgileri:*** Sıcak işlem neticesinde malzeme boyunca görülür. Özellikle kapalı kalıpta sıcak deforme edilen malzemelerde meydana

gelen plastik akış, sıcak derin dağlama ile ortaya çıkarılır. Dağlama, yönlenmiş kalıntılara, sert ikincil fazlara ve segregasyonlara daha fazla etki eder. Talaş kaldırarak yapılan imalat yöntemlerinde yapıda süreksizlik olduğundan, sürekli plastik akış hatlarına sahip deformasyonla şekillendirilmiş malzemede daha yüksek dayanım görülür.

- ***Tane yönlenmesi:*** Malzemelere uygulanan mekanik işlemlerden dolayı tanelerde belli doğrultu ve düzlemlerde yönlenmeler meydana gelir. Meydana gelen bu yönlenmeleri makro dağlama ile görmek mümkündür.

MAKRO DAĞLAMA UYGULAMA ALANLARI

Makro dağlama metalik malzemelere sıcak veya soğuk olarak uygulanmaktadır. Yapıdaki düzensizlik ve değişiklikler, metalografik olarak hazırlanan numunenin hem enine, hem de boyuna kesitinde görülebilir. Fakat genellikle enine kesitte detaylar daha iyi görülür. Bu nedenle birçok durumda enine kesit tercih edilir. Aşağıda makro dağlama ile elde edilen yapı ve bu yapılara ait özellikler verilmiştir.

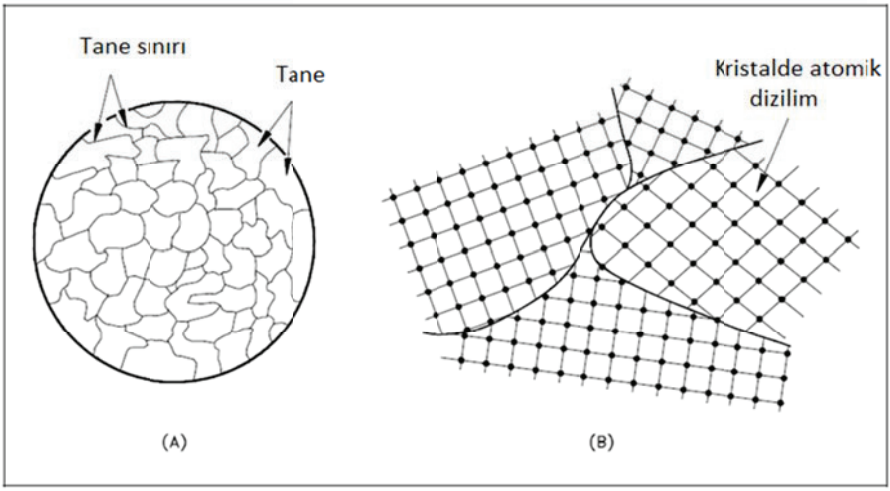
Katılaşma Yapılarının İncelenmesi

Saf metaller normal olarak çok kristalli kütleler halinde katılaşır. Ancak yönlü katılaşma yöntemi ile sütunsal taneli veya tek kristalli olarak katılaşma da mümkündür. Bu çalışmalara mümkün olduğunca saf metallerle başlamak ve kristalin büyümesi sırasında malzemenin saflığını muhafaza etmesini sağlamak önemlidir. Tek kristalli olarak düşük dislokasyon yoğunluğunda üretilen saf metaller çok yumuşaktır. Daha sonra gerçekleştirilen mekanik ve ısıl işlemlerde gereken özen gösterilmelidir. Saf metallerin katılaşmaları, önce çekirdekleşme ve bunların etrafında tane oluşumu ile başlar ve daha sonra tane büyümesi görülür. Şekil 1.15'te bir malzemede tane yapısı, tane sınırları ve kristaldeki atom dizilişi şematik olarak gösterilmiştir.

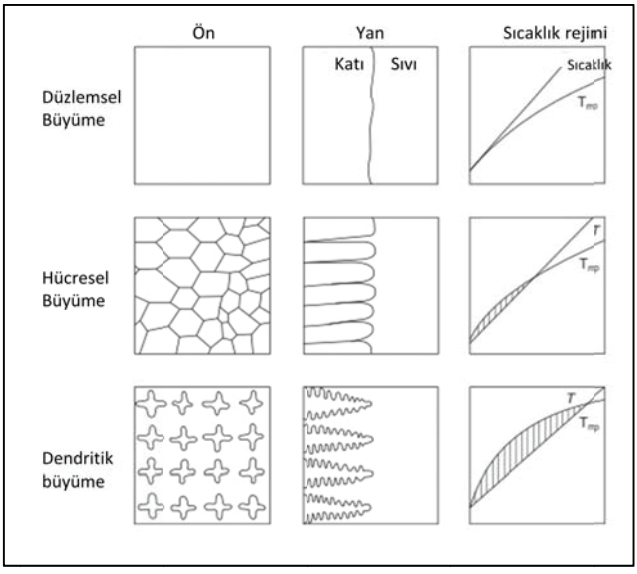
Düşük süper ısı durumunda katılaşma genellikle soğuk kalıp duvarlarından başlayarak numune içlerine doğru devam eder. Yüksek aşırı ısıtma (süper ısı) durumunda kalıp, dökümü yapılacak malzemenin ergime noktasının üzerindeki bir sıcaklığa ısıtılabileceği için çekirdekleşme, duvarlardan ziyade ergiyik sıvı içerisinde gerçekleşir. Bazı durumlarda çekirdekleşmeyi sağlayacak ve kolaylaştıracak aynı zamanda da tane incelmesine katkıda bulunacak çekirdekleşme elemanları (aşılayıcılar) katılır. Bu sayede homojen ve ince taneli yapı elde edilir. Bu tür yapılar daha yüksek mekanik özellikler sergiler.

Saf metallerde genelde dendritik büyüme görülür. Dökümlerde tane yapısı, çekirdekleşme ve daha sonra devam eden tane büyümesi ile doğrudan ilgilidir.

Çekirdekleşmenin kalıp duvarlarında değil de ergiyik içerisinde olması isteniyorsa soğutma, aşırı soğutma şeklinde olmalıdır. Bu durumda ilk büyüyen taneler dendritik yapıda olacaktır. Büyüme komşu tanelerle karşılaşıncaya kadar devam eder. Şekil 1.16'da soğumaya bağlı olarak değişen tane görünümü verilmiştir.



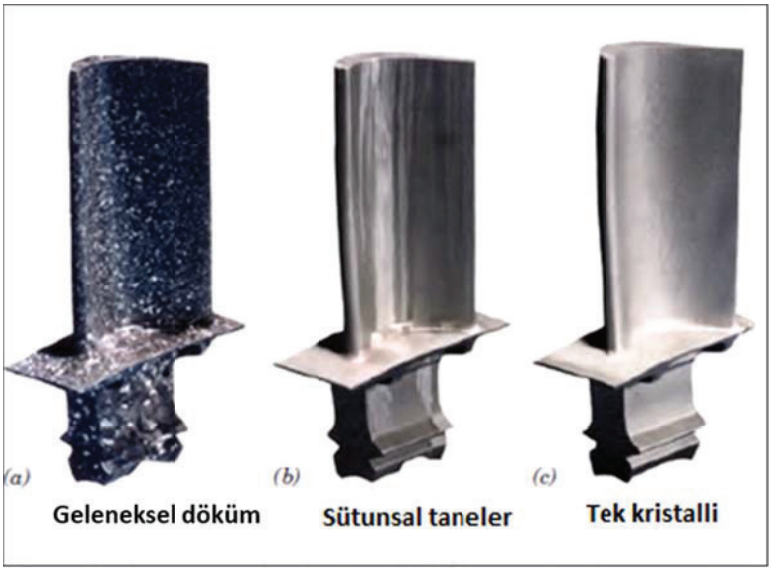
Şekil 1.15- *Tane ve tane sınırlarının görünüm. (A)'da tane yapısı mikroskobik olarak görülürken (B)'de atomik yapı, taneler arasındaki farklı yönlenmeler ve tane sınırları şematik olarak gösterilmektedir [12].*



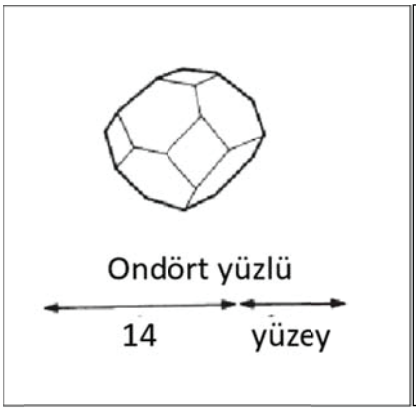
Şekil 1.16. *Kimyasal bileşimden kaynaklı aşırı soğutma artışına bağlı olarak büyüme morfolojisinin düzlemden hücresele ve dendritiğe geçişi [13].* ***T****:Ergime sıcaklığı,* T_{mp}*:Sıvılaşma sıcaklığı.*

Kalıp duvarlarından başlayan çekirdekleşme sırasında çoğu malzeme halâ ergiyik haldedir. Bu durumda ergiyiğin alt soğuma olduğu soğuk duvar kısmında dendritin kısa kenarı büyür. Böyle durumlarda katılaşma kalıp duvarlarından içeriye doğru gerçekleşir. Duvarlarda çekirdekleşen taneler, ısı akışına bağlı olarak uzunlamasına bir hâl alır ve böylece sütunsal taneler oluşur. Bazı taneler bunlara katılarak tercihli yönlenme meydana gelir. Şekil 1.17'de ince taneli, sütunsal taneli ve tek taneli olarak üretilmiş türbin kanatçığı verilmiştir. Bunlardan ince taneli yapılar düşük sıcaklıklarda yüksek dayanım sergilerken, sütunsal ve tek taneli yapılar özellikle yüksek sıcaklıkta sürünmeye maruz ortamlarda başarı ile kullanılmaktadır.

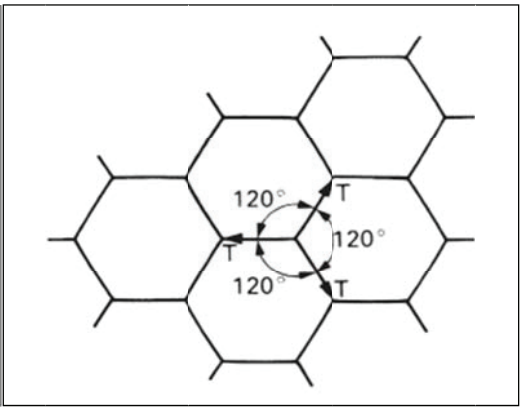
Dendritik yapı, alt soğuma yapan tüm saf metallerde görülür. Dendritik büyüme, difüzyon işleminden kaynaklanan (saf metaller sadece termal difüzyon gösterir) katı-sıvı ara yüzeyindeki dengesizlikten dolayıdır. Alaşımlarda ise, kimyasal difüzyondan dolayı oluşan ara yüzey kararsızlığı dendritik büyümeye sebep olur. Yüksek sıcaklıkta tane sınırları çok hareketlidir. Yapıda bulunan az miktardaki safsızlık kama etkisi yapar ve tane sınırı hareketini engeller. Başlangıç tane boyutu büyükse daha sonraki büyüme nispeten azdır. Ancak her tane, enerjisini en düşük seviyeye indirmek için belirli şekil ve açıda olmak ister. Bu açı genelde 120° ve yapı da 14 yüzlüdür (Şekil 1.18 ve Şekil 1.19).



Şekil 1.17- *Farklı yöntemlerle üretilmiş ve değişik tane yapısına sahip türbin kanatçıkları. (a) Geleneksel döküm yöntemi ile üretilen ince taneli türbin kanatçığı. (b) Yönlü katılaşma yöntemi ile imal edilmiş yönlü, sütunsal tanelerden oluşan yüksek sıcaklık sürünme dayanımı artırılmış türbin kanatçığı. (c) Tek kristalli türbin kanatçığı, tane sınırı olmaması neticesinde sürünme dayanımı daha da artırılmıştır [14].*



Şekil 1.18- *Malzemelerde en sık görülen on dört yüzlü tane yapısı [15].*



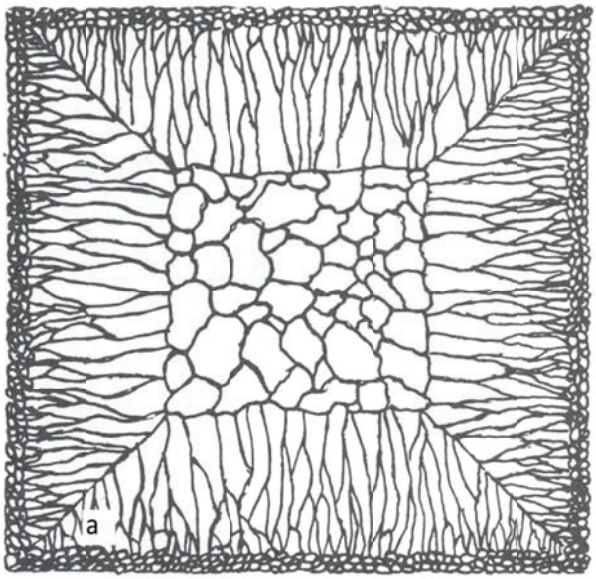
Şekil 1.19- *Tane sınır enerjisini en düşük seviyede tutan 120^o açılı tane sınır yapısı [15].*

Katılaşma Yapıları

Metal ve alaşımlarının işlem aşamalarında katılaşma, en önemli safhalardan biridir. Metal servis şartlarında hiçbir işlem görmeden döküldüğü durumda, ısıl işlem gördüğü şekli ile veya biçimlendirildiği şekilde kullanılır. Döküm yapısı, servis şartlarındaki özelliklerin belirlenmesi açısından önemlidir. Katılaşmış alaşım yapılarda makro boyutta yapılan incelemelerde karşılaşılan problemler; tane büyümesi, makro gözeneklilik veya ilave alaşım elementlerinden kaynaklanan büyük döküm hataları (*makro segregasyonlar*) gibi üç farklı şekilde verilebilir. Daha detaylı incelemede, tane yapısı içerisindeki küçük kimyasal bileşim homojensizlikleri (*mikro segregasyonlar*) veya ikinci faz segregasyonları, inklüzyonlar ve mikro gözenekler görülebilir.

Döküm yapıların soğuması sırasında oluşan çökeltiler gibi, katı yapı dönüşümlerini oluşturan döküm işlemi, modifikasyon ile değiştirilebilir. Bunlar nanometre boyutundan mikrometre boyutuna kadar olan çok küçük çökeltilerdir ve bunlarla ilgili daha geniş bilgi mikro inceleme kısmında verilmiştir. Düşük karbonlu, düşük alaşımlı çeliklerde katılaşma ve deoksidasyon işleminden bağımsız olarak tipik dendritik yapılar oluşur. Katılaşmış çelik ingot döküm ve kütükte ise döküm şarjına bağlı olarak hem sütunsal hem de eş eksenli yapı, bazen her ikisi birlikte görülür. Çelik ingotun dış kısmında çil yapı, daha sonra sütunsal yapı ve merkezi bölgesinde ise eş eksenli veya düzensiz şekilli yapı görülür (Şekil 1.20). Küçük eş eksenli taneler, kalıp duvarlarından ve çil bölgesinden çekirdekleşir. Bu kristallerin bazıları dendritik olarak sıvıya doğru, bazıları ısı akış bölgesine doğru sütunsal şekilde büyür. Merkezde eş eksenli veya düzensiz şekilli yapı, sıvıdan dendritik kristalin çekirdekleşmesi ve büyümesi ile veya sıvıdan konveksiyonla dendritik kolların büyümesi ile oluşur.

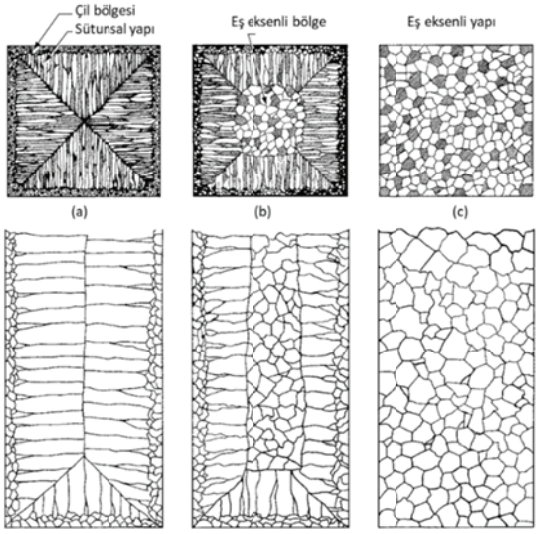
Katılaşma yapılarının makro dağlama ile detaylı bir şekilde incelenmesi mümkündür. Şekil 1.20'de makro dağlama ile elde edilen küçük laboratuvar boyutundaki ingotun şematik çizimi verilmiştir. Dış kısımda hızlı soğuma ve kalıp duvarlarında kolay tutunma ve çekirdekleşmeden kaynaklanan ince eş eksenli taneler (çil yapı), daha içerilerde çil yapı üzerinde büyüyen sütunsal taneler ve merkez bölgesinde ise en son katılaşan eşeksenli veya düzensiz tane yapısı görülmektedir. Şekil 1.21'de aynı tip kalıba dökülmüş saf metal, katı çözelti alaşımı ve çekirdekleşme elamanı ilaveli dökümlerde oluşan tane yapılarındaki farklılıkları gösteren şematik çizim verilmiştir.



***Şekil 1.20**- Bir çelik ingottan elde edilen numunenin derin dağlama neticesindeki enine yapısının şematik görünümü. Yapıda en dışta ince eş eksenli çil yapı, daha içerde sütünsal yapı ve merkezde ise eş eksenli veya düzensiz yapı bulunmaktadır [16].*

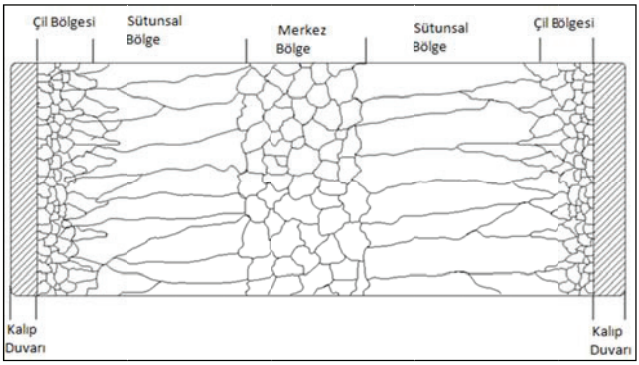
Döküm ingot malzemede katılaşma sırasında oluşan tane yapıları dışarıdan içeriye doğru sırası ile çil yapı, sütunsal yapı ve merkezde görülen eş eksenli veya düzensiz şekilli yapılardır. Bunlar ve oluşumları ile ilgili kısa bilgi aşağıda verilmiştir:

- ***Çil yapı bölgesi:*** Küçük ve keyfi olarak yönlenmiş tanelerden oluşur. Dış bölgelerde soğuk kalıp duvarlarından dolayı hızlı soğuma gerçekleşir. Çekirdekleşme genelde hızlı soğuma ve tutunmanın ve buna bağlı olarak çekirdekleşmenin kolay olduğu kalıp duvarlarından başlar. Kalıp duvarları ve çevreden ısı kaybı gerçekleşir. Bu da çekirdekleşmeyi ve ince tane oluşumunu kolaylaştırır (Şekil 1.22).



Şekil 1.21- *Dikdörtgen bir kalıba dökülen üç döküm yapısının boyuna ve enine yönde şematik gösterimi. (a) Saf metal, (b) katı çözelti alaşımı, (c) çekirdekleşme elemanı kullanılarak yapılan döküm [17].*

- ***Sütunsal taneli bölge:*** Çekirdekleşme tamamlanmıştır. Taneler büyüme ve ısı akışına bağlı olarak yönlenme göstermektedir. Sütunsal taneler çil bölgesinden başlayarak kalıp içlerine doğru uzun ve ince tanelerden oluşur (Şekil 1.22).
- ***Merkez bölgesi****:* Bu bölge net olarak sadece alaşımlarda görülür (Şekil 1.21.b ve Şekil 1.22). Taneler keyfi olarak yönlenme göstermektedir. Soğuma bu bölgede daha yavaştır. En son katılaşan bölge olduğu için segregasyon ve yabancı madde bakımından zengindir. Eş eksenli veya düzensiz şekilli tanelerden oluşur. Şekil 1.22'te soğumaya bağlı olarak oluşan bölgelerle ilgili boyuna yönde kesit yapı şematik olarak verilmiştir. Şekil 1.23'te ise 1150^{o}C sıcaklıkta uzun süre çalışmak üzere kapalı döngü gaz türbini için geliştirilmiş demir esaslı PM 2000 malzemenin iri, uzun ve birbirine geçmiş tane yapısı görülmektedir. Şekil 1.24'te de yüksek saflıktaki kurşun döküm malzemenin makro yapısı görülmektedir. Numunenin dış kısmında ince tane yapısı görülürken, numune içerisine doğru daha iri ve uzun sütunsal taneler bulunmaktadır. Tane oryantasyonu ve buna bağlı olarak dağlama etkisinden kaynaklanan renk farklılığı her bir tanede net olarak görülmektedir.



***Şekil 1.22**- Büyük bir döküm ingotun kalıp duvarlarından merkeze doğru buyuna tane yapısını gösteren kesit görümü [3].*



***Şekil 1.23-** Fe esaslı süperalaşım PM 2000'de yüksek sıcaklık için uygun girintili-çıkıntılı tane sınırlarının optik mikroskop görünümü X100 [18].*



***Şekil 1.24**- Yüksek saflıkta kurşun malzemenin tane yönlenmesinden dolayı olşan renk farklılığının makro yapıda görünümü X2 [19].*

MAKRO İNCELEME YÖNTEMİYLE TESPİT EDİLEN DEFORMASYON MODELLERİ

Makroskobik inceleme ile tespit edilebilen metalografik özellikler arasında mekanik fiberleşme, akma çizgileri, gerinim izleri, kayma ve lüders bantları sayılabilir. Bunlarla ilgili kısa bilgi ve örnek yapılar aşağıda verilmiştir:

Mekanik Fiberleşme

Plastik deformasyon sırasında metal akışına bağlı olarak tane sınırları, ikinci fazlar ve inklüzyonların belirli bir doğrultuda yönlenmesi ve bir sıra şeklinde düzenlenmesidir. Bu şekilde bir fiberleşme söz konusu olduğunda makro dağlanmış numunede akma çizgileri görülebilir. Fiberleşme genellikle mekanik özelliklerde anizotropiye neden olur.

Akma Çizgileri

Makro dağlama, metallerin soğuk veya sıcak şekillendirilmelerinden dolayı oluşan akma çizgilerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bilindiği gibi malzemelerde plastik akış, sıcaklık artışı ile artar. Haddeleme, dövme veya kapalı kalıpta şekillendirme gibi sıcak şekillendirme işlemlerinde malzemelerde meydana gelen plastik akış ve bunun sonucu yapıda akma çizgileri oluşur. Akma çizgileri çeliğin özellikle kapalı kalıpta sıcak şekillendirilmeleri sırasında daha net bir şekilde ortaya çıkar. Malzeme deformasyon sırasında yeniden kristalleşme sıcaklığının üzerinde bir sıcaklığa ısıtıldığında, şekillendirme ile beraber yeniden kristalleşme meydana gelir ve malzemede deformasyon sertleşmesi görülmez.

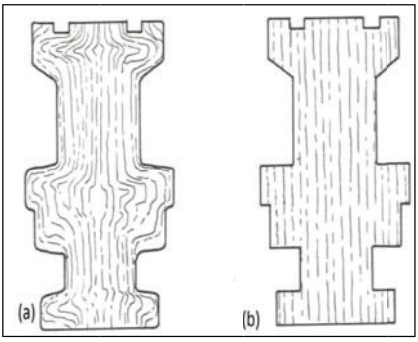
Metaller döküldükleri şekilde kırılgan olduklarından dolayı kullanım için pek uygun değildir. Bunun sebebi, hem iri tane yapılı olması, hem de safsızlıkların tane sınırlarında veya belirli bölgelerinde toplanmasındandır. Bu da mekanik özellikleri olumsuz yönde etkiler. Sıcak şekillendirme sırasında tane yapısında incelme meydana geldiği gibi kalıntılarda da homojenleşme görülür. Böylece kırılganlık azalır. Mekanik özelliklerdeki bu iyileşmeden dolayı kapalı kalıpta sıcak şekillendirilen malzemeler otomotiv sektörü, uzay sanayi motor parçaları ve silah sanayi gibi ağır çalışma ortamlarında kullanılacak parçalar için tercih edilir.

Sıcak şekillendirmede özellikle dövme sırasında oluşan fiber yapı, kalıp duvarlarını takip eder. Uygun kalıp kullanılmaması veya gereğinden fazla malzeme kullanılması durumunda fazla malzeme, çapak olarak kalıptan dışarı taşar. Bu durumda kalıptan taşan malzemeyi istenilen şekle getirebilmek için talaş kaldırma işlemleri uygulanır. Talaş kaldırma sırasında kesilen ve plastik akıştaki sürekliliği bozulan fiber yapı, sıcak şekillendirilmiş yapıadaki mekanik dayanımı gösteremez. Böyle bir malzemede kırılma, çapağın ve dolayısıyla fiber sürekliliğinin kesildiği bölgelerde daha kolay gerçekleşir. Bu bakımdan dövme parçalarda çapağın çıkış yeri malzemede minimum gerilmenin oluştuğu bölgede seçilmelidir. Dövme malzemenin, aynı kimyasal bileşimdeki talaş kaldırılarak üretimi yapılan malzemeye tercih edilmesinin sebebi de yukarıda bahsedilen yapıdaki sürekliliğin bozulmamış dolayısıyla daha yüksek dayanım göstermesindendir. Şekil 1.25'te aynı geometriye sahip parçanın kapalı kalıpta dövme ve haddelenmiş kütükten talaş kaldırılarak imalatı sırasında oluşan akma çizgilerindeki farklılık şematik olarak gösterilmiştir.

Demir esaslı malzemedeki akma çizgileri olarak da adlandırılan bu tür fiberleşmeyi metalografik olarak ortaya çıkarmak oldukça kolaydır. Bunun için çelik malzeme önce uygun yönde kesilir. Dağlamadan önce numune yüzeyi düzgün bir şekilde hazırlanır. Kesilen yüzey genelde 280'lik zımpara ile zımparalanır. Daha sonra numune bir birim HCl ve bir birim H_2O'dan oluşan

çözelti içerisinde fiber yapı görününceye kadar daldırılarak dağlanır. Dağlama sırasında çözelti sıcaklığının 70-80˚C olması iyi netice verir. Sıcaklığın çok iyi kontrol edilmesi gereklidir aksi halde çözeltinin atak ettiği yüzeylerde akma çizgilerini bozan oyuklar oluşabilir. %10-12'lik amonyum persülfat [$(HN4)_2\ S_2O_8$] çözeltisi de oda sıcaklığında dağlama için tercih edilektedir. Bu çözelti hızlı bir şekilde renk kontrastı sağlar.

Derin dağlama ile elde edilen akma çizgileri sayesinde malzemenin deformasyonu sırasında oluşan plastik akma yönleri tespit edilebilir. Şekil 1.26'da AISI 4340 çeliğinin kapalı kalıpta şekillendirilmesi sırasında meydana gelen akma çizgileri derin dağlama ile net olarak görülmektedir. Akma çizgilerinden, malzemenin şekillendirilmesi sırasında hangi bölgelerde ne tür bir akma meydana geldiği açık olarak görülmektedir. Şayet akma çizgileri yeterince net değilse daha net görüntü elde edebilmek için derin dağlanmış yüzeye önce çini mürekkebi sürülür ve daha sonra bu yüzey uygun bir bezle temizlenerek oldukça net görüntü elde edilir. Dağlama sırasında ince fırça ile numune yüzeyini fırçalamak, akma çizgilerinin görünmesine yardımcı olur.



***Şekil 1.25**- Kapalı kalıpta sıcak dövme ile imal edilmiş bir malzemede sürekli akma çizgileri (a) ve sıcak haddelenmiş kütükten talaş kaldırma yöntemi ile imal edilmiş bir malzemenin kesintili akma çizgilerinin (b) şematik gösterilişi [20].*



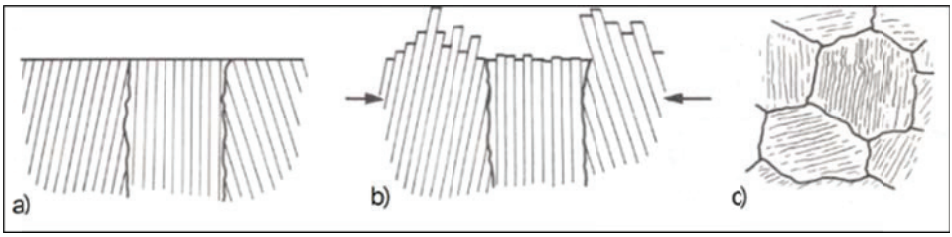
***Şekil 1.26**- 4340 çeliğinden kapalı kalıpta sıcak dövme ile imal edilmiş malzemenin herhangi bir kesintiye uğramamış akma çizgilerinin boyuna kesitte görünümü 0.75X [21].*

Gerinim İzleri

Plastik akmadan sonra parlatılmış ve dağlanmış yüzeylerde görülür. Bu işaretler plastik kaymanın olduğu düzlemleri gösterir. Bu farklılık muhtemelen kayma düzlemlerindeki dislokasyonlardan kaynaklanan bölgenin tercihli dağlanmasından dolayıdır. Mikroskop altında bu bölgeler daha açık renkli görülürken deformasyona uğramamış diğer bölgeler daha koyu renkte görünür.

Kayma Bantı

Özellikle sac malzemelerin haddelenmesi sırasında meydana gelir ve makro inceleme ile rahatlıkla tespit edilebilir. Sünek bir metal veya alaşımın tane yapısını görmek üzere parlatılıp dağlandığında ve daha sonra dağlanmış yüzeyde hasar oluşturmayacak biçimde bir mengene yardımı ile yanlarından sıkıştırılıp yaklaşık 100X büyütmede incelendiğinde, kaymadan dolayı oluşan yükseltilerden kaynaklı gölgelenme insan saçı yapısına benzer şekilde görülür. Kayma bantının oluşumu ve görünümü ile ilgili şematik gösterim Şekil 1.27'de, Cu malzemede kayma bandının görünümü Şekil 1.28'de verilmiştir. Al, Cu, Au gibi YMK yapılı metallerde kayma genelde (111) düzlemlerinde olur. Çünkü kristaldeki bu düzlemler arasındaki dikey mesafe diğer düzlemlerden daha büyük ve bu düzlemlerdeki atom yoğunluğu diğer düzlem ailelerinden daha fazladır.



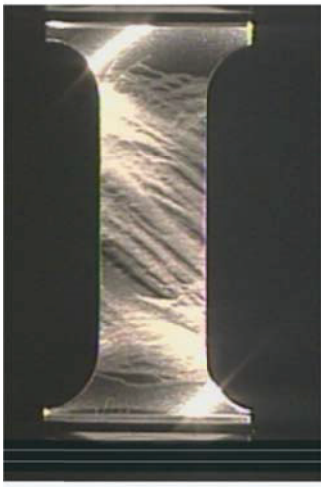
Şekil 1.27- *Akma noktasının üzerinde deforme edilen metalde akma bantının oluşumunun şematik gösterimi. (a) Gerilmeden önce, (b) gerilmeden sonra, yaklaşık 40 atom genişliğinde ve 400 atom yüksekliğinde atomlar, metal yüzeyinde (c) de görüldüğü gibi görüntü oluşturur [20].*



Şekil 1.28- *Bakır malzemede kayma bantının görünümü. Parlatılıp dağlandıktan sonra mengene ile sıkıştırılan numunenin orta kısmında kayma bantı net olarak görülmektedir 200X [20].*

Lüders Bantları

Lüders bantları genellikle demir esaslı sac malzemelerin bazen de Al, Mg gibi alaşımların derin çekilmesi sırasında görülür. Yüzey işaretleri veya yüzey pürüzlülüğü şeklinde görülür. Malzemenin şekillendirilmesi sırasında düzensiz akmadan dolayı meydana gelir. Bu olay süreksiz veya homojen olmayan akma şeklinde de anılır. Plastik akış lüders çizgileri içerisinde oluşur. Şekil 1.29'da lüders bantı oluşmuş bir malzemenin görünümü verilmiştir.



***Şekil 1.29**- Lüder bantı oluşmuş bir malzemenin görünümü [23, 24].*

Tane Boyutu

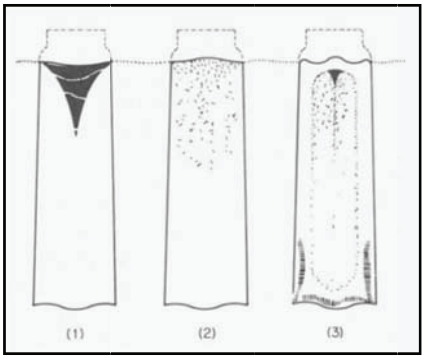
Daha önceki makro yapı resimlerinde de görüldüğü gibi makro dağlama genellikle döküm, hadde veya kaynaklı yapıların iri taneli yapılarını göstermede yaygın olarak kullanılır. Şekil 1.30'da AISI 1020 yarı sakin dökülmüş[3] (yarı söndürülmüş) çelikten imal edilen fırın sepetinin kulp kısmının kesiti görülmektedir. Malzemenin dış kısmı yüksek sıcaklıktan dolayı dekarbürize olmuş ve kaba yapılıdır. Bu yapının makro dağlama ile tespiti oldukça kolaydır. İnce taneli iç kısım ise gölgemsi ve mat bir görünümdedir. Bunlardan başka döküm ötektik alaşımlarını da aynı metotla incelemek mümkündür. Şekil 1.31'de sakin, yarı sakin ve kaynar döküm örnekleri şematik olarak verilmiştir. Şekil 1.32-1.33'te farklı malzemelere ait makro yapılar verilmiştir. Şekil 1.32'de IN 718 döküm alaşımının homojenleştirme ısıl işlem neticesinde malzemenin enine ekseni boyunca farklı büyüklükte tane yapısını gösterir makro yapısı ve aynı alaşımın homojenleştirme ısıl işlemi sonrası irileşen tane yapısı görülmektedir. Şekil 1.33'te alüminyum döküm malzemede dendritik yapının makro ve mikro yapıda elde edilen görünümü verilmiştir.

---

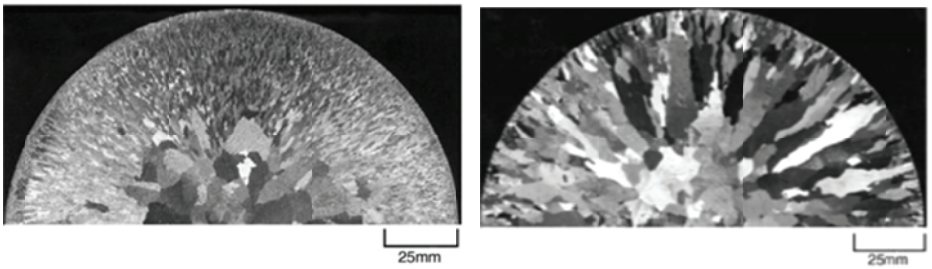
[3] Döküm sırasında ergiyik demirin içerisindeki oksijen miktarının fazla olması durumunda ergiyikte kaynama meydana gelir. Bu şekilde yapılan döküm işlemine *"kaynar döküm"* denir ve bu şekilde imal edeien malzemenin mekanik özellikleri düşüktür. Bu durumu ortadan kaldırmak ve yapı içerisinde oksijeni bağlamak için döküm işlemi sırasında ergiyik içerisine külçe Al ilave edilir. Al oksijenle reaksiyona girerek Al_2O_3 oluşturur ve kaynamayı durdurur. Bu şekildeki döküme "*sakin döküm*" denir ve mekanik özellikleri yüksektir. Elde edilen çelik doğru bir terim olmamakla beraber "*öldürülmüş çelik*" olarak da adlandırılır, bu isim İngilizce "killed steel"den kaynaklanmaktadır. Az miktarda Al ilavesi ile yapılan döküm işlemine ise "*yarı sakin döküm*" işlemi denir.



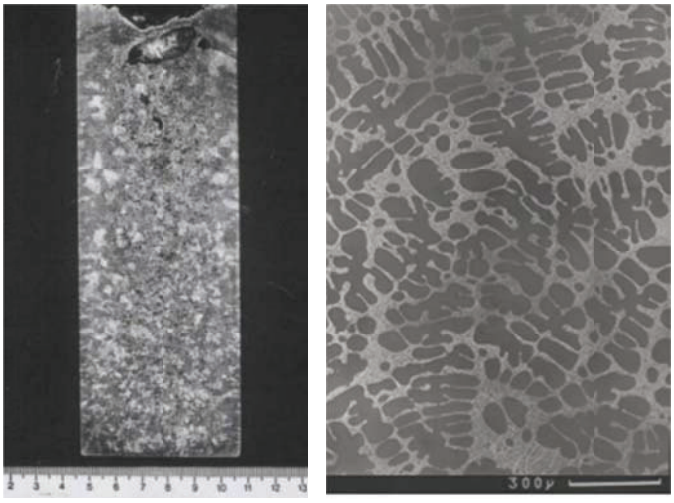
Şekil 1.30- *Yarı sakin dökülmüş AISI 1020 çeliğin kaba dendritik yapısı ve dış kısmında oluşan dekarbürizasyon bölgesinin makro dağlama ile görünümü, X2 [22].*



Şekil 1.31- *İmalat farklılığına bağlı olarak ortaya çıkan üç farklı ingot yapısı. (1) Sakin döküm, (2) yarı sakin döküm, (3) kaynar döküm [16].*



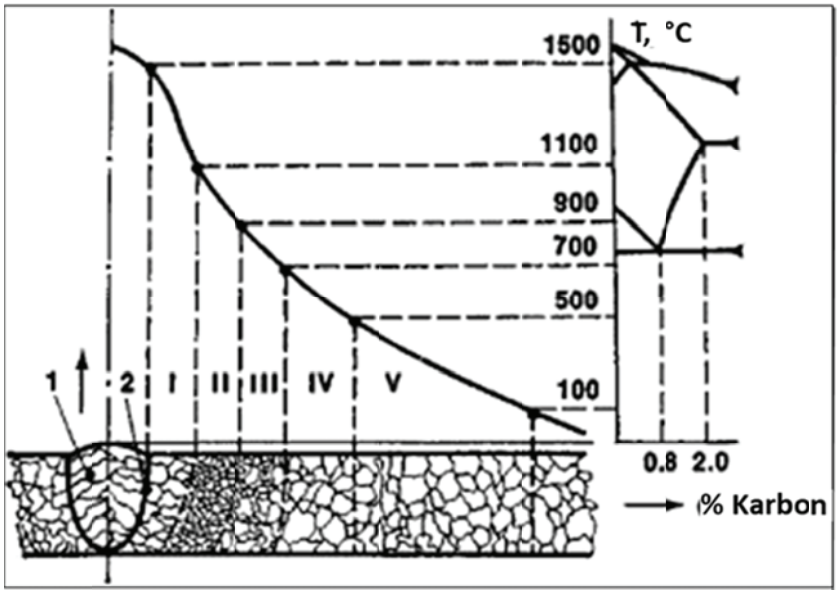
Şekil 1.32- *IN 718 döküm alaşımının homojenleştirme ısıl işlemin enine ekseni boyunca makro yapısının görünümü (solda), soldaki alaşımın homojenleştirme ısıl işlemi sonra daha da irileşmiş tane yapısnı gösterir makro yapısı (sağda) [23].*



Şekil 1.33- *Al dökümde dendritik yapının makro ve mikro yapda görünümü [24].*

KAYNAK BÖLGESİ

Kaynağın endüstrideki öneminden dolayı, değişik şekillerde incelenmesi gerekmektedir. Bu incelemede metalografik yöntem ve buna bağlı olarak makro inceleme anahtar rolü üslenmektedir. Bir kaynak bölgesini üç kısımda incelemek mümkündür. Bunlar; kaynak metali, ısıdan etkilenen bölge ve ana metaldir. Bu bölgeler ve oluştukları sıcaklıklarla ilgili şematik resim, Fe-C denge diyagramı ile ilişkili olarak Şekil 1.34'te ve bunlarla ilgili kısa bilgi aşağıda verilmiştir:



***Şekil 1.34**- Kaynak bölgesinin yapısı ve sıcaklık dağılımının Fe-C denge diyagramı yardımı ile gösterilmesi. (I) Aşırı ısıtma bölgesi, (II) ince taneli (normalize) bölge, (III) kısmi ince taneli bölge, (IV) yeniden kristallenmiş bölge, (V) yaşlanmaya uğramış bölge, (1) kaynak bölgesi, (2) ergiyik bölge [25].*

Kaynak Bölgelerinin İncelenmesi

Kaynak metali

Ergitmeli kaynak yöntemlerinde kaynak metali; birleştirilen metaller, ilave metal, koruyucu toz, koruyucu gaz ve örtünün bileşiminden meydana gelen bir bütündür. Bu bileşenler kaynak yapılacak malzemenin geometrisi ve ısı sağlayıcısı ile birlikte kaynak metalinin bileşimine etki eder. Kaynak işlemi gerçekleştirildiğinde kaynak metali ile birlikte bir ergime hattı, **I**sı **T**esiri **A**ltındaki **B**ölge (ITAB) ve ısıdan etkilenmemiş ana malzeme sırasıyla meydana gelir.

Isı tesiri altındaki bölge (ITAB)

Kaynaklı birleştirme sırasında malzemelerde ergime çizgisinin ana metal tarafında, ısıdan dolayı mikro yapısı değişime uğramış bölgesidir. Bu bölge düşük

karbonlu çeliklerin kaynağında uygulanan tekniğe de bağlı olarak yaklaşık 1450-700 ^{o}C arasındadır. Burada ulaşılan sıcaklığa bağlı olarak değişen mikro yapı ve farklı özellikler gösteren bölgeler aşağıda kısaca verilmiştir:

İri taneli bölge: Kaynak metali sınır çizgisinden başlayan ve kaynak esnasında 1450-1200^{o}C arasında bir sıcaklığa maruz kalan bölgedir. Karbon eş değerliği düşük çeliklerde ötektoidaltı ferrit tane sınırlarında bir ağ örgüsü şeklinde oluşur. Daha yüksek karbon eşdeğerliğinde Widmanstatten ferrit oluşurken, çok yüksek karbon eşdeğerliklerinde martenzitik yapı meydana gelir. Bölgede oluşan tanelerin maruz kaldığı yüksek sıcaklık nedeniyle diğer bölgelerdeki tanelerden oldukça büyük olduğu görülür.

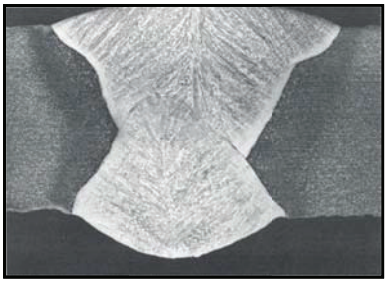
İnce taneli bölge: Bu bölge kaynak esnasında 1200-900^{o}C arasında bir sıcaklığa ulaşılır. Mikro yapı bakımından iri taneli bölgeye benzer ve onun devamıdır. Faz dönüşümü ardından oluşan tanelerin büyümesi için yeterli zaman ve sıcaklık olmadığından taneler ince ve küçüktür. Bölgede ince ferrit + perlitten oluşan yapı hakimdir.

Kısmen dönüşmüş bölge: İnce taneli bölgenin devamında olup kaynak esnasında A1-A3 sıcaklığı aralığında ana metaldeki perlit, ferrit, östenit dönüşüm sıcaklığının daha düşük olması nedeni ile hızlı bir şekilde östenitlenmiştir. Oluşan bu östenitin karbon ve manganca zengin olması nedeniyle soğuma hızına bağlı olarak östenit-ferrit dönüşümü sonunda oluşabilecek yapılar değişmektedir. Bu bölgede perlit, üst beynit ve temperlenmiş martenzit oluşmaktadır.

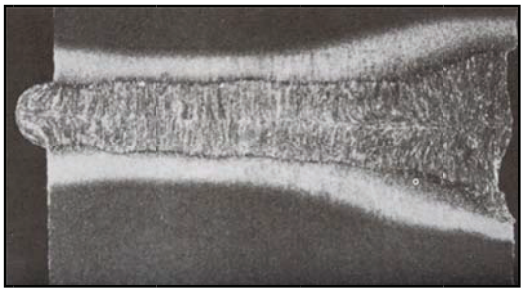
Değişime uğramamış bölge: Demir esaslı malzemede kaynak esnasında en fazla 650^{o}C sıcaklığa maruz kalan bölgedir. Mikro yapıda hiçbir değişiklik meydana gelmediği kabul edilir. Bununla beraber ısıtma ve dolayısı ile meydana gelen gerilmenin ortaklaşa bir sonucu olarak bu bölgede yaşlanma meydana gelebilir. Bu mekanizma, hareket eden dislokasyonların karbon ve azot gibi ara yer elementlerini süpürerek uzaklaştırmaya çalışmasından kaynaklanmaktadır.

Şekil 1.35'te 20 mm kalınlığında bir malzemeye X kaynak ağzı açılıp, alın kaynağı yapıldıktan sonra ortaya çıkan kaynaklı bölgenin makro yapısı ve ITAB'ın yapısı görülmektedir. Kaynakta ergiyik bölge ve kaynak pasoları net bir şekilde görülürken ITAB, kaynak metali ile ana malzeme arasında daha koyu renkte görülmektedir. Kaynaklı birleştirme işlemi neticesinde kaynak metali ve ITAB arasında bileşim, tane ebadı ve tane oryantasyonu, sertlik, makro ve mikro yapı bakımından değişmeler meydana gelir. Bunlar, malzemenin muayenesi sırasında rahatlıkla tespit edilebilir. Kaynakta makro dağlama ile kaynak metalinin boyut ve şekli, kaynağın nüfuziyeti, tane yapısı ve sertliğe etkisi incelenebilir. Şekil 1.36'da 14 mm kalınlığındaki çelik plakanın tek pasoda lazer kaynağı ile kaynaklatılmış makro yapısı görülmektedir. Kaynaklı yapıda ITAB açık renkli bir hat olarak

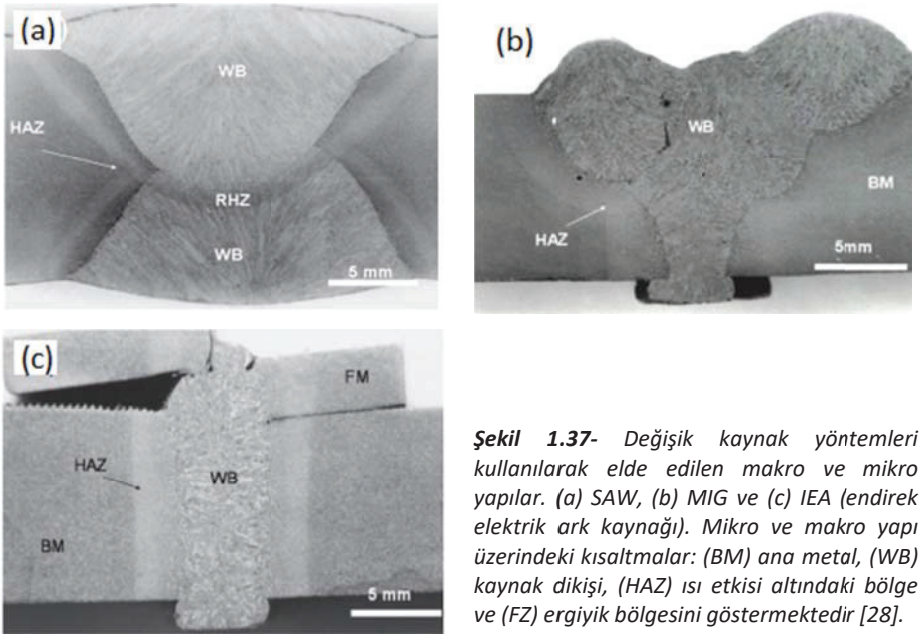
görülmektedir. Şekil 1.37'de farklı kaynak ağzı açılarak yapılan kaynak işleminin makro yapısı ve kaynak pasoları net bir şeklilde görülmektedir. Şekil 1.38'de patlamalı kaynakta oluşan dalgalı ara yüzey ve bozulan tane yapısının görünümü verilmiştir. Bu kaynak türü genelde malzeme yüzeyine bir kaplama yapılacağı zaman tercih edilmektedir.



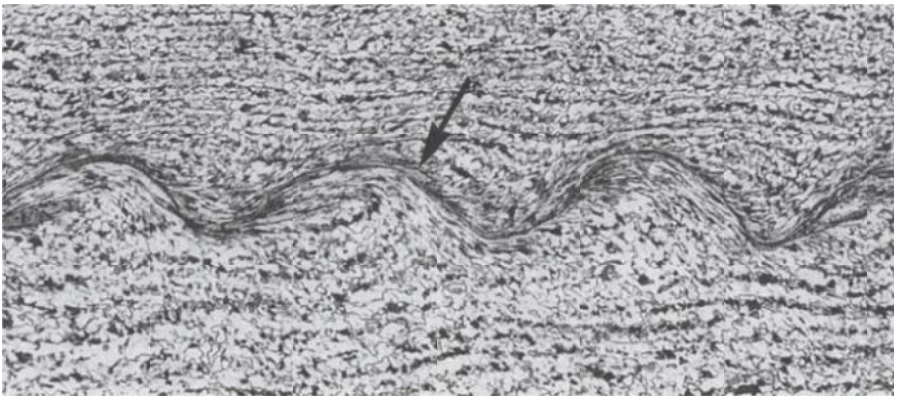
Şekil. 1.35- *X kaynak ağzı açılarak çift taraflı kaynaklanmış 20 mm kalınlığındaki Fe malzemede kaynak bölgesindeki ısı yayınımı ve buna bağlı olarak tane yönlenmesi [26].*



Şekil 1.36- *14 mm kalınlığındaki çelik plakanın tek pasolu lazer kaynağında, kaynak dikişinin genişlik-derinlik oranı ve diğer ergitmeli kaynak yöntemlerine oranla daha dar olan ITAB'ın görünümü, 8X [27].*



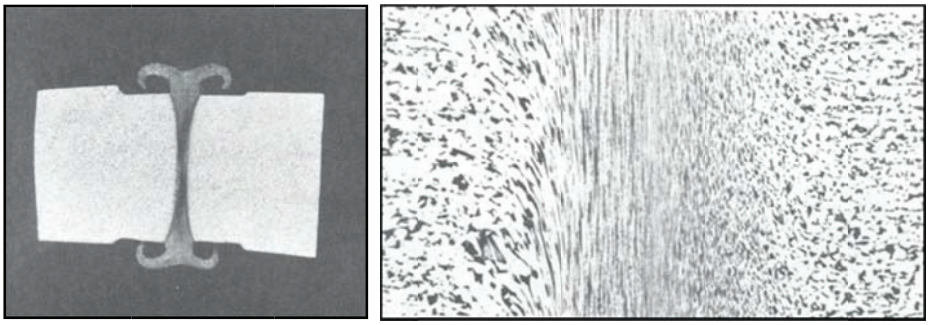
Şekil 1.37- *Değişik kaynak yöntemleri kullanılarak elde edilen makro ve mikro yapılar. (a) SAW, (b) MIG ve (c) IEA (endirek elektrik ark kaynağı). Mikro ve makro yapı üzerindeki kısaltmalar: (BM) ana metal, (WB) kaynak dikişi, (HAZ) ısı etkisi altındaki bölge ve (FZ) ergiyik bölgesini göstermektedir [28].*



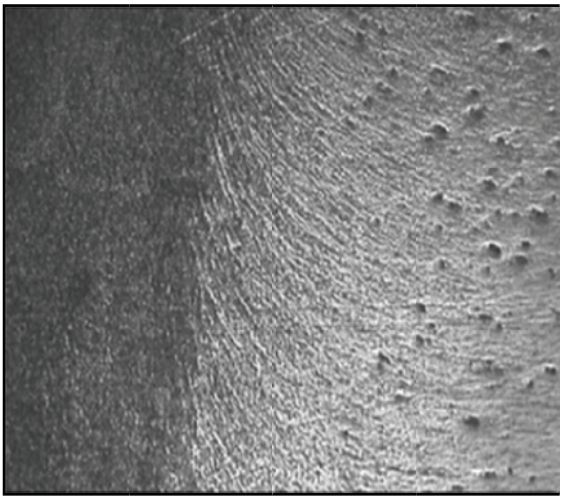
Şekil 1.38- *Patlatmalı kaynakta oluşan kaynak ara yüzeyi görünümü. Yüksek basınçtan dolayı ara yüzeyde deforme olan taneler ve tane yönlenmeleri açık bir şekilde görülmektedir [29].*

Sürtünme Kaynağı

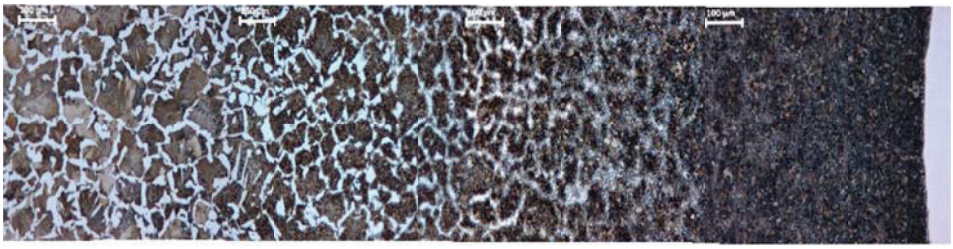
Sürtünme kaynağı, elektrik enerjisi veya diğer enerji kaynaklarından ısı enerjisi uygulamadan malzeme yüzeyleri arasındaki dönme hareketinin ısı enerjisine dönüşmesi ile kaynak için gerekli ısının elde edilerek yapıldığı bir katı hal kaynak işlemidir. Sürtünme kaynağı, ara yüzey kaynak sıcaklığına ulaşana kadar sabit bir iş parçasıyla dönen bir iş parçasının sabit veya artan basınç altında yapılır ve sonunda dönme durdurularak işlem tamamlanır. Birbiri ile ters yönde dönen her iki parça da hareketli olan sürtünme kaynağı sistemleri de bulunmaktadır. Sürtünme ısısı iş parçasının ara yüzey sıcaklığını hızla artırarak ergime derecesinin altında belli bir değere getirir ve plastik sıcaklık aralığında ısınan bölgeye uygulanan basıncın etkisi ile birleşme meydana gelir. Yakın zamana kadar geçerliliğini koruyan sürtünme kaynağının sadece dönel simetriye sahip kesitler için kullanılma sınırlılığı günümüzde ortadan kalkmıştır. Dönen torna aynasının istenilen pozisyonda frenlenebilmesi ile yuvarlak kesitli olmayan parçaların kaynağı da mümkün olmaktadır. Bu durumda merkezlenme problemi ortaya çıkmaktadır. Lineer titreşim hareketinde de parçalardan biri uygulanan basınçla birlikte ileri-geri titreşim hareketi yaparak gerekli ısı sağlanmaktadır. Sürtünme kaynağı ile birleştirilen malzemelerde makro yapı incelemesinde tipik tane yönlenmeleri dikkat çekmektedir. Aşağıda bu yöntem ile birleştirilmiş parçaların genel görünümü ve tane yönlenmesi gösterilmektedir. Şekil 1.39 ve 1.40'da sürtünme kaynağı sırasında oluşan genel yapı ve kaynak ara yüzeyinin görünümü verilmiştir. Şekil 1.41'de ise 1050 çeliğinin sürtünme kaynağı sonunda yapıada meydana gelen değişim verilmiştir.



Şekil 1.39- *Düşük karbonlu çelikte sürtünme kaynağı neticesinde oluşan yapı. (a) genel görünüm, (b) kaynak ara yüzeyinde yönlenmiş tane yapısı [29].*



Şekil 1.40- *MA 956 süperalaşım çubuk malzemelerin sürtünme kaynağı sonrası kaynak ara yüzeyinde yönlenmiş tane bölgesi ve oksit (siyah noktalar) dağılımı [30].*



Şekil 1.41- *1050 çeliğinin sürtünme kaynağı sonunda kaynak bölgesi, ITAB ve ısıdan etkilenmeyen bölge arasındaki mikro yapı değişiminin görünümü.*

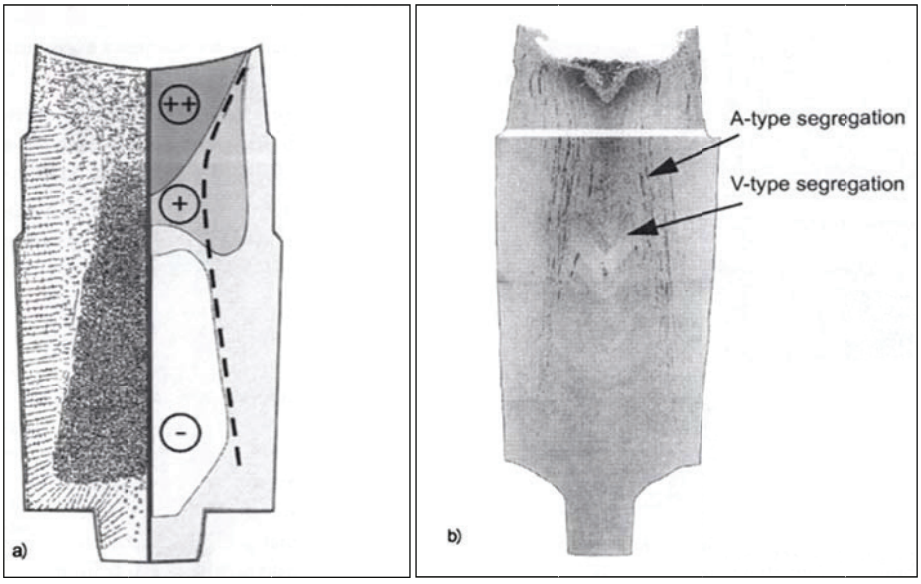
ALAŞIM SEGREGASYONU

Yapıda makro segregasyon oluşumuna birçok mekanizma etkili olmakla beraber genelde soğuma hızı önemlidir. Segregasyon, dökümün katılaşması sırasında ingot veya döküm malzeme içerisindeki bazı alaşım elementlerinin yapıya kabul edilmeyerek, belirli bölgelerde bir araya gelmesiyle oluşur. En basit şekliyle "*normal segregasyon*" veya "*pozitif segregasyon*" olarak bilinen bu segregasyonda katılaşmış yapı, belli bölgede çözünen atomca zengindir. Ayrıca daha az görülmekle beraber, belirli bölgenin çözünen atom bakımından daha fakir olması durumu "*ters segregasyon*" veya *"negatif segregasyon*" olarak bilinir. Pozitif segregasyon olarak bilinen alaşım elementince zengin bölge genelde dökümün üst kısmında, negatif segregasyon olarak bilinen alaşım elementince fakir bölge ise çoğunlukla dökümün alt kısmında görülür (Şekil 1.42.a).

Segregasyonda yapı içerisine kabul edilmeyen atomlar, dökümü yapılan parçalarda bulunan kalıntıların ve alaşım elementlerinin katılaşma bölgesi önünde itilerek, genellikle son katılaşan merkez bölgesindeki sıvı metalinin bu elementler bakımından zengin bir bölge oluşturmasına sebep olur. Bir başka deyişle, segregasyonların oluşumu katı pelte şeklindeki bölgenin soğuması sırasında, katıca zengin dendrit olmayan yapının akışından dolayıdır. Bu akış, katılaşma çekmeleri ve çekme kuvvetinin neticesinde olmaktadır.

Bu segregasyonlar çelikte genellikle P, S, Mn ve C'ca zengindir. Küçük bir alanda oluşan segregasyona "*mikro segregasyon"*, daha geniş bir bölgede oluşan segregasyona "*makro segregasyon"* denir. Makro segregasyon dendritik katılaşmanın tabii bir sonucudur. Çünkü dendritler bileşim olarak dendrit tane sınırlarında daha saftır. Makro segregasyonlar değişik şekillerde oluşur. Bunlar; *merkez segregasyonu*, *ters koni segregasyonu*, *A tipi* veya *V tipi* segregasyon (Şekil 1.42.b) ve *bant tipi* segregasyonlardır.

Makro segregasyon, geniş bir alanın kimyasal analizi ile belirlenebilir. Yapılan incelemelerde karbon segregasyonu durumunda, genellikle ingot malzemenin alt ve yan kısımlarında düşük, üst ve merkez bölgesinde ise daha zengin karbon oranı tespit edilmiştir. Bunlardan başka kırık yüzeylerde ve aşırı dağlanmış bölgelerde de segregasyon tespit edilebilir. Segregasyon, bilinen makro ve mikro dağlamanın yanında, oto-radyografi, mikro radyografi, tarama elektron mikroskobunda EDS analizi, elektron prop mikro analizi, X-ışınları floresan yoluyla da belirlenebilir. Tarama elektron mikroskobunun geriden saçılan elektronlar modunda EDS analizi ile bunların belirlenmesi oldukça kolaydır. Şekil 1.43 ve Şekil 1.44'te yüksek oranda MnS ihtiva eden çelikte sülfür kalıntılarının görünümü verilmiştir. Şekil 1.45-Şekil 1.47'de ise Fe esaslı malzeme içeresinde gözlenen çeşitli kalıntılar verilmiştir.



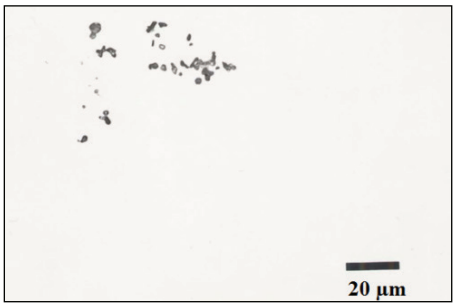
***Şekil 1.42**- Fe esaslı malzemede oluşan farklı segregasyon türleri. a) 65 ton ağırlık 3.5 m yükseklik ve 1.8 m çapında olan ve soğutma işlemi 20 h süren Fe,0.22C,0.18Si,0.25Mn,1.14Ni, 1.6Cr,0.19Mo ingotta görülen C makro segregasyonunun şematik resmi. Resimde sol taraf sütunsal taneleri, yuvarlakımsı eş eksenli sedimentasyon konisi ve en üstteki bölgede dendritik, eş eksenli mikro yapıları göstermektedir. Sütunsal taneler ile eş eksenli tanelerin arasında orta yükseklikte olan bölgede taneler ne yönlenmiş ne de eş eksenli şeklinde tanımlanabilir. Resimde sağ taraftaki bölünmüş bölgelerdeki C miktarı hemen hemen homojen görünmekte "-", "+" ve "++" işaretleri anma bileşimin eksi, artı farklarını göstermektedir. En fazla farklılık anma bileşimin %20 si kadardır. b) 35 tonluk, söndürülmüş, yarı sert alaşımlı çeliğin Bauman print (sülfür print) görüntüsü. Düşey siyah çizgiler A-tipi segregasyon izlerini, ingotun orta eksen kısmında görünen daha soluk bölgeler ise V-tipi segregasyonları göstermektedir [31].*



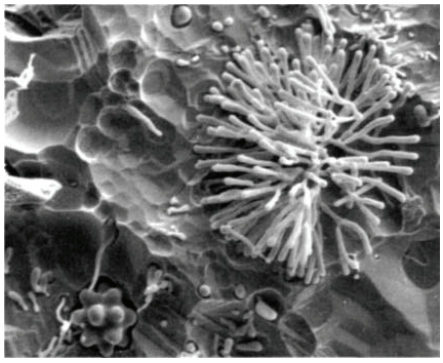
***Şekil 1.43**- Sıcak haddelenmiş ve parlatılmış 416 tipi paslanmaz çelikte (Fe,0.15C,13Cr,0.15 S) bir sıra halinde oluşmuş MnS kalıntıları [32].*



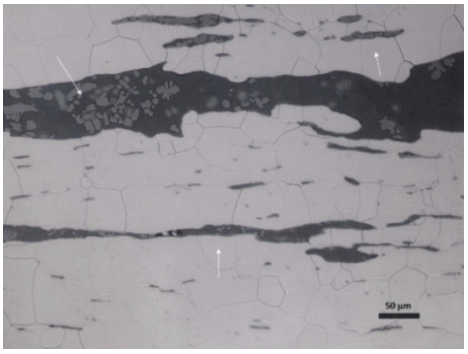
***Şekil 1.44**- Düşük karbonlu bir çelikte boyuna eksende görülene iri uzun MnS inklizyonları [33].*



Şekil 1.45- *P 20 tipi paslanmaz çelikte (Fe, 0.35C,0.78Mn,1,74Cr,0.41Mo,0.050Al,57ppm O) küme halinde oluşmuş alüminat inklüzyonlarının parlatılmış numunede görünümü [32].*



Şekil 1.46- *Derin dağlanmış AISI 303 paslanmaz çelikte Y/MnS ötektiğini gösteren SEM mikroyapısı. Sülfürler birbirine bağlı çubuklardan oluşan mercan benzeri koloniler oluşturmuştur [31].*

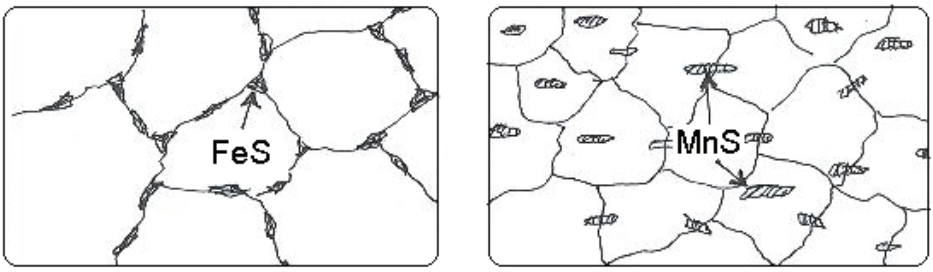


Şekil 1.47- *Dövme demirde (Fe,0.07C,0.06Mn, 0.2Si,0.16P,0.02S) cüruf kalıntıları. Dizili haldeki cüruf iki fazlı yapıya sahiptir. Matris ferrit olup tane sınırlarını ortaya çıkarmak için %2'lik Nital ile dağlanmıştır [32].*

ÇELİĞİN KÜKÜRT BİLEŞENLİ KALINTILARI

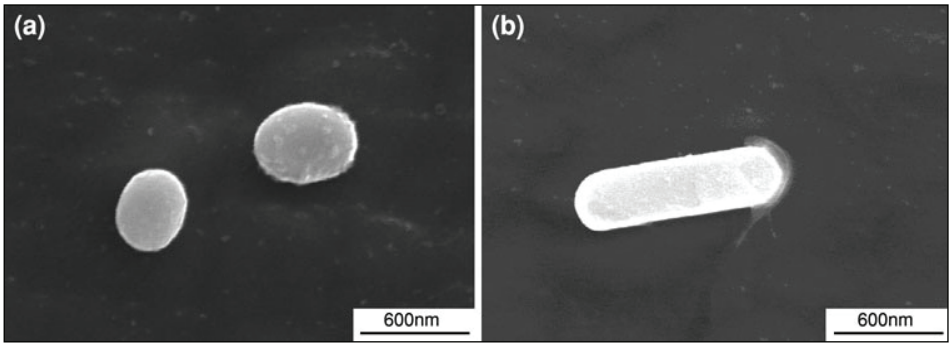
Otomat çelikleri dışında hemen hemen bütün çelik malzemelerde yapı içerisinde olumsuz etkileri nedeniyle bulunması istenmeyen kükürt, otomat çeliklerinde işlemeyi kolaylaştırdığı ve yüzey kalitesini iyileştirdiği için tercih edilir. Çelik üretimi sırasında başlangıç malzemesinin kimyasal bileşime ve üretim işlemine dikkat ederek veya kalsiyum üfleme metodu gibi çeşitli yöntemler kullanmak suretiyle çeliğin kükürt oranı %0.003'ün altına düşürmek mümkündür. Ancak birçok durumda çelik %0.050-%0.010 arasında kükürt ihtiva eder. Kükürdün en belirgin özelliklerinden biri demir içerisinde çok az miktarda çözünmesi ve hemen hemen tamamının sülfür bileşiği olarak yapıda bulunmasıdır. Çeliğin içerisinde bulunan en zararlı kükürt bileşiği, FeS şeklinde olanıdır. Ergime noktası düşük olan FeS, tane sınırlarında çökelerek özellikle sıcak işlem sırasında metal katı olduğu halde düşük ergime derecelerinden dolayı sıvı faz olarak bulunmasından kaynaklı genellikle deformasyon sırasında kırılmaya sebep olur. Bunu Mn ilavesi ile zararsız hale getirmek mümkündür. Mn ilavesi ile hem tane sınırlarında hem de tane içlerinde görülen ve

yüksek ergime noktasına sahip MnS oluşmasına sebep olur ve FeS'den kaynaklanan kırılma problemleri de büyük ölçüde giderilir. Aşağıda Şekil 1.48'de yapı içerisinde genellikle tane sınırlarında yoğunlaşan FeS ve daha homojen dağılım gösteren MnS'nin muhtemel konumları verilmiştir.

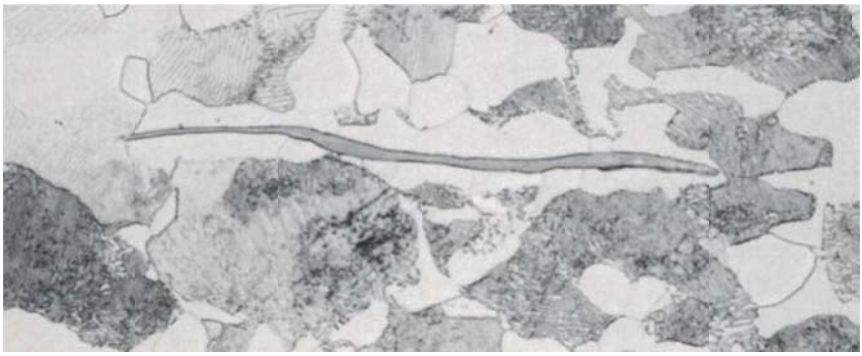


Şekil 1.48- *FeS ve MnS kalıntılarının malzeme içerisinde çökelme bölgelerinin şematik görünümü [34]*

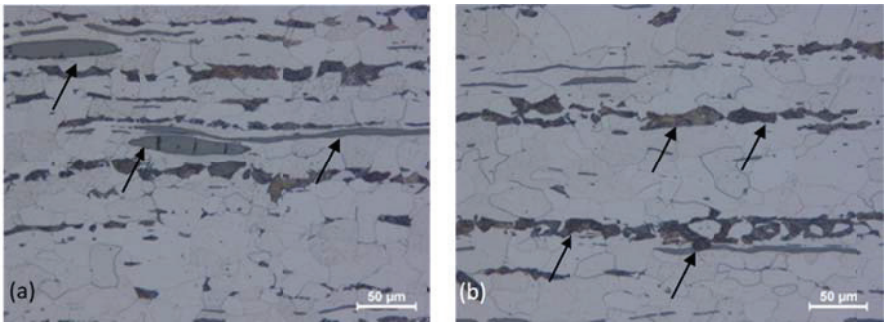
Fe içerisine Mn ilavesi özellikle belirli oranlarda zararlı etkiyi azaltır. Çelik içersinde Mn oranının kükürte oranı arttıkça kükürdün yapıda FeS olarak bulunma oranı da düşer. Bu düşme Mn/S oranı 30 olduğunda çok, daha sonra yavaş olur. Çeliğin yapısında bulunan S, kalıntı NaCl-kristal yapılı α-MnS bileşiğindedir. Bu katı çözelti içerisinde diğer metal ve metal olmayan elementler belli bir orana kadar çözünür. Bu durumda sülfürlerin fiziksel ve kimyasal özellikleri değişir ancak mikroskop altındaki görüntüleri değişmez. Şekil 1.49-Şekil 1.51'de MnS ve benzeri kalıntılarının ferrit ve östenit yapı içerisindeki görünümleri verilmiştir.



Şekil 1.49- *MnS kalıntısının ferrit yapı içerisindeki görünümü (a) ve aynı bileşimdeki kalıntının östenit yapı içerisindeki şekli ve boy/en oranı farklılığı (b) [35].*



***Şekil 1.50**- Tavlanmış çelikte ferrit ve perlit yapı içerisinde oluşmuş uzun MnS inklüzyonlar [36].*



***Şekil 1.51**-Düşük karbonlu çeliğe uygulanan mekanik işleme bağlı olarak uzamış inklizyonların görünümü (a)'da okla belirtilmiştir. Deformasyona bağlı olarak tane yönlenmesi ve ferrit perlit bantlaşması ve inklizyonların uzamış yapısı ise şekil (b)'de görülmektedir.*

Sülfür Kalıntı Türleri

Sülfür, çelik içerisinde işlenebilirlik gibi özel durumlar haricinde bulunması istenmese de genelde yapıda çeşitli şekilde karşımıza çıkmaktadır. Bileşim ve oluşum durumlarına göre değişik şekillerde oluşan sülfür kalıntıları şekil ve dağılımlarına göre genelde 4 türe ayrılır. Bunlar Romen rakamları ile I. Tür, II. Tür, III. Tür ve IV. Tür sülfür kalıntıları şeklinde adlandırılır. Bu kalıntılarla ilgili kısa bilgi aşağıda verilmiştir:

I.Tür sülfür kalıntıları

I. Tür sülfür kalıntıları yapı içerisinde bulunan oksijen miktarı ile doğrudan ilişkilidir. Oksijen artışı ile birlikte I. Tür sülfür kalıntılarında artış olur. Çeliğin içerdiği oksijen miktarı fazla olması durumunda (%0,01'in üzerinde) MnS kalıntıları rastgele dağılarak yuvarlak ve fazla keskin köşeli olmayan kalıntılar şeklinde oluşur. Bunun nedeni, çeliğin katılaşma sırasında, kükürt ve oksijenin yüksek sıcaklıklarda sıvı damlacıkları olarak ayrışmasındandır. Meydana gelen kalıntı damla görünümündedir ve yapı Şekil 1.52.a'da şematik olarak verilmiştir. Bunlar katılaşma sırasında geniş bir sıcaklık aralığında oluştuğu için değişik

büyüklüktedir. En büyükleri ilk oluşan, yani en çok oksijen içerenleridir. MnS, MnS-MnO ötektiği ile birlikte çökelmiştir. En küçükleri en son katılaşan ve oksijen miktarı az ve saf halde MnS şeklindedir. Özellikle kaynar dökülmüş veya yarı sakin dökülmüş çeliklerde görülür. Döküm sırasında yapıya ilave edilen Al ile bağlanan oksijen nedeniyle sakin dökülmüş çeliklerde hemen hemen hiç görülmez.

II.Tür sülfür kalıntıları

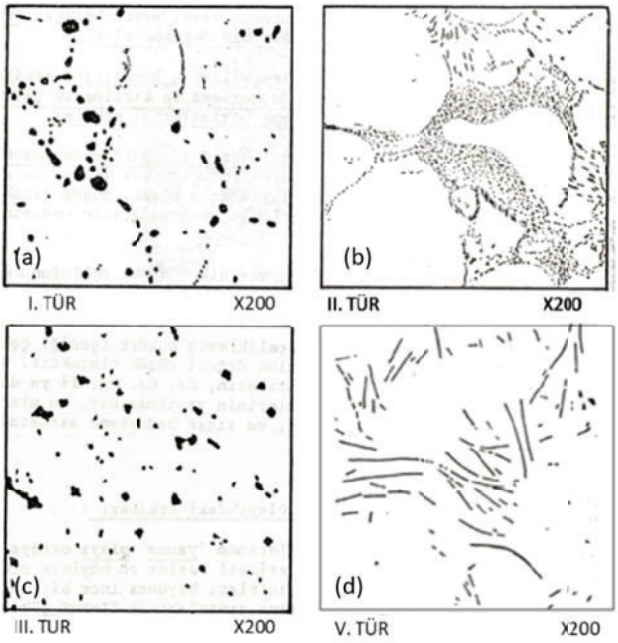
II. Tür sülfür kalıntıları, I. Tür sülfür kalıntısına benzer yapıda, ancak daha ince dağılım gösteren ve belirli bölgelerde yoğun bir görünüm veren kalıntılardır. Çeliğin oksijen miktarı düştükçe I. Tür sülfür kalıntıları yerlerini II. Türün ötektik benzeri olan dallantılar arası dağılım biçimine bırakır. Daha doğrusu I. Türün sonlarına doğru oluşan ince dağılımlı kalıntılara benzer. Oksijen miktarı düşük olan bu tür kalıntılar yelpaze veya zincir görünümündedir (Şekil 1.52.b). Sakin dökülmüş çeliklerde karşımız çıkan bir kalıntı türüdür. Döküm sırasında oluşan alümina MnS için çekirdekleşme görevi görür. Tane sınırlarında ve sınırlara yakın bölgelerde daha fazla görülür. Kalıntıların dallantılar arasında yayılmış olmasından dolayı II.Tür sülfür kalıntıları, çeliğin tokluğu üzerinde çok zararlı etki oluşturur.

III.Tür sülfür kalıntıları

Çelik içerisindeki alaşım elemanı sayısı ve miktarı arttıkça daha fazla karşımıza çıkan bir kalıntı türüdür. Çelikte özellikle C, Al, Si ve P gibi alaşım elementi miktarının yüksek olduğu durumlarda görülür. I. Tür kalıntılara benzeyen ancak çok bariz olarak köşeli biçimde oluşan sülfürler kalıntılarıdır (Şekil 1.52.c). Bu tür köşeli sülfürler sıvı çelikten bir katı faz olarak çökelir. Özellikle köşeli kalıntıların yapıda var oluşu, kalıntıların yapıya vereceği zararlı etkiye ilave olarak çentik etkisi de yapacağından mekanik özellikleri olumsuz şekilde etkileyecektir. Çeliğin bileşiminde alaşım elementlerinin varlığı, bu kalıntıların oluşumunu doğurur. Döküm sırasında oksijen reaksiyonla bağlanarak sakin dökülmüş ve döküm sırasında fazla miktarda Al ilave eden çeliklerde daha fazla görülür.

IV. Tür sülfür kalıntıları

Sülfür kalıntıları içerisinde en kolay tanımlanan kalıntı türüdür. Tabaka şeklinde, dağınık veya belli bölgelerde daha yoğun olarak bulunur ve kibrit çöpü görünümündedir (Şekil 1.52.d). Normal ötektik yapıda oluşur.



Şekil 1.52- *Sülfür kalıntı türlerinin şematik gösterimi [37].*

ÖZEL BASKI YÖNTEMLERİ

Oksit, sülfür inklüzyonları, fosfor dağılımı veya kurşun kalıntılarını belirlemek için derin dağlanmış mikro yapı için değişik baskı yöntemleri geliştirilmiştir. Fakat günümüzde *"kontak baskı* (kontak print)" ve *"sülfür baskı"* diğer adıyla "*Bauman Print"* yöntemleri metalografi laboratuvarlarında yaygın olarak kullanıldığından sadece bu iki metot hakkında kısa bilgi verilecektir.

Kontakt Baskı

İlk defa Sorby tarafından derin dağlanmış malzemenin doğal baskısı olarak tanımlanmıştır. Kontak baskının prensibi, çini mürekkebini çok derin dağlanmış numune yüzeyine sürüp, kağıdı bu bölüme basma ve kısa bir süre bekletme esasına dayanır. Fakat kağıdın bu işlemler sırasında hareket ettirilmemesi ve alttaki yapının kaydırılmaması gereklidir. Baskı elle, bir pres yardımı ile veya bir rulo yardımı ile de uygulanabilir. Daha sonra üzerine malzemenin görüntüsü aktarılmış olan kağıt kaldırılıp alınır. Bu işlem genelde fotoğrafik ekipmanların olmadığı durumlarda kullanılır. Özellikle dijital baskının kullanılmadığı, karanlık odada resimlerin tab edildiği laboratuvarlarda resmi çekilen bölgedeki negatifin hiç büyütme olmaksızın doğrudan basımın yapıldığı işlem de *"kontakt baskı"* olarak adlandırılır. Bu yöntem, yapı içeresindeki parçacıkların boyunun ölçülmesinde veya gözenek boyunun tespitinde kullanılan bir yöntemdir.

Sülfür Baskı (Baumann Print)

Çelikte homojen olmayan kalıntıları belirlemede kullanılan bir yöntemdir. Özellikle sülfür yapıda ikinci faz partiküllerindendir olup zararlı inklüzyon ve segregasyonların başında gelir. Katılaşma sırasında sülfür ve fosfor gibi kalıntılar, sıvı dendrit bölgeleri arasına itilir. Böylece en son katılaşan bölge, bu tür kalıntılar bakımından en zengin bölgeyi oluşturur. Sadece dendrit kolları arasında değil en son katılaşan bölgede daha büyük miktarlarda katılaşır. Demir içerisinde kükürdün çözünürlüğü çok az olduğundan, kükürdün hemen hemen tamamı sülfür çözeltisi olarak malzeme içerisinde kalır. Bu bölgelerin korozyona hassasiyeti diğer bölgelerden daha fazla olduğundan dağlama çözeltisi veya diğer asit çözeltileri ile temas ettiğinde farklı şekilde etkileneceğinden, makro ve mikro yapının görünümü için bir avantaj sağlar. Şekil 1.53'te ray çeliğinde yapılan sülfür baskının görünümü verilmiştir.



***Şekil 1.53**- Ray çeliğinde yapılan sülfür print görüntüsü [38]*

Yapının yüksek oksijen ihtiva etmesi durumunda çoğu sülfür, ingotun merkezine yakın bölgelerde oluşur. Düşük oksijen oranında ise sülfür daha homojen bir şekilde dağılır. Sülfür baskı işlemi prensip olarak sülfürün seyreltik asit tarafından etkilenmesi ve hidrojen sülfat gazı çıkışı esasına dayanır. Bu gaz sayesinde kâğıt üzerinde görüntü (renk farkı) elde edilir. İşlem sırasında oluşan reaksiyon aşağıda verilmiştir:

$$MS + 2H^{+} \rightarrow M^{+2} + H_2S$$

Reaksiyon sırasında hidrojen sülfür gazı çıkışı, bromür kâğıda iz yapar. Şayet sülfür içeren metal seyreltik asit içerisine daldırılır ve daha sonra bromür kağıdı ile temas ederse, bromür kağıdına sülfürlü bölgenin izi çıkar. Çünkü reaksiyon sırasında hidrojen sülfür gazı çıkışı olacaktır. Baskı sırasında takip edilecek işlem aşağıdaki gibidir:

Baskının net bir şekilde görülebilmesi için hassas bir hazırlık gereklidir. Malzeme yüzeyinin çok düzgün zımparalanmış ve temiz olması gereklidir. Bromür kağıt %3'lük sülfürik asit-su çözeltisine yaklaşık 1-3 dakika kadar daldırılır. Sürenin uzun olması kağıt yüzeyindeki jelatinin kalkmasına ve ayrışmasına sebep olacağından tercih edilmez. Çözeltiye daldırılan kağıt üzerindeki kalan fazla çözelti, kurutma kağıdı ile temizlenir ve inceleme yapılacak metal üzerine yerleştirilir. Yerleştirme hassas yapılır ve kâğıt ile malzeme arasında hava kabarcığı kalmayacak şekilde bastırılarak uygulanır. Kağıt kenarında kahverengi lekeler görününceye kadar bu şekilde bırakılır. Bu işlem birkaç dakika sürer. Kağıt kaldırılıp yaklaşık birkaç dakika suda yıkanır ve %2'lik hipo içerisinde 3-5 dakika kadar bekletildikten sonra yaklaşık 25 dakika kadar su ile yıkanır ve kurutulur. Karanlık odaya gerek yoktur. Kağıtta sülfür dağılımının farklı renk oluşumu sayesinde, yapıdaki farklılıklar görülür. Yüksek alaşımlı çeliklere ve demir-dışı malzemelere uygulanmaz.

İnklüzyon Uzantılarının Tespiti

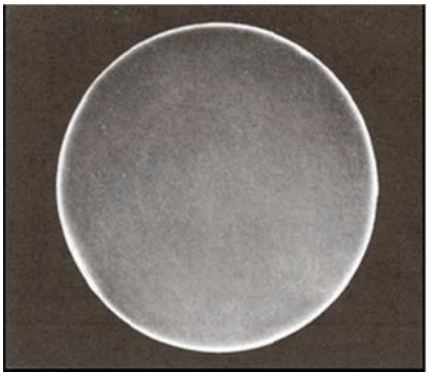
Demir esaslı malzeme içerisindeki makroskobik inklüzyonların kırık yüzeyde incelenmesi için numune mavi renge gelinceye kadar ısıtılır ve kalıntılar net bir şekilde görülür. Çoğu zaman bir blok malzemeden alınan disk şeklindeki numune sertleştirilir, kırılır ve sıcak pleyt üzerinde bir fırın içerisinde mavi renge yani meneviş rengine gelinceye kadar tavlanır. Bu esnada sadece demir mavi rengi alıp, inklüzyonlar mavi rengi almayacağı için yapı içerisinde bileşim farkı kolayca tespit edilebilir. Bu sırada malzeme sıcaklığı 260-370^{o}C arasındadır. Malzeme içerisindeki krom oranı arttıkça sıcaklık biraz daha fazla olabilir. Bu tür deneyler için numune genelde boyuna yönde kırılarak incelenir.

BOZUNUM ANALİZLERİ VE ISIL İŞLEM UYGULAMALARI

Yüzey ve Altında Görülen Değişiklikler

Makro dağlama, bozunum analizlerinin tespiti ve incelenmesinde de kullanılmaktadır. Malzeme yüzeyinde meydana gelen oksidasyon, korozyon, dekarbürizasyon gibi istenmeyen durumlarının yanı sıra, karbürizasyon, yüzey kaplamaları ve yüzey sertleştirme işlemlerinin belirlenmesinde makro inceleme yaygın olarak kullanılır. Şekil 1.54'te ısıl işlem görmüş bir çelik çubukta dekarbürizasyon bölgesinin %10 nitrik asit çözeltisi ile soğuk dağlama neticesinde elde edilen yapısı görülmektedir. Şekilde de görüldüğü gibi karbonca fakir olan dış bölgelerde daha açık renkte görülürken karbonca zengin iç kısımlarda daha koyu renk hakimdir. Şekil 1.55'te yüzey sertleştirme işlemi görmüş yüksek karbonlu çelik malzemede sertleşen dış taraf koyu, sertleşmeyen veya daha az sertleşen iç bölgeler veya merkez kısmı ise daha açık renkli olarak görülmektedir. Sertleşme

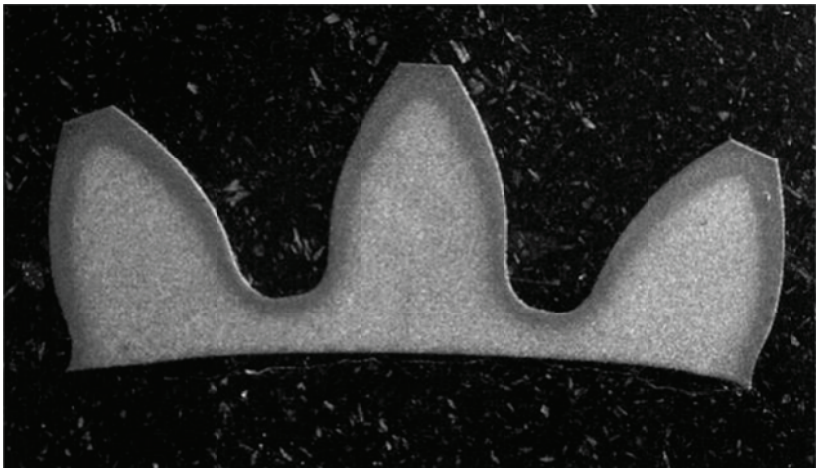
derinliği, malzeme cinsi, bileşimi, uygulanan ısıl işlem, sıcaklık ve süre gibi birçok faktöre bağlıdır. İyi uygulanmış bir ısıl işlemle istenilen sertleşme derinliğine ulaşmanın yanı sıra, homojen sertleşme derinliği de elde etmek de mümkündür. Şekil 1.56-Şekil 1.58'de homojen bir şekilde karbürleme yapılmış çelikte karbürleme derinliği ve aynı bölgenin yüksek büyütmede elde edilen yapısı verilmiştir. Şekillerde yüzey sementasyon ve karbürleme işlemine tabi tutulmuş çeliklerde sertleşme derinliği ve aynı malzememde yüzeyin hemen altında ve daha iç kısımlarda oluşan martenzitik yapı görülmektedir.



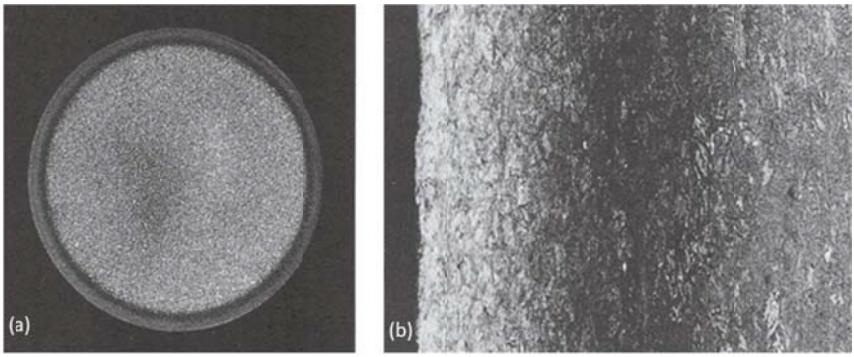
Şekil 1.54- *Çelik çubuktaki yüzey ve hemen altında oluşan dekarbürizasyon bölgesinin makro dağlama sonrası görünümü. Dekarbürizasyon bölgesi açık diğer bölgeler daha koyu renkte görülmektedir [22].*



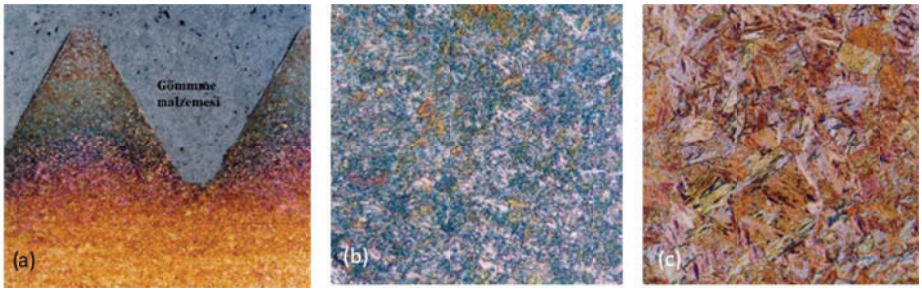
Şekil 1.55- *Yüzey sertleştirme işlemine tabi tutulmuş çelik dişli malzemede bütün yüzey boyunca elde edilen homojen sertleşme derinliği. Sertleşen dış kısmı koyu, daha yumuşak merkez bölgesi ise daha açık renkte görülmektedir [3].*



Şekil 1.56- *Semantasyon yapılmış çelik bir dişli kesitinde yüzeyden merkeze doğru sertleşme derinliğini gösterir makro yapı. Yüzeyden itibaren sementasyon neticesinde sertleşen ince bir bölge dağlama neticesinde daha koyu renkli görülmektedir. Dağlama: %2 Nital* [39].



Şekil 1.57- *Fe esaslı bir çubuk malzemenin 940^{o}C sıcaklıkta 2 h süreyle karbürlenmesi ve daha sonra 850^{o}C sıcaklıktan soğutulmasıyla oluşan makro yapı (a) ve aynı bölgenin daha yüksek büyütmede elde edilen mikro yapısı (b) [29, 40].*



Şekil 1.58- *8620 çeliğinden (Fe,0.2C,0.8Mn,0.25Si,0.55Ni,0,5Cr,0.2Mo) imal edilip daha sonra karbürize edilmiş vites dişlisinde karbon miktarının dışarıdan içeriye doğru değişiminin polarize ışık yardımıyla görünümü (a). Aynı alaşımda karbürlenmiş çelikte yüzey ve merkezdeki yapıda sırasıyla yüksek karbonlu (b) ve düşük karbonlu plaka tipi martenzit yapının (c) polarize ışıkta görünümü [32].*

DİĞER YAYGIN KARŞILAŞILAN YAPILAR VE HATALAR

Lunker Hataları (Döküm boşluğu)

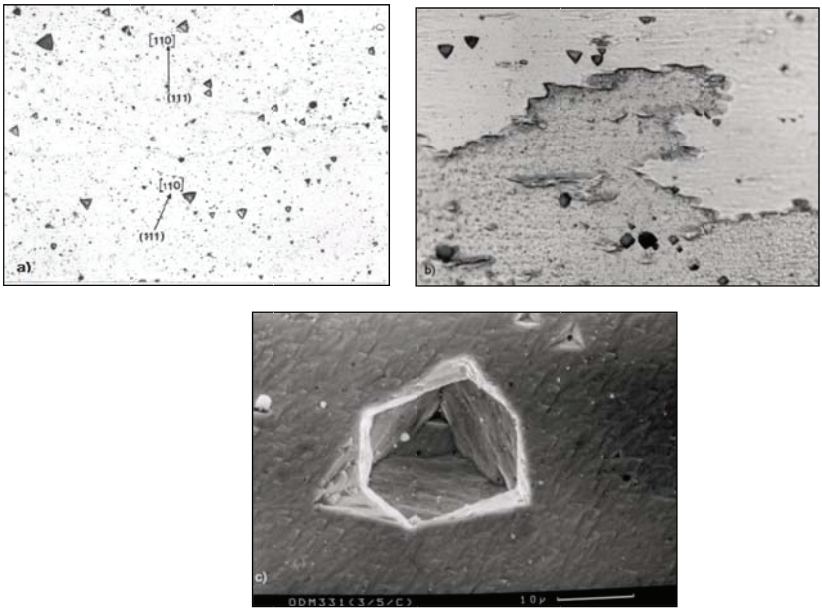
Metallerin sıvı halden katı hale geçmeleri sırasında hacimlerinde genelde azalma meydana gelir (bizmut, galyum hariç). Lunkerler, kalıp içindeki düzensiz soğumanın sebep olduğu, malzeme çekmesiyle meydana gelen, yüzeyde veya daha çok merkeze yakın bölgelerde görülebilen boşluklardır. Bu tür döküm boşlukları genellikle, sıvı metalin en son katılaştığı veya parçanın en kalın olduğu bölgede meydana gelir.

Kalıp cidarları çekirdekleşme için tutunmayı sağladığından ve çevre ile etkileşim içerisinde olduğundan bu bölgeye yakın sıvı, iç taraflara veya kalın kesitli bölgelere nazaran daha hızlı soğur. Katılaşmanın ilk aşamasında kalıbın dış kısmı katılaşırken merkez veya merkeze yakın bölgeler ise henüz sıvı haldedir. Metalin uzun süre sıvı olarak kaldığı merkez bölgelerinde katılaşma ile hacim daralmasından kaynaklanan boşluklar meydana gelir ve bunlar da *lunker*

boşlukları olarak adlandırılır. Katılaşma sırasında büyüyen kristallerin birbiri ile teması sırasında arada kalan sıvının katılaşmış metal ile ilgisi kesilirse benzer *mikro lunkerler* meydana gelir. Bunu önlemek için ani kesit değişimlerinden kaçınılması ve malzeme yığılmalarının önlenmesi, blok dökümünde besleyicinin mümkün olduğunca sıcak tutulması, döküm sıcaklığı ve hızının düşük seçilmesi, dökümü yapılacak alaşımda çekmenin daha az olacak şekilde seçilmesi, yolluk sisteminin doğru ve büyük seçilmesi gibi tedbirler alınabilir.

Dağlama Oyukları

Parlatma işlemine tabi tutulmuş tek veya çok kristalli bir malzemenin dağlanması sırasında ortaya çıkar. Dağlama oyukları numunenin tane veya kristal oryantasyonuna bağlı olarak ve dağlayıcının malzemeye etki durumuna göre farklı geometrik şekillerde oluşur. Dağlayıcı öncelikle dislokasyon, boşluklar, inklüzyonlar ve safsızlıklar gibi lokal hatalı ve yüksek enerjili bölgelere atak eder. Dağlama oyukları sayesinde kesilen yüzeyin kristalografik pozisyonu (doğrultu ve düzlemleri) ve incelenen tanenin oryantasyonu hakkında bilgi sahibi olunabilir.



Şekil 1.59- *Fe esaslı ODM 331 süperalaşımda oluşan dağlama oyukları. a) Boyuna kesiti alınan ve Vilella çözeltisi ile dağlanan ODM 331 malzemede dağlama oyukları vasıtası ile doğrultu ve düzlemler gösterilmektedir. 50X. b) Dağlamadan kaynaklanan tanelerarası farklı etkileşim görülmektedir. Koyu renkle görülen alt taraftaki tane, üst taraftaki daha açık renkli olarak görünen tanenin dağlamadan farklı şekilde etkilendiği yükseklik farkından dolayı net olarak görülmektedir. Koyu tanede dikdörtgen şeklinde dağlama oyukları oluşurken, açık renkli üstteki tanede üçgen şekilli dağlama oyukları oluşmuştur 50X. c) Aynı malzemenin uzun süre dağlanması neticesinde oluşan büyük bir dağlama oyuğu ve civarlarında henüz yeni başlamış küçük dağlama oyuklarının SEM'de yüksek büyütmede görünümü [18].*

Dağlama oyukları ayrıca çökeltilerle ana yapı arasındaki ilişkinin belirlenmesinde de kullanılır ve etkili yapının oryantasyonunun belirlenmesine de yardımcı olur. Uygun dağlayıcılar kullanılması durumunda, tek kristalli malzemelerde dislokasyon yoğunluğu düşük indeks düzlemine paralel yönde olduğunda kristallerin yüzeyi dağlama oyukları sayısından tahmin edilebilir. Şekil 1.59'da ODM 331 süperalaşım malzemenin uzun süre dağlanması (dağlama ve arkasından hafif parlatma işleminin birkaç kez peş peşe yapılması) neticesinde ortaya çıkan dağlama oyukları görülmektedir. Bu oyuklardan hareketle tane doğrultu ve düzlemler belirlenmiş ve resim üzerinde gösterilmiştir.

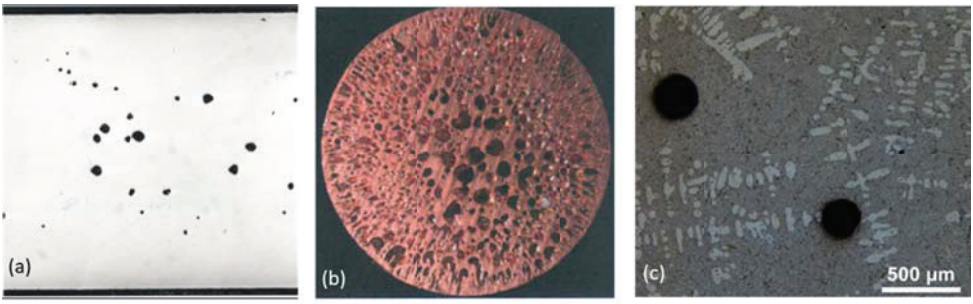
Gözenekli Yapılar

Gözenekli yapıların genel durumu, büyüklüğü, şekli ve malzeme içerisindeki dağılımı gibi konuların araştırılmasında makro inceleme yaygın olarak kullanılır. Detaylı inceleme için gerektiğinde mikro inceleme yapılabilir. Şekil 1.60.a'da Fe esaslı süperalaşım malzemenin yüksek sıcaklıkta uzun süre bekletilmesi sonucu yapıda oluşan *Kirkendall gözenekleri* b'de ise Cu malzemenin uygun olmayan imalatı sırasında oluşan gözenekli yapısı görülmektedir. Şekil 1.60.c'de ise A 356 alaşımının mikro yapısı ve yapıda oluşan gaz boşlukları görülmektedir. Şekil 1.61-1.65'te çeşitli metal malzeme içerisinde oluşan gözenek yapıları görülmektedir.

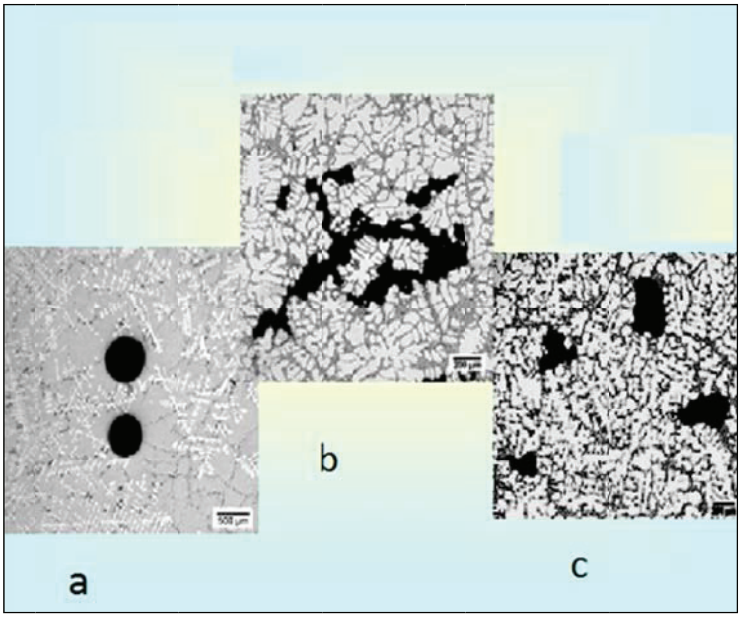
Birçok durumda kompakt ve sağlam malzemeye ihtiyaç duyulurken bazen filtre, kendinden yağlamalı yataklar ve benzeri ortamlar için daha gözenekli ve hafif malzemeye ihtiyaç duyulur. Özellikle tasarrufun önemli olduğu günümüzde birçok alanda ağırlığın azaltılması için çok hafif, hatta ultra hafif malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. Bu tür malzemeler uzay sanayi ve otomotiv endüstrisinde çok önemlidir. Şekil 1.62 ve Şekil 1.63.a'da çok düşük yoğunluğa sahip (yaklaşık 0,6 g/cm^3) Al esaslı köpük malzeme ile (Şekil 1.63. b) enerji sönümleme amaçlı çelik dişli malzeme içerisine yerleştirilen Al köpük görülmektedir. Şekil 1.64'de oldukça fazla açık gözenek içeren yapı görülmektedir. Önemli bir Alman otomotiv firması ağırlıktan kazanç sağlamak amacıyla birçok otomotiv parçasını Al ve Mg esaslı yaparken, son zamanlarda aracın taban kısmını tamamen sandviç Al köpük malzemeden üretmeye yönelik çalışmalar yürütmektedir. Bir başka otomotiv firması da çarpışmaya maruz kalma ihtimali olan bölgelerde enerji sönümleme amacıyla hafif ancak yüksek dayanımlı gözenekli köpük malzeme üzerinde çalışmaktadır. Şekil 1.65.a'da araçların çarpışmaya maruz bölgelerine yerleştirilmesi düşünülen köpük malzemeler gösterilmiştir. Şekil 1.65.b'de ise yan taraftan gelecek darbeleri sönümleme amaçlı Al köpük malzeme kullandığı lüks bir araç görülmektedir.

Askeri araçların tabanına döşenmesi planlanan zırh malzemelerin içerisine, patlama anında enerji sönümleme amaçlı B_4C takviyeli kapalı gözenek yapısına

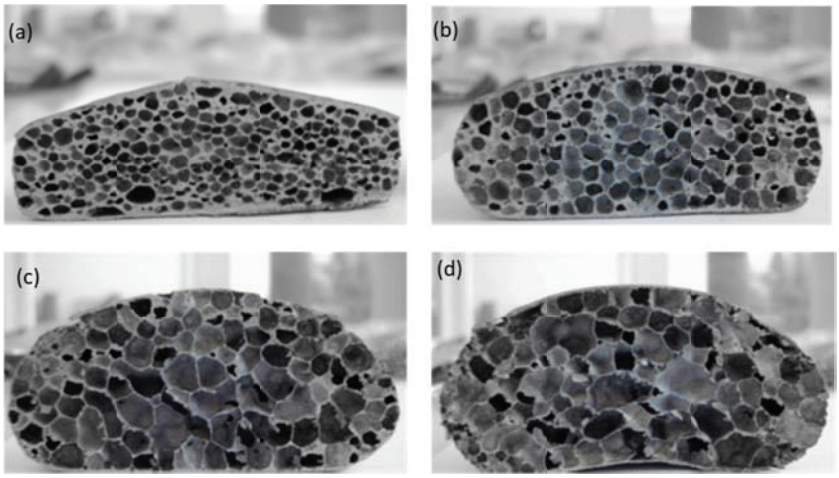
sahip metalik köpük yerleştirilmiş ve yapılan testlerde 6-8-10 kg TNT'nin enerjisini büyük bir başarı ile sönümlemiştir. Bahsi geçen B_4C takviyeli metalik köpük ile güçlendirilmiş zırh malzemesi Şekil 1.66'da verilmiştir.



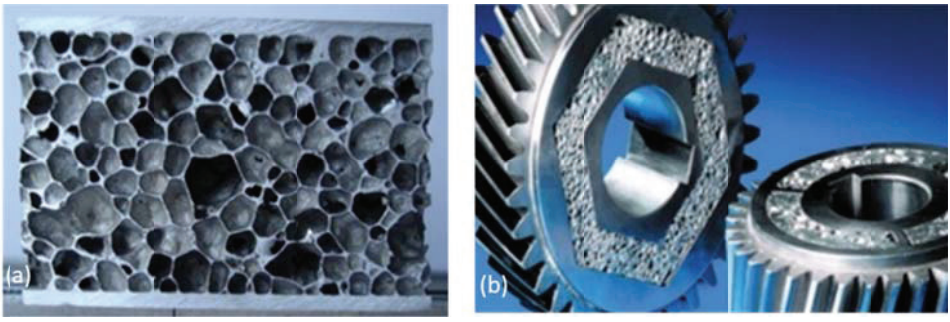
Şekil 1.60- *(a) Fe esaslı süperalaşım malzemenin 1200°C'de 1200 h bekletilmesi sonucu oluşan Kirkendall gözenekleri [41]. (b) Cu malzemenin üretimi sırasında yetersiz deoksidasyon ve/veya gaz giderme işlemlerinden kaynaklanan gözenekli yapının görünümü [42] ve (c) A356 alaşımının mikro yapısı ve yapıda oluşan büyük gaz boşlukları X50.*



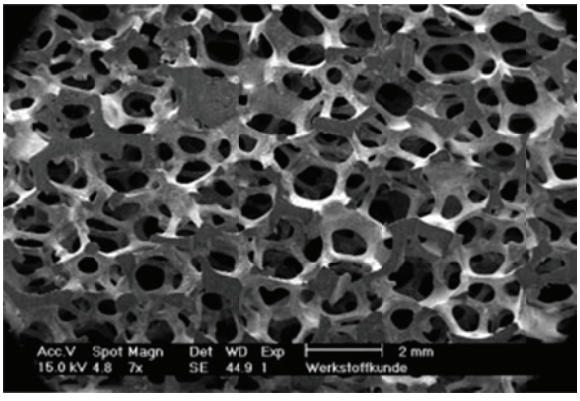
Şekil 1.61- *Çeşitli gözenek yapıları. a) gaz gözenekleri, b) çekme gözenekleri, c) çekme ve kırılmaya hassas hale gelmiş gözenek yapıları [43].*



***Şekil 1.62**. 650˚C de köpürtme işlemine tabi tutulmuş farklı oranda köpürtücü madde (TiH_2) ihtiva eden Al köpük numunelerin gözenek yapıları. a) %0.5 TiH_2, b) %1 TiH_2, c) %1.5 TiH_2, d) %2 TiH_2 [44].*



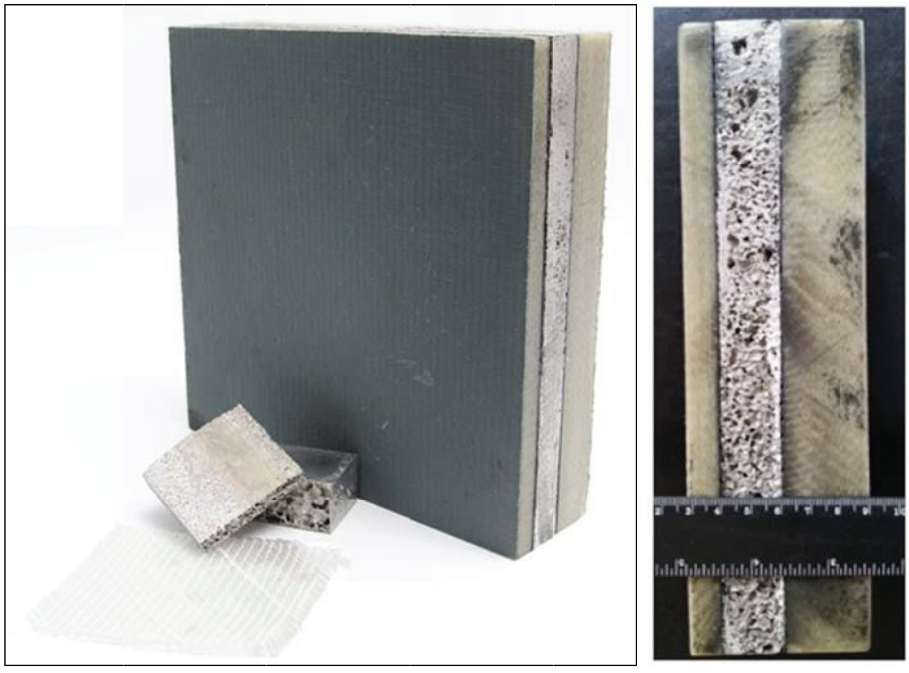
***Şekil 1.63-** Çok düşük yoğunlukta (0.6 g/cm^3) üretilmiş Al esaslı metalik köpüğün makro görünümü (a) [44] ve Fraunhofer enstitüsünde enerji sönümleme amaçlı dişli parçaların içerisine yerleştilimiş metalik köpük (b) [45].*



***Şekil 1.64-** Açık gözenekli düzenli ve homojen dağılımlı gözenek yapısına sahip Ni esmalzeme [46].*



Şekil 1.65- *Otomotiv endüstrisinde özellikle çarpışmaya maruz kalan bölgelere yerleştirmesi düşünülen enerji sönümleme amaçlı metalik köpük malzemeler (a) [47] ve aracın yan tarafına çarpışma anında enerji sönümleme amaçlı yerleştirilmiş olan (okla gösterilen) Al köpük (b) [48].*



Şekil 1.66- *Askeri araçların tabanına yerleştirilmesi planlanan enerji sönümleme özelliğine sahip Al köpük ile güçlendirilmiş zırh malzemesi ve kesit görüntüsü [49].*

KIRIK YÜZEYLERİN İNCELENMESİ

KIRIK YÜZEY OLUŞUMU VE SEBEPLERİ

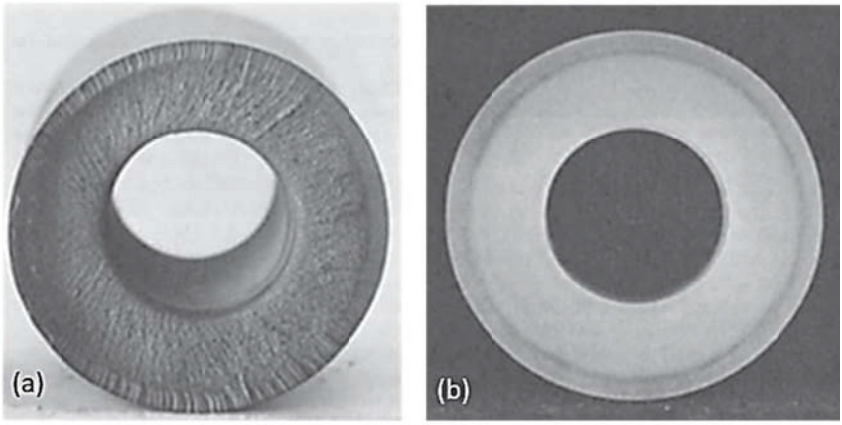
Kırık yüzey incelemesi malzeme kalitesini belirlemede kullanılan önemli bir metottur. Malzeme üretimine başlandığı andan itibaren kırık yüzey deneylerinin yapılması gereklidir. Ancak, kırma işlemi iyi kontrol edilmelidir. En yaygın olarak kullanılan metot; üzerine çentik açılmış veya açılmamış malzemeyi darbe deney cihazına bağlayıp merkezinden uygun bir çekiçle kırmaktır. Bunun için çeşitli darbe deney cihazları kullanılır. Bazı metaller belirli sıcaklık aralıklarında kırılmaya karşı daha hassastır. Bu nedenle malzemeler değişik sıcaklık aralıklarında kırılarak muayeneye tabi tutulur. Hacim merkezli kübik kristal (HMK) yapılı malzemeler genellikle kuru buz veya sıvı azot ortamında soğutulduktan sonra daha gevrek hale gelir ve çok daha kolay kırılır. Fakat yüzey merkezli kübik kristal (YMK) yapıya sahip malzemeleri bu şekilde kırmak zordur. Bunlardan başka çekme, yorulma ve sürünme deneyleri ile malzemenin kırılma ve belirtilen ortamlara dayanım özellikleri belirlenir. Yorulmada akma dayanımının altında değişken yükler uygulanırken, sürünmede yüksek sıcaklıkta malzemeye gerilme uygulanarak kırma işlemi gerçekleştirilir. Bazı durumlarda da malzemeler çalışma şartlarında kendiliğinden kırılır. Bu durumda malzemelerin neden kırıldıklarının araştırılması gerekebilir. Kırık yüzey analizleri malzemelerin birçok özelliğini belirlemede kullanılır. Aşağıda bu özelliklerden bazıları sıralanmıştır:

- Kırılma ve çatlak oluşum nedenleri,
- Malzemenin çekme özelliklerinin belirlenmesi,
- Malzemenin yorulma özelliklerinin tespiti,
- Malzemenin sürünme özelliklerinin belirlenmesi,
- Darbe dayanım kapasitesinin belirlenmesi,
- Numune kabaca bileşiminin tespiti,
- İnklüzyon uzantılarının gözlenmesi,
- Tane boyutunun belirlenmesi,
- Çatlağın ilerleme bölgesinin (tane içi/tane sınırı gibi) belirlenmesi,
- Sertleşme derinliği ve grafitleşme derecesini tespiti,
- Kompozit malzemelerde matris-takviye elamanı ara yüzey durumunun belirlenmesi,
- Yüksek sıcaklıktan dolayı oluşan bozulmaların gözlenmesi,
- Kalite kontrolü.

Tane Ebadı ve Sertleşme Derinliği

Takım çeliği gibi yüksek martenzitik çeliklerin östenit öncesi tane ebatları kırık yüzey yardımı ile belirlenebilir. Bu metot, genellikle doğru sonuçlar verir. Takım

çeliklerinin ve yüzey sertleştirme işlemi yapılmış çeliklerin sertleşme derinlikleri kırık numune yüzeyinin incelenmesi ile belirlenebilir. Şekil 1.67'de sertleştirme işlemine tabi tutulan bir kalıp malzemesinde kırık yüzey yardımı ile yüzey ve hemen altında meydana gelen sertleştirilmiş bölge rahatlıkla görülebilmektedir. Şekil 1.67.b'de ise benzer bir malzemedeki sertleştirilmiş bölge, ince bir tabaka halinde kırma işlemine tabi tutulmadan önce parlatma ve dağlama yapıldıktan sonra görülmektedir.



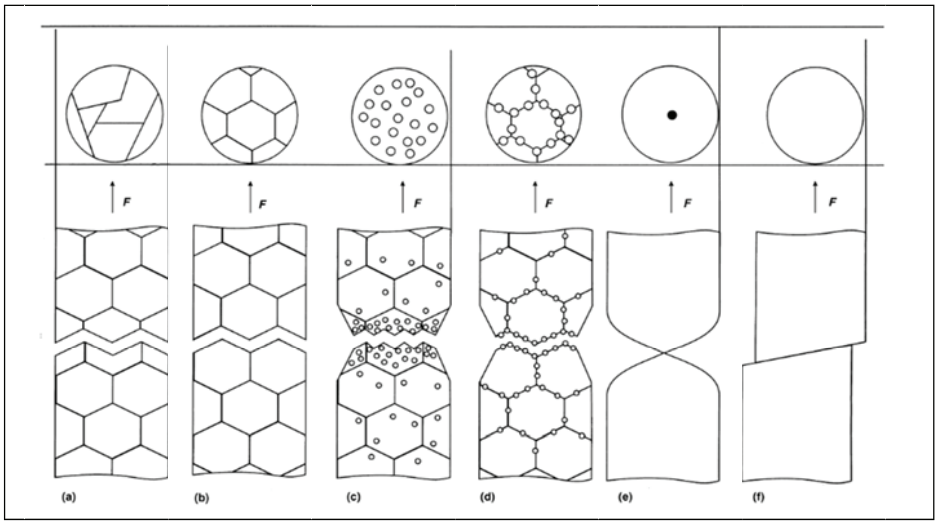
Şekil 1.67- *Sertleştirme işlemi sırasında kırılan çelik kalıp malzemesinin görünümü (a). Çil bölgesi, gerek kırık yüzeylerde (a) ve gereksek parlatılmış ve daha sonra dağlanmış yüzeyin en dış bölgesinde (b) net bir şekilde görülmektedir [50].*

Çatlak/Kırılma Oluşum Nedenleri ve Darbe Dayanım Özelliklerinin Belirlenmesi

Malzemelerde meydana gelen çatlak veya kırılma çeşitli sebeplerden kaynaklanabilir. Bunun için ya özel olarak hazırlanmış numuneler istenilen servis şartları sağlanarak kırılır veya herhangi bir sebeple kırılmış numuneler metalografik olarak hazırlanarak incelenir. Yüksek sıcaklıkta çalışacak bir malzeme benzer ortamda sürünme deneyine tabi tutularak kırılır. Ortam şartlarında çalışması düşünülen bir malzeme ortam sıcaklığında çeşitli aparatlar ile kırılarak incelenirken, düşük sıcaklıkta çalışacak bir malzeme kriyojenik ortamda deneye tabi tutulur. Sürekli tekrarlanan bir yüke maruz malzemeler ise yorulma deneyine tabi tutulur. Kırık numuneler, önce makro incelemeye tabi tutularak değerlendirilir ve kırılmanın nedenleri araştırılır. Makro inceleme ile kırılmanın nedenleri anlaşılamadığında daha detaylı inceleme metotlarına başvurulur. Makro inceleme, kırık yüzeylerin değerlendirilmesinde çok yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntemle yorulma, korozyon, gerilme gibi etkilerden kaynaklanan kırılma türleri rahatlıkla tespit edilebileceği gibi, kırık yüzeylerin incelenmesi ile numunelerin gevrek veya süneklikleri hakkında da bilgi sahibi

olunabilir. Aslında darbe deneyleri ile numunelerin kırılma tavırlarını belirlemek oldukça kolaydır. Kırık yüzeylerden faydalanmak suretiyle bunun kabaca tahmini mümkündür. Gevrek kırılma tavrı gösteren numunelerde kırık yüzeyler genellikle düz ve parlak bir görünüm verirken, sünek kırılan numunelerde boyunlaşma veya sünme görülür. Bu malzemelerde kırık yüzeyler girintili çıkıntılı olur ve daha mat bir görünüm sergiler. Şekilde 1.68'de çekme deneyi sırasında oluşan kırılma modları şematik olarak verilmiştir. Şekil 1.69'da bir metalografi laboratuvarındaki kırık yüzey örnekleri toplu olarak verilmiştir. Şekil 1.70'de çelik malzemelerde gevrek kırılma örnekleri, Şekil 1.71'de ise sünek kırılma örnekleri verilmiştir. Şekil 1.72'de 8620 sementasyon çeliğinde haddeye dik ve haddleme yönlerinde oluşan kırık yüzey görüntüsü ve yapıdaki kalıntılar verilmiştir.

Yorulmadan kaynaklanan kırılmada ise kırılmanın başlangıcı, çatlağın büyüme aşamaları, yorulma çizgileri ile kademe kademe tespit edilir ve nihayet parlak bir görünüm veren küçük bir alandaki kırık yüzey elde edilir. Yorulmadan kaynaklanan kırılma çok kolay tespit edilebilen bir kırılma tavrı sergiler. Gevrek kırılan numunelerde son kırılan bu alan daha da geniştir. Aşağıdaki şekillerde (Şekil 1.73-Şekil 1.77) çeşitli Fe esaslı malzemelerde kırılma, yorulma kırılmaları ve kaynak bölgesinde meydana gelen çatlak ve hasarlar makroskobik olarak verilmiştir.



Şekil 1.68- *Çekme deneyi sırasında çok kristalli malzemede kırılmanın sınıflandırılması: (a) Tane içlerinden gevrek kırılma, (b) tanelerarası gevrek kırılma, (c) tane içlerinden sünek kırılma, (d) tanelerarası sünek kırılma, (e) plastik (çok sünek krılma) ve (f) gevrek kırılma [51].*



Şekil 1.69- *Metalografi laboratuvarlarında kırık yüzeyleri tanımlamak üzere hazırlanmış gevrek ve sünek kırılmaları gösteren kırık yüzey numune seti, X 0.30. (G.Ü, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Metalografi laboratuvarı).*



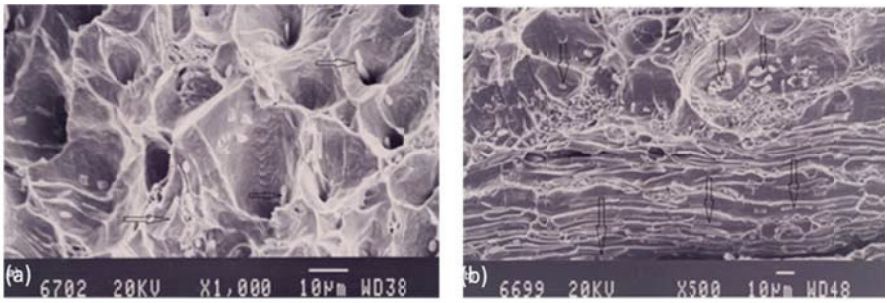
Şekil 1.69- *devamı*



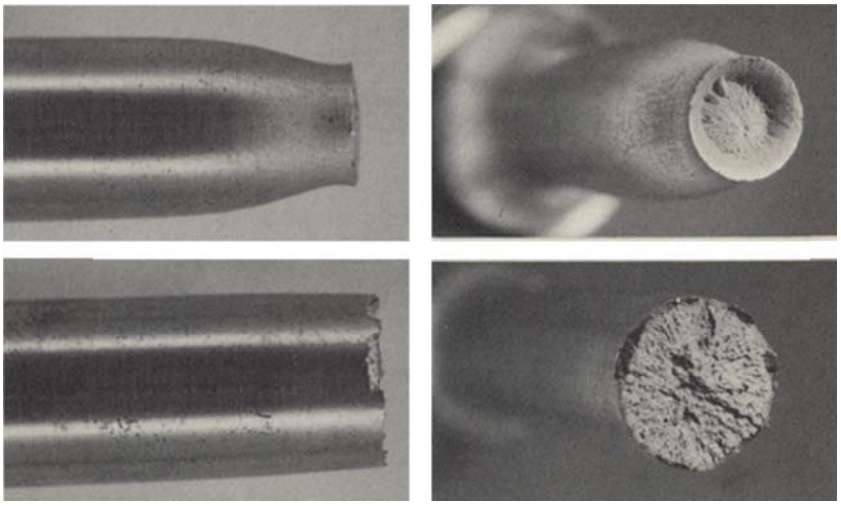
Şekil 1.70- *Değişik çelik numunelerde gevrek kırılma örnekleri X1. (G.Ü, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Metalografi laboratuvarı).*



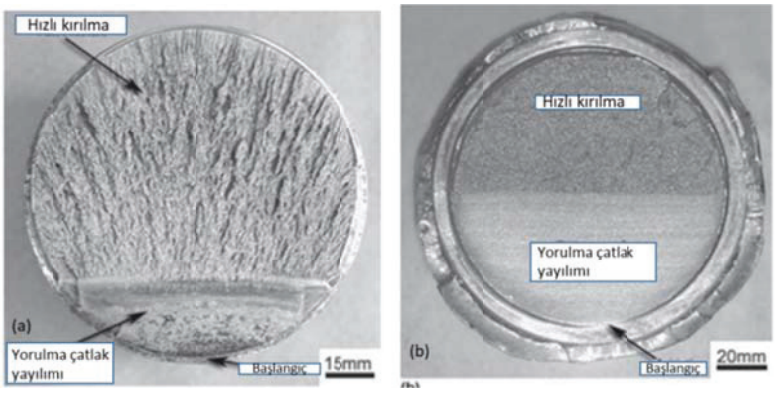
Şekil 1.71- *Çelik numunelerde sünek kırılma örnekleri X1. (G.Ü, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Metalografi laboratuvarı).*



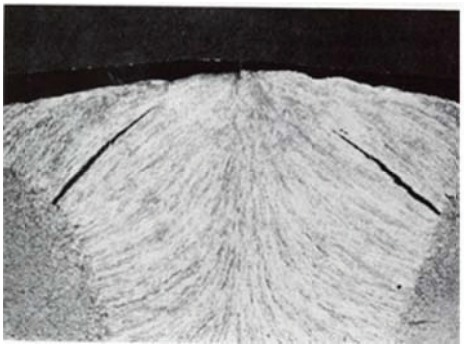
Şekil 1.72- *(a) Sıcak hadde 8620 sementasyon çeliğinde haddeye dik yönde kırık yüzey SEM görünümü. Yapıda oyuklar içerisinde kırığın başlamasına sebep olan yoğun MnS kalıntıları (okla işaretli) görülmektedir. (b)'de ise aynı malzemenin hadde yönünde kırık yüzey görüntüsü verilmiştir. Şeklin üst tarafında Al_2O_3'ce, altta ise MnS'ce zengin bölgeler görülmektedir [52].*



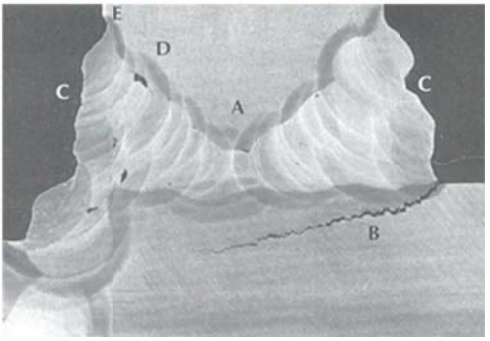
Şekil 1.73- *Çekme numunesinde boyunlaşma gösteren sünek (üstte) ve gevrek (altta) kırılma örnekleri 2X [50].*



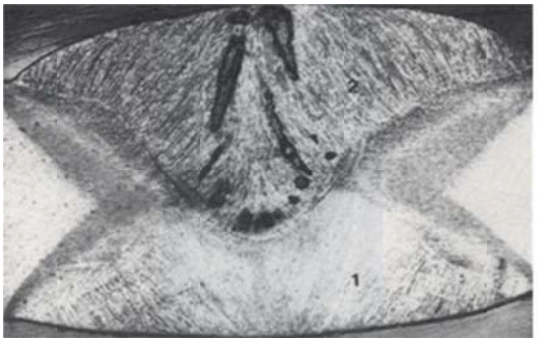
Şekil 1.74- *Yorulma kaynaklı kırık yüzey görüntüleri. (a) Yüksek yük uygulaması, (b) düşük yük uygulamas [10].*



Şekil 1.75- *Toz altı kaynağında meydana gelen katılaşma çatlağı. Çift pasolu kaynakta güvercin kanadı olarak bilinen çatlağın görünümü [26].*



Şekil 1.76- *Çok pasolu kaynakta çeşitli kaynak hataları. (A) Yetersiz ergime, (B) lamelli yırtılma, (C) düzensiz şekilli katılaşma, (D) cüruf kalıntısı (E) yanma oluğu [27].*



Şekil 1.77- *Toz altı kaynağında yapıdan uzaklaştıralamayan gazlardan kaynaklanan kurtçuk delikleri olarak adlandırılan kaynak hatası [26].*

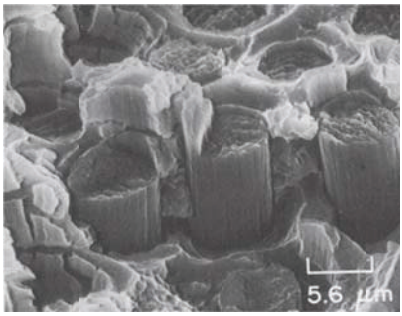
Bileşim

Diğer metotların yanı sıra kırık yüzeylerin incelemesi ile malzemelerin bileşimi hakkında kabaca bilgi sahibi olunabilir. Renk, yoğunluk, yapıda yönlenme gibi faktörlerden yararlanılarak malzemenin kimyasal bileşimi, hatta geçirdiği ısıl veya mekanik işlemler hakkında bilgi edinilebilir. Demir esaslı malzemeler için kırık yüzey görünümü yardımıyla tespit edilen bazı malzeme bilgileri aşağıda verilmiştir:

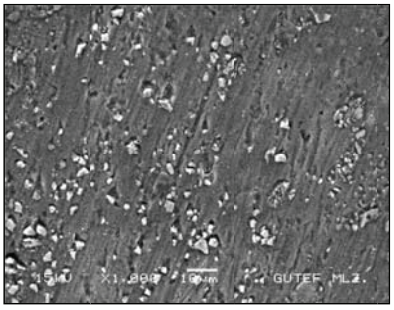
Malzeme	**Kırık yüzey görünümü**
Gri dökme demir	*Kaba taneler, gri renkli*
Temper dökme demir	*İnce taneler, siyah renkte*
Hadde demir	*Fiber şeklinde taneler, parlak gri renkte*
Düşük karbonlu çelik	*İnce taneler, parlak gri görünümde*
Takım çeliği	*Çok ince tane yapısı (ipeksi), parlak gri renkte*

Kompozitlerde Matris-Takviye Elamanı Arayüzey Yapısı

Kompozitler iki veya daha fazla malzemeden oluşan ve kendisini oluşturan malzemelerden daha iyi özellikler sergileyen malzemelerdir. Kompozit malzemeler genellikle parçacık takviyeli, kısa veya uzun fiber (elyaf) takviyeli ve katmanlı olarak sınıflandırılır. Matris-ana malzeme ara yüzey dayanımının iyi olması durumunda yüksek mekanik özellikler elde edilir. Ara yüzeylerin incelenmesinde makro ve daha sonra mikro inceleme yaygın olarak kullanılır. Şekil 1.78'de karbon fiber takviyeli Mg kompozit malzemenin kırık yüzey görünümü verilmiştir. Yapıda Mg malzeme gevrek kırılma özelliği sergilerken, karbon fiber takviye elamanının gevrek ve farklı yüksekliklerde kırılmaları dikkat çekmektedir. Şekil 1.79'da ise SiC parçacıkları ile takviye edilmiş metal matrisli kompozit yapılar ve ara yüzey görülmektedir.



***Şekil 1.78**-Karbon fiber takviyeli Mg kompozitte kırık yüzey görünümü [53].*



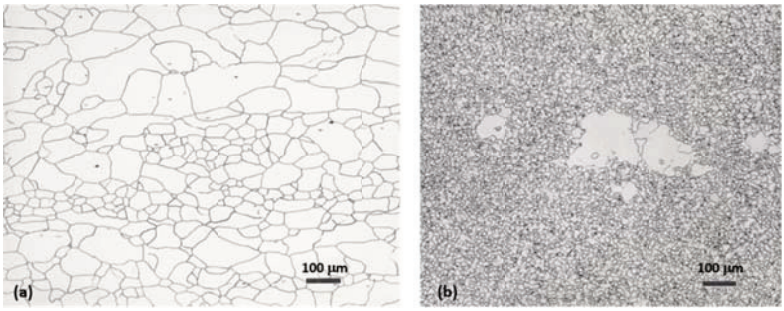
***Şekil 1.79**- SiC takviyeli Al esaslı (6061) kompozitte parçacık dağılımı.*

Yüksek Sıcaklık Etkisi

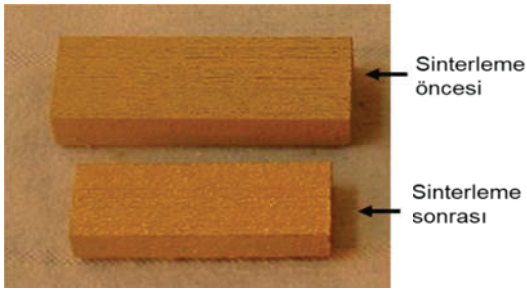
Servis sartlarında sıcaklığın yüksek olduğu bölgelerinde tane büyümesi meydana gelir. Bu bölgeleri belirlemek amacıyla benzer ortamlarda numuneler hazırlanır ve incelenir. Genelde 25-100 mm ebatlarında dört köşe numuneler hazırlanır, daha sonra servis sırasında oluşabilecek normalizasyon, soğutma ve temperleme işlemleri gibi bazı ısıl işlem uygulanır. Numune oda sıcaklığına soğutulduktan sonra kırılır. Kırık numunelerdeki kaba taneli bölgeler, aşırı ısınmaya maruz kalmış bölgeleri belirler. Bu bölgede iri taneli yapılar yüksek sıcaklığın etkisi ile ince tane yapısını kendisine katarak daha da irileşir. Şekil 1.80.a'da ferritik paslanmaz çelikte sıcak haddeleme ve tavlama neticesinde boyuna eksende tane yapısı görülmektedir. Malzeme dubleks tane yapısına sahiptir. Diğer şekilde ise (Şekil 1.80.b) düşük karbonlu çelikte kısmi tane irileşmesi görülmektedir.

Toz metalurjisi (TM) yöntemi ile imal edilen malzemeler preslendikten sonra yoğunlukları ve dayanımları düşüktür. Sinterleme ile hem yoğunluğu, hem de dayanımı artar. Yoğunluk artışı olurken malzemedeki gözenek miktarı azalır ve

kompakt hale geldiği için boyutlarında küçülme (boyutsal çekme) görülür. Şekil 1.81'de katmanlı olarak 3DP yöntemi ile üretilen ve daha sonra 1200°C'de sinterlenen Ni esaslı malzemede %20'ye yakın oranda meydana gelen çekme, sinterleme öncesi ve sonrası numune boyutlarına bakılarak anlaşılmaktadır.



Şekil 1.80- *Ferritik paslanmaz çelikte (Fe,0.01C,26Cr,1.1Mo,0.015N) sıcak haddeleme ve daha sonra tavlama neticesinde boyuna yönde tane yapısının görünümü. Malzeme dubleks tane yapısına sahiptir. Büyütme 100X olup dağlama; sulandırılmış %60 HNO_3, 1.2 V dc, Pt katot, 15 s'dir (solda). Düşük karbonlu çelikte dubleks tane yapısı (sağda). Şekilde ortada sadece birkaç adet tane irileşmesi görülürken diğer taneler ince yapılarını muhafaza etmektedir [32].*



Şekil 1.81- *Üç boyutlu yazıcı (3DP) ile üretilen Ni esaslı malzemenin 1200°C'de sinterlenme öncesi ve sinterelenme sonrası yapısı. Sinterleme sonrası (altta) malzeme yaklaşık %20 boyutsal çekme göstermiş ve boyutlar küçülmüştür. Üretim öncesi bu tür boyutsal çekmeler dikkate alınmalı ve kalıplar uygun büyüklükte hazırlanmalıdır.*

Kalite Kontrol

Bütün yapılan çalışmalar kalite kontrolü ile noktalanır. Metalografide numuneler enine veya boyuna yönünde kesilir, tekstür, pulcuklaşma, grafitleşme, cüruf, çekme boşlukları, inklüzyon ve segregasyon incelemesi yapılır. Kırık yüzeylerin incelenmesi durumunda kırılan malzeme, kaba, ince, odunumsu, fiber şeklinde, sünek veya kırılgan olarak sınıflandırılır. Fiber şeklindeki kırılma, segregasyon veya inklüzyonlardan kaynaklanan mikro yapısal anizotropiden dolayıdır. Odunumsu görüntü ise yüksek alaşımlamadan veya metal olmayan segregasyonlardan veya herhangi bir mekanik işlemden dolayı meydana gelen yönlenmeden kaynaklanır.

DEMİR DIŞI METAL VE ALAŞIMLARININ MAKRO İNCELEMESİ

Bu bölümde endüstride yaygın olarak karşılaşılan alüminyum ve alaşımları ile bakır ve alaşımları hakkında kısa bilgi verilmiş ve bu iki malzemenin makro yapıları ele alınmıştır.

ALÜMİNYUM VE ALAŞIMLARI

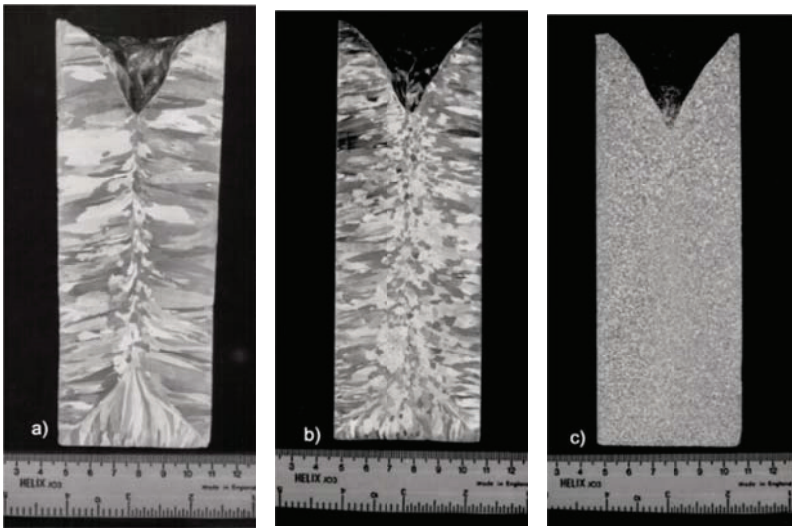
Alüminyum yumuşak ve sünek bir metaldir. Al ve alaşımlarının makro incelemesi, diğer malzemelerin incelemesinde kullanılan tekniklerle benzerlik gösterir. Ancak saf Al'nin hazırlanmasında karşılaşılan en yaygın problem, deformasyon kaynaklı hasarlardır ve hazırlanan yüzeyde oluşan koruyucu oksit filmidir. Bu film daha sonra yapılacak olan dağlama işlemini zorlaştırır. Özellikle ticari saflıktaki Al ve alaşımlarının içerisinde intermetalik partiküller bulunur ve dağlama sırasında çözelti matrise etki etmeden önce bu partiküllere atak ederek o bölgelerin etkilenmesini sağlar. Her ne kadar özel dağlayıcılar vasıtası ile bu fazlar belirlenebiliyor olsa da dağlama sırasında gerekli tedbirler alınmalıdır. Günümüzde bu fazlar çeşitli tekniklerle yüksek doğrulukla belirlenebilmektedir.

Makro inceleme için genel bir inceleme yeterlidir. Düşük büyütme oranı ile makro dağlanmış malzemeden veya kırık yüzey görüntülerinden detaylı bilgi elde etmek mümkündür. Al dökümde makro inceleme ile ince tane yapısı, Si ihtiva eden Al alaşımlarında ise modifikasyon etkileri, tane boyutu, anormal büyüklükteki partiküller veya oksit kalıntıları, gözenekler ve birçok durumda bozunum tipleri belirlenebilir. Makro inceleme ile şekillendirme çatlakları, oksit uzantıları, katmanlar ve segregasyonlar gibi hatalar da tespit edilebilir. Makro inceleme için numune kesimi, aşındırarak kesme yapan cihazlar ile yapılabilir. Kesme sırasında kesilen yüzeyde soğuk işlem sertleşmesi veya sıcaklıktan dolayı bozulmuş bir katman meydana gelebilir. Bu nedenle kesme işlemi çok keskin uçlu kesicilerle ve uygun soğutucular kullanılarak yapılmalıdır. Şayet kesilen numunede istenilen görüntü elde edilemezse, incelenecek yüzeyin işlendikten sonra kaba ve ince zımpara ile bol su veya gazyağı kullanılarak düzeltilmelidir. Kaba taneli kum döküm malzemelerde bu kadar hassas yüzey hazırlamaya gerek yoktur. Yüzey temizliği yapılan numune %20'lik hidroflorik asit ile dağlanır, su ile yıkanır, asetona daldırılır ve kurutulur. Dağlama işlemi ve dağlayıcılar tamamen yapılacak incelemenin amacına uygun olarak seçilmelidir. Asit içeren dağlayıcılar tane boyutu ve morfolojisini ortaya çıkarmak için elverişlidir. Fakat bazı dağlayıcılar ince çatlaklar, oksit kalıntıları, gözenekler veya benzer kusurların görünümünü engeller. Kostik dağlayıcılar, yapı kusurlarını ortaya çıkarmada kullanılır. Fazla miktarda Si ihtiva eden Al alaşımlarında tane yapısını ortaya çıkarmak oldukça zordur. Bu malzemelerin dağlanmasında hidroflorik asit kullanılır. Bazı dağlayıcılar Al ile şiddetli tepkimeye girdiklerinden numunenin

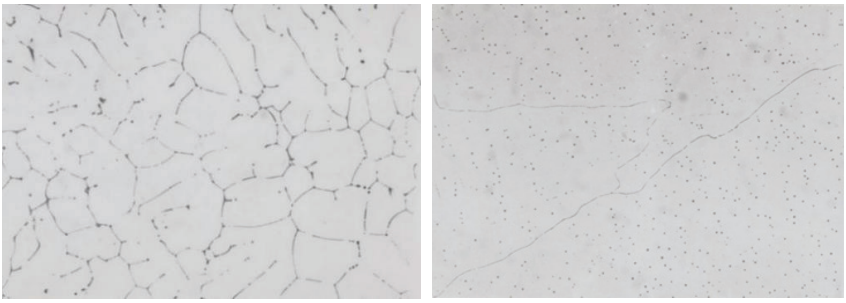
yapısını bozacak derecede ısınır. Bu gibi durumlarda numune dağlayıcıdan sık sık çıkartılıp su ile soğutulmalıdır. Bazı durumlarda ise malzeme belli bir sıcaklığa kadar ısıtılarak dağlanır. Malzemeyi ısıtmadan normal oda sıcaklığında dağlamak için aşağıda kimyasal bileşimi ve oranları verilen ve Tucker çözeltisi olarak bilinen dağlayıcı yaygın olarak kullanılır.

45 ml hidroklorik asit
15 ml hidroflorik asit
15 ml nitrik asit
25 ml su

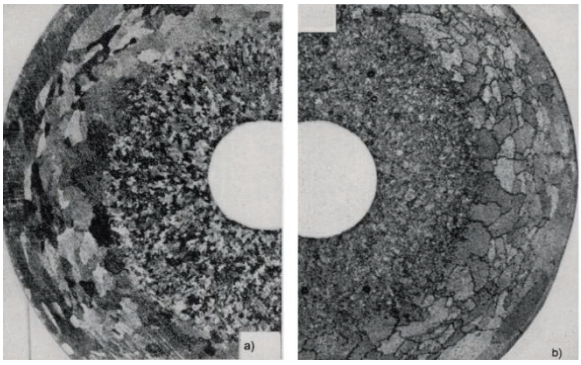
Al-Si alaşımları için Hume-Rothery çözeltisi kullanılır, diğer Al alaşımları için 150 mg bakır klorür gereklidir. Numune çözeltiye 10 saniye daldırılır ve akan su altında yüzeydeki bakır tabaka fırçalanarak temizlenir. Numune çözeltiye tekrar daldırılır ve yeterli derinlikte dağlama elde edilinceye kadar işlem devam eder. Yüzeydeki bakırın belirtilen metotla çıkarılmasının mümkün olmadığı durumlarda numune %50'lik nitrik asit içerisine daldırılır ve daha sonra inceleme yapılır. Kitabın sonunda verilen EK 1'de diğer Al alaşımları için kullanılan makro ve mikro dağlayıcılar verilmiştir. Aşağıdaki şekillerde (Şekil 1.82-Şekil 1.86) Al ve alaşımlarına ait çeşitli makro ve mikro yapılar verilmiştir.



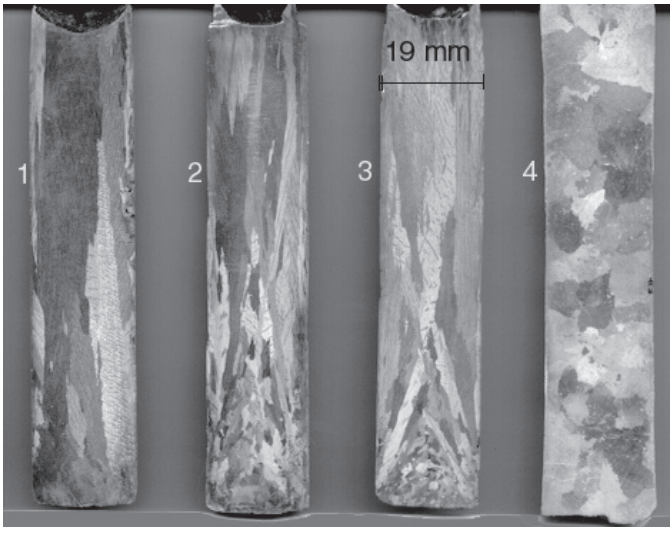
Şekil 1.82- *Tane inceltmesi işlemi ve döküm sıcaklığının ticari saflıktaki Al malzemede tane yapılarına etkisi. a) Tane inceltilmesi yapılmamış numunede iri sütunsal tanelerin görünümü. b) Daha düşük sıcaklıkta dökülmüş ingot malzemede kenarlarda sütunsal, orta kısımda eş eksenel taneler görülmektedir. c) Ti/B ile tane inceltilmesi yapılmış malzemede oldukça ince tane yapısına sahip numunenin makro görünümü 0.5X [24].*



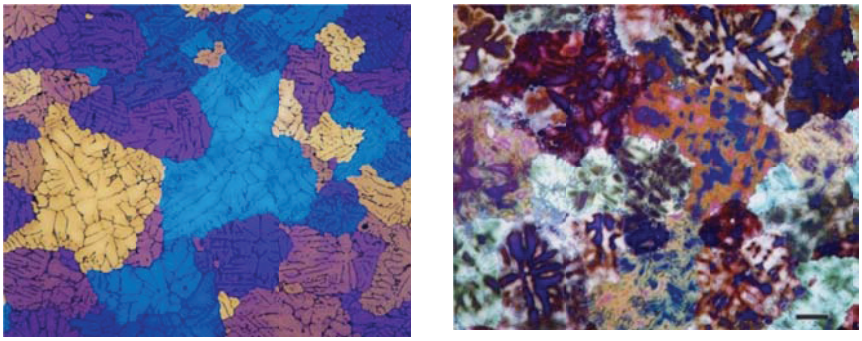
Şekil 1.83- *Saf Al malzemede eş ekseni ve (solda) ve sütunsal tanelerin görünümü (sağda)* [24].



Şekil 1.84- *Dövme Al malzemenin yapısı. a) %20 NaOH çözeltisi ile dağlandıktan sonra, b)'de ise aynı dağlayıcı ile aşırı dağlamadan sonraki makro yapısı [54].*



Şekil 1.85- *Al-4%Cu malzemelerde yönlü katılaşmanın tane yapısına etkisi. Soldan sağa 1, 2 ve 3 numuneler yönlü katılaşmış ve uzun ince yönlenmiş tane yapısı elde edilmiştir. 4 nolu numune ise karşılaştırma yapabilmek için kum kalıba dökülmüştür. Bu numunede herhangi bir yönlenme görülmemekte ve düzensiz şekilli taneler dikkat çekmektedir [55].*



***Şekil 1.86**- Sürekli dökümle üretilmiş 1100 Al alaşımının dendritik mikro yapısı [56].*

BAKIR VE ALAŞIMLARI

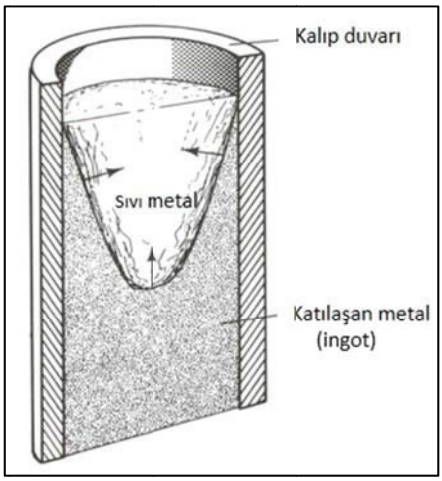
Bakır oldukça yumuşak, sünek ve dövülerek şekillendirmeye elverişli bir malzemedir. Bakır ve alaşımlarından oldukça geniş bir bileşimde malzeme üretmek mümkündür. Saf bakır iyi elektrik iletme özelliği için kullanılırken, bakır alaşımı olan pirinç, bronz ve çökelti sertleşmesi ile güçlendirilmiş alaşımlar yüksek mekanik özellikler ile bazı diğer istenilen özelliklerin gerektiği yerlerde kullanır. Bakır alaşımlarının uygun olmayan döküm şartlarından kaynaklanan çekme boşlukları, hava kabarcıkları, gözenek ve kalıntılar ile bazı döküm hatalarının tespiti için geniş bir alanın makro incelenmesi gereklidir. Ayrıca, haddelenmiş malzemelerde görülen kabarcıklar, metalik kalıntılar ve haddeleme işleminden kaynaklanan pulcuklaşma gibi hataların da incelenmesi gereklidir. Blok halindeki bakır malzemelerin ekstrüzyonu sırasında yapılan makro inceleme ile malzemenin akış yönü ve deformasyonu ilgili çok önemli bilgiler elde edilir. Bazı durumlarda mikro inceleme ile elde edilemeyecek kadar önemli bilgiler makro inceleme ile elde edilebilir. Ancak bakır ve alaşımlarının yapıları oldukça hassas olduğu için metalografik hazırlama sırasında kolayca bozulur. Numune alma sırasında uygun olmayan kesici kullanımı veya zımparalama sırasında yeterli hassasiyet gösterilmemesi yüzeyden belli bir derinliğe kadar hasar oluşmasına sebep olur. Özellikle saf bakır ve pirinç alaşımlarında parlatma sırasında çiziklerin giderilmesi önemli bir sorundur. Bazı durumlarda kolloidal silika kullanmak suretiyle bu çizikler ortadan kaldırılabilir. Aşağıdaki şekillerde (Şekil 1.87-Şekil 1.91) bakır ve alaşımlarına ait çeşitli makro yapılar verilmiştir.

Şekil 1.87'de bakır alaşımlarının dökümü sırasında katılaşma yönleri şematik olarak gösterilmiştir. Şekil 1.88'de dağlama yapılmış saf bakır dökme bloğun makro kesit yapısında yüzeyden merkeze doğru makro yapı değişimi görülmektedir. Şekil 1.89 ve Şekil 1.90'da çeşitli bakır alaşımlarının tane yapıları ve tavlama ikizlemeleri görülmektedir. Şekil 1.91'de ise haddelenmiş Cu

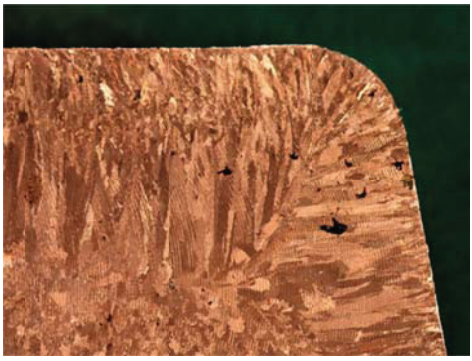
numunenin TIG kaynağı sonrası makro yapısı ile kaynak bölgesinde bulunan bakır oksit parçacıkları görülmektedir.

Bir ingotun boyuna kesiti alınarak yapılan incelemede yeterli bilgi elde edilebilir. Ancak bazı durumlarda malzemenin enine kesitinin de alınması gereklidir. Mekanik işlem görmüş malzeme, deformasyon akma çizgileri, tane yapısı ve genel yapı görülebilecek şekilde hazırlanmalıdır. Çubuk, tel ve benzeri malzemelerin incelenmesi için boyuna kesit alınması tercih edilir. Bakır ve alaşımları ikizlemeye karşı hassastır. Bu nedenle gerek mekanik, gerekse ısıl işlemden kaynaklanan ikizlemelere dikkat edilmelidir.

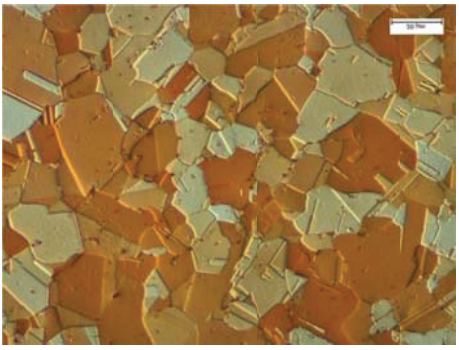
Bakır alaşımlarının zımparalanmış veya kesilmiş yüzeyine nitrik asit uygulamak suretiyle görüntü elde edilebilir. Daha özenle hazırlanmış yüzeylerin dağlanması için amonyak, amonyum persülfat veya demir klorür kullanılabilir. Bunlar mikro inceleme için hazırlanan çözeltilerden daha derişik olmalıdır. Daha detaylı bir inceleme için çok değişik dağlayıcılar mevcuttur. Bunlar kitabın sonundaki EK 1'de verilmiştir. Demir klorür, taneler arasındaki renk kontrast farkını göstermede ve α-katı ergiyiğindeki dendritik yapının incelenmesinde kullanılır. Amonyum ihtiva eden amonyum persülfat ise β fazı içeren pirinç malzemelerin dağlanmasında kullanılır. Bu çözeltilere bakır malzemeler daldırılarak dağlama işlemi yapılacağı gibi, çözelti içeren kabın içerisine yerleştirilen pamuk veya uygun bir bez parçasına numuneyi sürerek de dağlama işlemi yapılabilir. Bu şekilde daha parlak bir görüntü ortaya çıkar. Daha sonra yıkama, temizleme ve kurutma işlemi yapılmalıdır. Numunede boşluklar veya gözenekler varsa, malzeme aseton içerisine yaklaşık beş dakika süreyle daldırılır, suyun dışarı çıkması sağlanır ve hızlı bir şekilde kurutulur.



Şekil 1.87- *Bakır alaşımlarının dökümü sırasında katılaşma yönleri [21].*



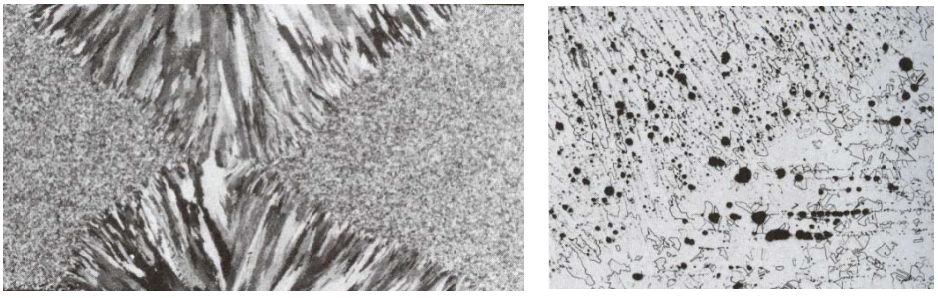
Şekil 1.88- *Saf bakır dökme bloğun dağlanmış makro yapısı [57].*



Şekil 1.89- *Saf bakırın dağlamadan farklı şekillerde etkilenmiş mikro yapısı [57].*



Şekil 1.90- *Tavlanmış ve çok az deforme edilmiş arsenikli bronz malzemede alfa tane yapısında görülen tavlama ikizlemeleri. (Klemm's I dağlayıcısı polarize ışık, 50X) [58].*



Şekil 1.91- *Soğuk haddelenmiş ve X kaynak ağzı açılmış bakır numunenin TIG kaynağı sonrası makro yapısı X2 (solda) ve aynı numunenin geçiş bölgesi (sağda). Mikro yapıdaki koyu bölgeler gözenekleri, çizgi halindeki uzantılar ise bakır oksit parçacıkların göstermektedir X25 [21].*

BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR

1. Alexander, W. O., Davies, G., Heslop, S. and Reynolds, K., *Essential Metallurgy for Engineers,* Van Nostrand Reinhold, UK, 1985.
2. Gül, F., *Demir Dışı Alaşımları Ders Notları,* Gazi Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, Ankara, 2012.
3. Türker, M., *Metalografi Ders Notları, Gazi Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi*. 2009, Ankara.
4. Boz, M. and Hasheminiasari, M., *The effect of process parameters on copper powder particle size and shape produced by electrolysis method.* Steel and Composite Structures, 2013. 15(2): p. 151-162.
5. Voort, G. V. http://www.georgevandervoort.com/images/Metallography-General/%20Solidification%20.pdf. [Erişim yılı: 2021].
6. Erbıyık, H., *Bakır Esaslı Alaşımlar Döküm Hataları,* Sarbak Metal, İstanbul, Türkiye, 2015.
7. . InoTrec Publication
8. https://foundrygate.com/upload/artigos/Casting%20Defect%20-%20Pinholes.pdf. [Erişim yılı: 2020].
9. Bramfitt, B. L. and Benscoter, A. O., *Metallographers Guide, Practices and Procedures for Iron and Steel,* ASM International, USA, 2002.
10. Canale, L. d. C. F., Totten, G. E. and Mesquita, R. A., *Failure analysis of heat treated steel components, ,* ASM international, 2008.
11. https://www.godfreywing.com/blog/porosity-classification-system-helps-determine-solutions-to-casting-leaks. [Erişim yılı: 2023].
12. *DOE Fundamentals Handbook, Material Science, Structure Of Metals,* 1993.
13. Campbell, J., *Complete Casting Handbook: Metal Casting Processes, Metallurgy, Techniques and Design* Butterworth-Heinemann,, 2015.
14. Callister, W. D. and Rethwisch, D. G., *Kenal Genel (Çev. Ed.), Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, 8. Baskı,,* Nobel Yayın, 2013.
15. Ashby, M. F. and Jones, D. R. H., *Engineering Materials 2, An Introduction to Microstructures, Processing and Design, ,* Pergamon Press, 1986.
16. Flemings, M. C., *Solidification Processing, Material Science and Engineering Series,,* Mc Graw–Hill Book Company, 1974.
17. Kalpakjian, S., *Manufacturing Engineering and Technology,* Pearson Education, India, 2001.
18. Türker, M., *The Effect of High Temperature Exposure on the Structure and Properties of Ferritic ODS Alloys,* The University of Leeds School of Materials, Ph.D. Thesis, UK, 1993.
19. *Metal Handbooks, Vol. 7, Atlas of Microstructures of Industrial Alloys,* ASM 1972.
20. Higgings, R. A., *Properties of Engineering Materials,* Hodder and Stougton, UK, 1987.
21. *ASM Handbook, Metallography and Microstructures, Vol 9,* ASM, USA, 1992.
22. Voort, G. V., *Metallography Principles and Practice,* ASM international, USA, 2007.
23. MacKenzie, D. S. and Totten, G. E., *Analytical Characterization of Aluminum, Steel, and Superalloys,* CRC press, 2005.
24. Kocatepe, K., *Faz Dönüşümleri Ders Notları*. 2016: Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü.
25. https://encyclopedia2.thefreedictionary.com/Welded+joint. [Erişim yılı: 2023].
26. Svensson, L.-E., *Control of Microstructures and Properties in Steel Arc Welds,* Butterwort&Heinemann, UK, 1994.
27. Kou, S., *Welding Metallurgy,* Joh Wiley&Sons, New Jersey, USA, 2003.
28. Wladislav, S., *Arc Welding,* InTech, Crotia, 2011.
29. Samuels, L. E., *Light Microscopy of Carbon Steels,* ASM International, USA, 1999.
30. Ateş, H., Türker, M. and Kurt, A. *Ferritik bir süperalaşımın sürtünme kaynağında yığma basıncının etkileri*, *13. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi*, 9-12 Kasım 2006, İstanbul, Turkey.
31. Madeleine, D. C., *Microstructure of Steels and Cast Irons,* Springer Science & Business Media, NY, USA, 2004.
32. Evcil, A., *The Microstructure of Ferrous Alloys, Seminer Notları,* 2017, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA,

33. Krauss, G., *Steels: Processing, Structure and Performance,* ASM International, USA, 2005.
34. Tekin, E., *Çelikler ve Dökme Demirler için Kuramsal ve Uygulamalı Metalografi,* TÜDOKSAD yayınları, İstanbul, 2013.
35. Yuqing, W., Han, D. and Yong, G., *Advanced Steels: The Recent Scenario in Steel Science and Technology,* Springer Science & Business Media, NY, USA, 2011.
36. *Buehler Dialog, Microstructural Analysis Reference Manual, Section 2*. 2017.
37. Tekin, E., *Demir Alaşımlarının Uygulamalı Optik Metalografisi,* SEGEM yayınları, Ankara, 1982.
38. https://www.google.com/search?q=sulphur+printing&sxsrf=ALeKk01IAcTHKj2tE-yxlc1iUU49gQEioA:1624703060067&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=2ahUKEwj8vIrGirXxAhXOhP0HHUC2BgMQ_AUoAXoECAEQBA&biw=1532&bih=744&dpr=1.25#imgrc=2JQj5tc_fYNQzM. [Erişim yılı: 2023].
39. *Asil Çelik Teknik Yayınları, Semantasyon Çelikleri*. 1984: İstanbul.
40. Samuels, L. E., *Optical Microscopy of Carbon Steel,* ASM, OH, USA, 1992.
41. Mehmet, T., *Formation of porosity in ferritic ODS alloys on high temperature exposure.* Journal of Materials Science, 2005. 40(5): p. 1201-1208.
42. *Bakır Esaslı Alaşımlar, Döküm Hataları,* Sarbak Metal, 2015.
43. Avcil, A., *Buehler Seminer Notları*. 2016: Lake Bluff, IL, USA.
44. Gökmen, U., Özçatalbaş, Y. and Türker, M. *Al2O3 takviyeli metalik köpüğe köpürme sıcaklığı ve köpürtücü madde miktarının etkisinin araştırılması*, *5. Uluslararası Toz Metalurjisi Konferansı*, 8-12 Ekim 2008, Ankara, Türkiye.
45. http://www.ifam.fraunhofer.de/en/Profile/Locations/Bremen/Shaping_Functional_Materials/Powder_Technology/Lightweight_Materials.html. [Erişim yılı: 2023].
46. San Marchi, C. and Mortensen, A., *Handbook of Cellular Materials*. 2002, Weinheim.
47. Türker, M., *Metalik Köpükler ve Kullanım Alanları.* Metal Dünyası, 2010. Vol 18, Sayı 206: p. 122-130.
48. Türker, M. *Production of closed cell aluminum foam as armor support material, (invited speech) International Congress on Engineering Science and Multidisiplinary Aproaches*, 23-24 February 2021, İstanbul-Türkiye.
49. Türker, M. *Al foams reinforced with B4C and SiC particles: Production process, characterization, properties and applications, (Invited speech)*, *International Conference on Advanced Materials Science and Engineering and High Tech Device Applications (ICMATSE 2020)*, October 02-04 2020 Ankara / Türkiye.
50. McCall, J., *Metallography in Failure Analysis,* Springer Science & Business Media, TX, USA, 1977.
51. Malgorzata, W., *Aluminum-Silicon Casting Alloys: An Atlas of Microfractographs,* ASM international, USA, 2004.
52. Özçatalbaş, Y., *Sıcak hadde mamülü SAE 8620 çelik çubuğun mekanik özelliklerindeki anizotropik durumun incelenmesi.* Politeknik Dergisi, 2002. Cilt 4, Özel Sayı, p:35-39.
53. *Metals Handbook, Fractography,* ASM International, USA, 1992.
54. Mondolfo, L. F., *Metallography of Aluminum Alloys,* John Wiley & Sons, 1943.
55. Tüzünalp, K. K., *Alüminyum Alaşımlarının Yönlü Katılaşması ve Süreç Parametrelerinin İrdelenmesi,* Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara, 2002.
56. Evcil, A., *Artefacts in Sample Preparation* in *Buehler an ITW Company*. 2017: Port Elizabeth, South Africa Course.
57. https://www.struers.com/en/Knowledge/Materials/Metallic-grain-structures#main. [Erişim yılı: 2023].
58. *SumMet, The Sum Of Our Experience, A Guide to Materials Preparation & Analysis Solutions for Materials Preparation, Testing and Analysis,* Buehler Publication, Lake Bluff, IL, USA, 2007.

BÖLÜM 2

MİKRO İNCELEME

GİRİŞ

Makro inceleme yöntemiyle tespit edilemeyen görüntü ve bulguların daha detaylı bir şekilde incelenmesi ve değerlendirilmesi mikro inceleme ile yapılabildiği gibi, doğrudan mikro inceleme yolu ile de metalografik işlemlere başlanabilir. Makro incelemenin devamı olarak kabul edildiğinde, mikroskop altında belirli bir orandan sonraki büyütmeler mikro inceleme sınırları içerisinde kabul edilmektedir. Bu büyütme oranın yaklaşık 25X'ten sonra başladığı kabul edilmektedir. Metalografik inceleme çok geniş bir alanı kapsamakta ve hızlı gelişim gösteren birçok özel alet ve makinalar kullanılarak yapılmaktadır. Mikro incelemede en çok kullanan cihazlardan bir tanesi şüphesiz optik mikroskoptur. Bunun yanında taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) gibi çok gelişmiş cihazlar da yaygın olarak kullanılmaktadır. Metalografi, sadece numunelerin incelenmesi ile sınırlı olmayıp, kullanılan yöntemleri de kapsamaktadır. Bu kitapta mikro inceleme kapsamında metal mikroskobunun çalışma prensibi (Bölüm 3) ve değişik kullanımının yanı sıra, tane boyutu ve faz hesaplamalarında kullanılan nicel metalografiden de bahsedilmiş (Bölüm 4) ve en çok karşımıza çıkan mikro yapılara ait geniş bir örnek de Bölüm 5'te verilmiştir.

OPTİK MİKROSKOP İÇİN NUMUNE HAZIRLAMA

Optik mikroskop (OM) için numune hazırlama el becerisi gerektiren ve sıkıcı bir iş olup, metalografiye başlangıç açısından önemlidir. İyi hazırlanmamış bir numune, yanlış anlamalara ve yanlış yorumlamalara yol açarken, ekonomik kayıplara da sebep olmaktadır. Bu nedenle numunelerin titizlikle hazırlanması, metalografik hazırlık bakımından çok az hata ihtiva etmesi, çiziklerden arınmış, ana yapıyı bozmayacak işlemlerden geçirilmiş ve doğru yorum yapılabilecek nitelikte olmalıdır.

Numune hazırlamaya başlamadan önce incelenecek malzeme ile ilgili mümkün olduğunca bilgi toplanmalıdır. Malzemenin görmüş olduğu mekanik ve ısıl işlem geçmişi ile kimyasal bileşimi hakkında bilgi sahibi olunmalıdır. Malzemenin döküm mü, yoksa dövme yolu ile imal edilmiş olduğu bilinmelidir. İncelenen malzeme dövme, çekme veya haddeleme gibi mikro yapıyı etkileyen

işlemlerden geçirildiyse, bu işlemlerin yönü bilinmelidir. Numunenin hangi doğrultu ve düzlemlerinden daha fazla bilgi edinilebileceği dikkate alınmalı ve metalografik hazırlık aşamasında hangi işlemlerin kritik olduğu önceden değerlendirilmelidir. Malzemenin sertleştirme veya temperleme işlemi görüp görmediği önemlidir. Sertleştirme yapılan bir malzemede mümkünse sıcak basınçlı kalıplama yapılmadan, soğuk kalıplama yapılarak metalografik işlemlere başlanmalıdır. Düşük sıcaklık dahi olsa, kalıplama sıcaklığı olan 150-160^{o}C'nin Pb-Sn alaşımı gibi düşük sıcaklıkta ergiyen malzemelerin yapılarında değişikliğe sebep olabileceği dikkate alınmalıdır. Kısaca, metalografik hazırlıklara başlamadan önce incelenecek malzemenin geçirmiş olduğu işlemler iyi analiz edilmelidir.

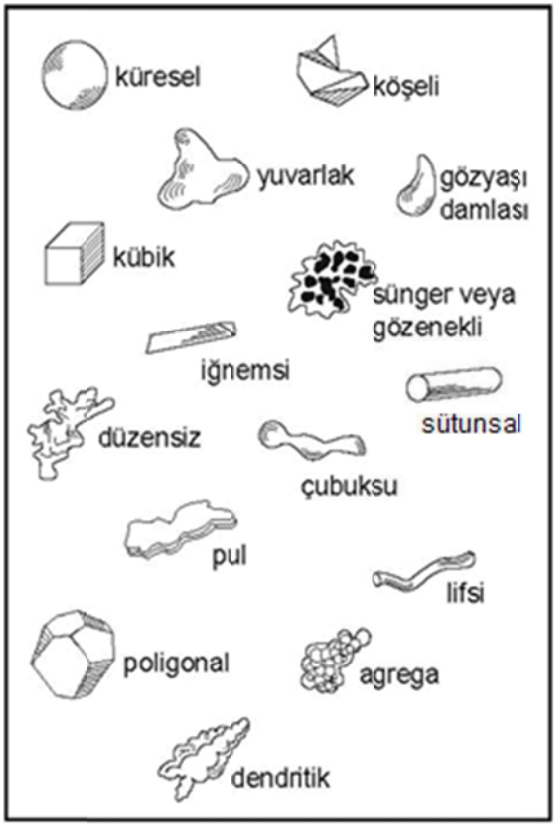
Bir suçun aydınlatılmasında parmak izinin belirlenmesi ne kadar hassas ve önemliyse, bir malzemenin sadece kendine has olan mikro yapısının belirlenmesi de o denli hassas ve önemlidir. Numune hazırlama çok aşamalı bir işlem olup, bu esnada pek çok problemle karşılaşılabilir. Bütün aşamalarda gerekli hassasiyet gösterilmediğinde, bir önceki işlem sırasında meydana gelen problemi bir sonraki aşamada ortadan kaldırmak çoğu zaman mümkün olmamaktadır. Malzemelerin özelliklerine ve geçirmiş olduğu işlemlere bağlı olarak birçok farklı tane yapısı karşımıza çıkabilir. Döküm, dövme veya ekstrüze edilmiş bir malzemede dışardan içeriye doğru çok farklı yapılarla karşılaşabiliriz. Toz metal (TM) malzemelerde gözenekli yapı çok yaygın olarak karşımıza çıkar. Kaynaklı yapılarda ana malzeme, kaynak metali ve ITAB (**I**sı **T**esiri **A**ltındaki **B**ölge) dikkate alınmalıdır. Malzemenin üretim yöntemine ve daha sonra uygulanan işlemlere bağlı olarak farklı tane yapıları ortaya çıkar. Metallerin mikro yapı incelemelerinde sıkça karşımıza çıkan tane ve partiküller ile ilgi yapılar Şekil 2.1'de şematik olarak verilmiştir.

Metalik bir malzemenin mikro yapısını incelemek için genelde bir mikroskoba ihtiyaç duyulur. Malzemenin mikroskop altında incelenebilmesi için uygun bir şekilde hazırlanmış olması gereklidir. Metalografik inceleme, yeterli büyüklükteki malzemelere doğrudan uygulanırken, büyük kütle halindeki malzemelerden kesilerek veya kırılarak uygun büyüklükte numune elde etmek suretiyle yapılır. Numuneler kesilirken veya kırılırken, uygulanan işlemlerin ana malzeme özelliklerini bozmayacak şekilde yapılması gereklidir. Bu işlemlerle ilgili detaylı bilgi sırası ile aşağıda verilmiştir:

Numune Alma Bölgesinin Tespiti

Numune hazırlamada önemli ilk işlem, büyük hacimdeki malzemelerden metalografik inceleme yapılabilecek büyüklükte numune almaktır. Mikroskobik inceleme için genelde 5-25 mm çapında veya uygun büyüklükte numune hazırlanır. Numune hazırlamanın zorluğu ve zaman alışı göz önünde bulundurularak işlemlerin bütün aşamalarında gerekli hassasiyet gösterilmelidir.

Büyük bir malzemeden alınacak numunenin yeri, adedi ve yönü dikkatle seçilmelidir. Seçilen numune veya numuneler gerek fiziksel, gerekse kimyasal bileşim bakımından ana malzemeyi temsil etmelidir.



Şekil 2.1- *Metalografide sık karşılaşılan tane ve partikül yapılarının şematik gösterimi [1].*

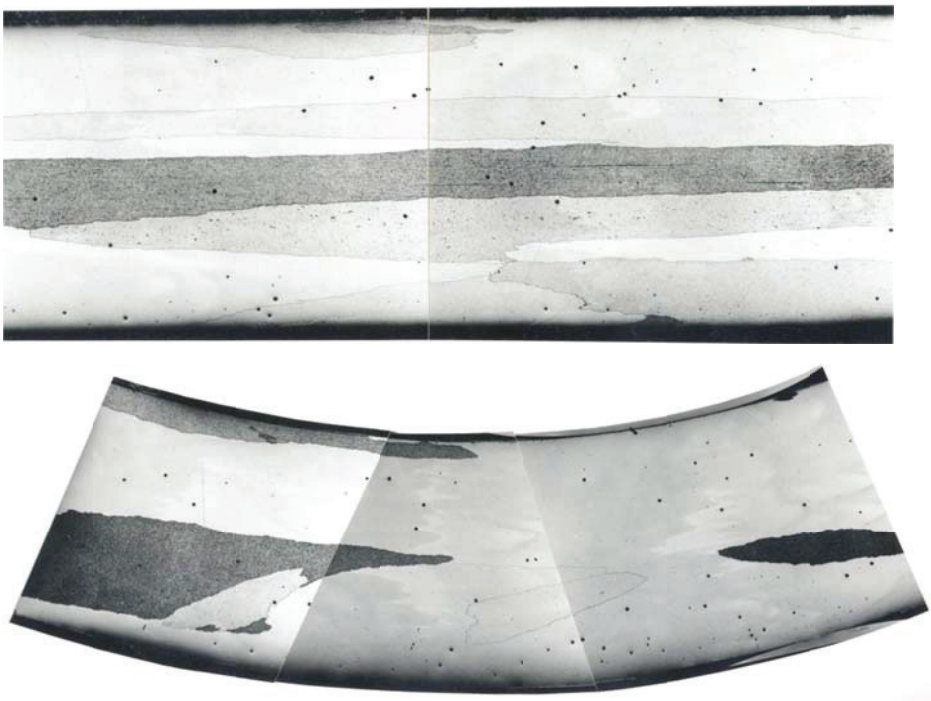
Metalografik numune alırken dikkat edilmesi gerekli iki önemli husus vardır. Bunlardan ilki, numunenin alımı sırasında herhangi bir şekilde zorlanmaması ve mekanik etkilerden dolayı yapının bozulmasına müsaade edilmemesi, diğeri ise kesme sırasında malzemenin mikro yapısını bozacak veya değiştirecek kadar yüksek sıcaklığa çıkılmasından kaçınılmasıdır. İster mekanik, ister termal etkiden dolayı olsun bozulan yapıyı sonradan ortadan kaldırmak oldukça zor, hatta bazen imkansızdır. Bu şekilde bozulan bir numune ana yapıyı temsil etmediği gibi bütün uğraşların boşa gitmesine, malzeme hakkında yanıltıcı bilgilerin oluşmasına, hatta bazı özel durumlarda ciddi problemlere sebep olabilir.

Metalografik muayene için genelde birden fazla numune, ana malzemenin değişik yerlerinden alınmak suretiyle incelenir. Numune alma işlemi çoğu zaman mikroskobik incelemeler için en önemli adımlardan birisi olarak kabul edilir. Ticari

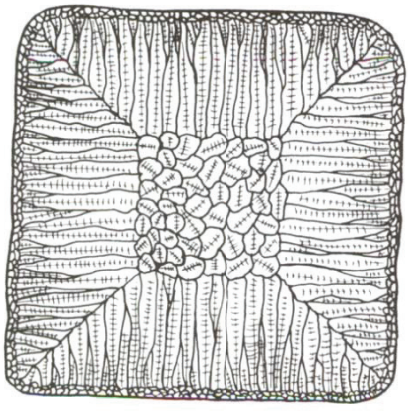
malzemeler genelde homojen değildir. Bu sebeple büyük bir hacimden keyfi olarak seçilen tek bir numune, ana malzemeyi temsil etmeyebilir. Alınacak ve incelenecek numune adedi, parçanın cinsi, büyüklüğü, karmaşıklığı ve servis şartlarına bağlı olarak değişir. Örneğin; bir jet motoru türbin kanatçığı yapımında kullanılan malzemenin incelenmesi, daha basit bir amaç için kullanılacak malzemenin incelenmesinden çok daha önemli ve pahalıdır. Bu nedenle türbin kanatçığı malzemesinden daha fazla sayıda numune alınarak çok daha detaylı bir şekilde incelenmesi gereklidir. Numuneler, uygulanacak metalografik incelemelerin duruma göre sistematik bir şekilde alınmalı ve özel çalışmalar dışında mümkünse birbirine yakın bölgelerden seçilmelidir. Numune alma, metal kalitesini istatistiki olarak tanımlamaya uygun ve ucuz olmalıdır.

Haddelenmiş bir kütük veya sac levhadan hem boyuna hem de enine kesit alınarak inceleme yapılabilir. Şekil 2.2'de bir boru malzemeden boyuna ve enine kesiti alınmış numunelerin mikro yapıları görülmektedir. Boyuna yönde mikro yapı uzun çubuk şeklindeyken, enine yönünde daha küçük ve kısa tane yapısına sahiptir. Dövülmüş veya tavlanmış malzemede enine kesitte yapılan incelemelerde, yüzeyden merkeze doğru oluşan yapısal farklılığı görmek mümkündür. Boyuna kesilmiş yapıda deformasyon sırasında tane yapısında ve kalıntılarda meydana gelen değişim ve yönlenmeyi görmek mümkündür. Kaplanmış, oksidasyon veya korozyona uğramış malzemelerde veya karbürizasyon/dekarbürizasyona uğramış bir numunede enine kesitte yapılan inceleme daha detaylı netice verir. Döküm malzemelerde bütün düzlemler birbirine benzemekle beraber, katılaşma yönüne paralel olarak alınan numunelerin incelenmesi tercih edilir. Bu şekilde kalıp duvarlarından merkeze kadar oluşan tane yapısı değişimi görülebilir. Şekil 2.3'te döküm numunenin enine kesiti boyunca mikro yapısı şematik olarak görülmektedir.

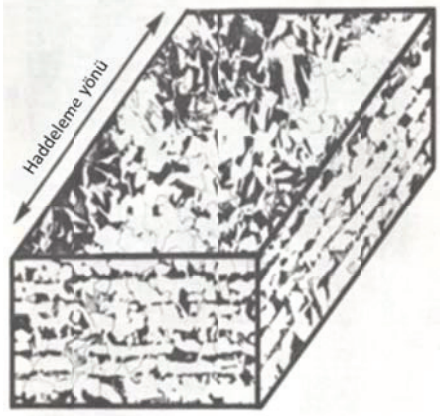
Hadde mamulleri ve bazı özel malzemelerin metalografi çalışmasında numuneler üç yönde de incelenebilir. Bunlar; deformasyon eksenine dik, paralel ve yer düzlemine paralel yönde olabilir. Şekil 2.4'te haddelenmiş bir malzemede numune yönlerine bağlı olarak oluşan mikro yapı görüntüleri verilmiştir. Yuvarlak çubuk veya tel numunelerde mikro yapı, şekillendirme ekseni boyunca bütün düzlemde hemen hemen aynıdır. Dikdörtgen çubuk veya plaka şeklindeki malzemelerde yer düzlemine paralel düzlemler sıcak şekillendirme doğrultusuna paraleldir ve taneler veya fazlar bu düzlemde en geniş yüzey alanına sahiptir. Boyuna düzlem ise yer düzlemine dik ve sıcak şekillendirme doğrultusuna paraleldir. Hadde ve ekstrüze malzemelerden hem deformasyon yönüne dik, hem de paralel yönde numuneler alınmalıdır.



Şekil 2.2- *Sıcak ekstrüzyonla imal edilmiş Fe esaslı bir boru malzemede deformasyon yönüne bağlı olarak tane yapısı. Üstte, boyuna kesitte uzun ince ve birbirine geçmiş tane yapısı ve yapıda siyah nokta halinde gözenekler dikkat çekmektedir. Altta ise aynı malzemeden enine kesitinde daha kısa taneler ve bazen iri tanelerin içerisinde adacıklar seklinde taneler bulunmaktadır. Benzer şekilde ince dağılmış ve genelde yüzeye yakın bölgede yoğunlaşmış gözenek yapısı görülmektedir [2].*

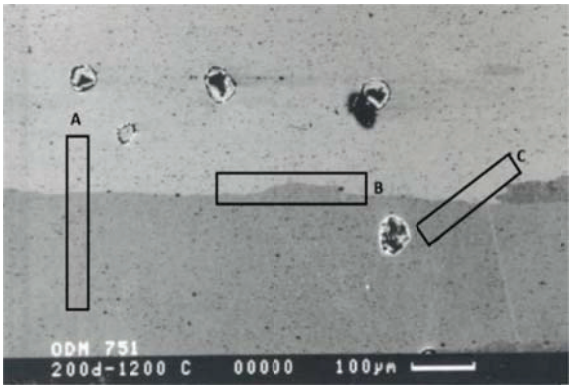


Şekil 2.3- *Döküm numunenin enine kesiti boyunca tane yapısındaki değişimin şematik gösterimi. Dıştan merkeze doğru sırasıyla; çil yapı, sütünsal taneler ve merkezde eş eksenli taneler bulunmaktadır [3].*

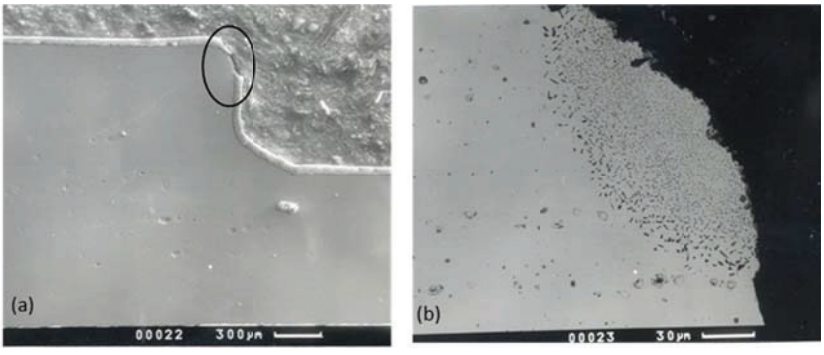


Şekil 2.4- *Sıcak şekillendirme ile tane yönlenmesi oluşmuş ferrit-perlit içeren düşük karbonlu bir çelikte numune alma yönleri ve muhtemel görüntülerinin mikro yapı üzerinde gösterilişi [4].*

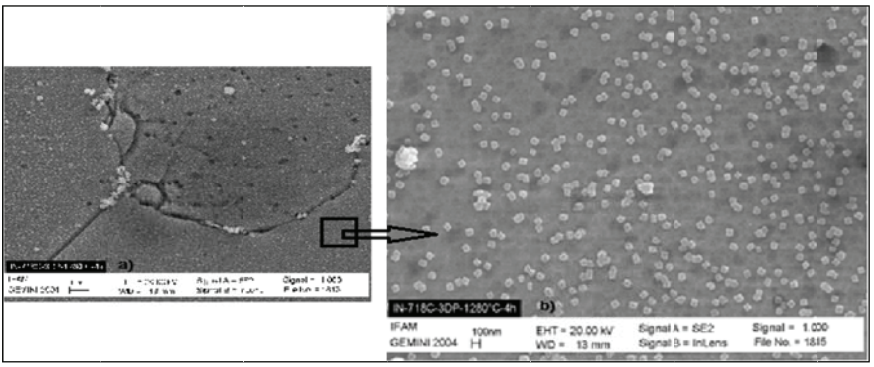
Bazı durumlarda bir numunenin sadece bir doğrultusundaki değişik bölgelerinden ve farklı açılarından numune alınabilir. Ancak bunların raporda belirtilmesi ve mikro yapıda gösterilmesi gereklidir. Bazen numunenin genel görünümü ve buna bağlı olarak daha detaylı mikro yapı verilebilir. Şekil 2.5'te iri tane yapılı bir malzemede farklı açılarda alınmış numunelerin alındığı bölgeler mikro yapı üzerinde gösterilmiştir. Şekilde 2.6'da ise Fe esaslı bir numune köşesinde koruyucu yüzey oksit filmi kırılmış ve bu bölge ortamda bulunan azottan etkilenerek nitrürlenmiştir. Bu bölgenin genel görünümü ve nitrürlenen alanın yüksek büyütmede elde edilen görüntüsü verilmiştir. Şekil 2.7'de 3DP de (üç boyutlu yazıcıda) ise TM yöntemiyle üretilen IN 718 tozlarının 1280^{o}C sinterlenmesi ile ortaya çıkan çökeltilerce zengin bölgenin genel görünümü ve işaretlenen bölgedeki ince çökelti dağılımının yüksek büyütmede SEM görüntüsü verilmiştir.



Şekil 2.5- *1200^{o}C'de 200 gün tutulan mekanik alaşımlama (MA) yöntemiyle işlem görmüş tozlardan imal edilen bir Fe esaslı süperalaşımda oluşan iri tane yapısının görünümü ve bu malzemeden farklı açılarla alınan numunelerin alındığı bölgelerin gösterimi. Yapıda görülen iri siyah yuvarlak bölgeler, uzun ısıl işlem neticesinde oluşan Kirkendall gözenekleridir [2].*

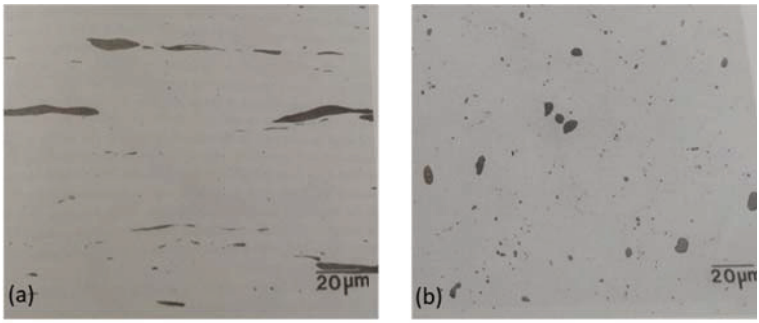


Şekil 2.6- *Fe esaslı bir süperalaşımın köşesinde koruyucu yüzey oksit filmi (α–Al_2O_3) kırılmış ve bu bölge, kapalı döngü gaz türbini ortamındaki (%98 azot-%2 oksijen) azotun difüzyonu ile nitrürlenmiştir. (a) Bu bölgenin genel görünümü, (b) kırılan oksidin altında bulunan (a'da daire içerisinde gösterilen alan) nitrürlenmiş (AlN) bölgenin yüksek büyütme SEM görüntüsü [5].*

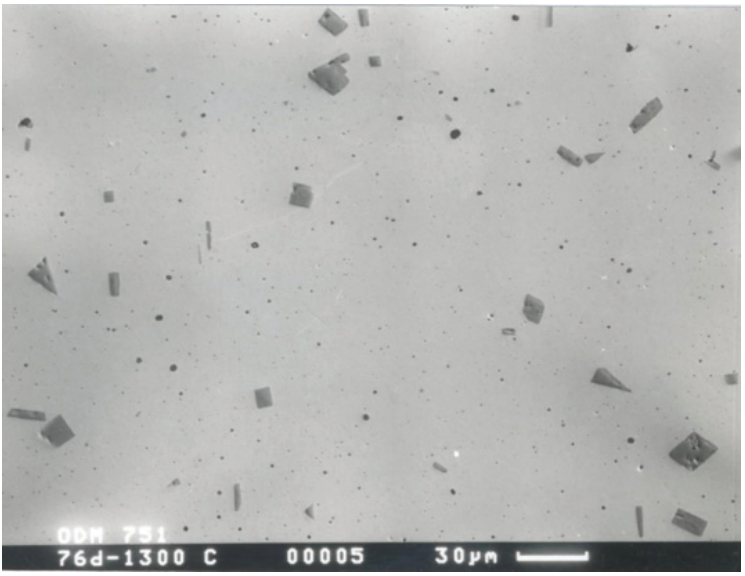


Şekil 2.7- *3DP yöntemiyle üretilen IN 718 tozlarının 1280°C sinterlenmesi ile ortaya çıkan Nb'ca zengin çökeltilerin bulunduğu bölge ve tane sınırlarını gösteren genel görünümü (solda) ve işaretli bölgedeki ince çökelti dağılımının yüksek büyütmede SEM görünümü (sağda) [6].*

Haddelenmiş veya herhangi bir şekilde yönlendirilmiş malzemelerin segregasyon ve inklüzyon uzantılarının incelenmesi ve değerlendirilmesi için enine kesitte çoğu zaman yeterli bilgi almak mümkün olmadığından genelde boyuna kesit tercih edilir. Ancak inklüzyonlar veya gözeneklerin kesit alanındaki dağılımının tespiti için enine kesit alınabilir. Malzemenin geçirmiş olduğu haddeleme, ektrüzyon ve dövme gibi mekanik işlemlerden dolayı partiküllerin şekillerini etkileyen işlem yönleri bilinmediği zaman numune hem boyuna, hem de enine kesilebilir. Demir sülfür (FeS) ve mangan sülfür (MnS) gibi bazı kalıntılar haddeleme veya deformasyon sırasında şekil değişikliğine uğrar. Alüminyum oksit gibi kalıntılar haddeleme sıcaklığında sülfür kalıntıları gibi deforme olmaz. Şekil 2.8'de parlatılmış bir numunede boyuna ve enine kesitte MnS kalıntıları görülmektedir. Boyuna kesitte uzun kalıntılar görülürken, enine kesitte eş eksenli denilebilecek partiküller görülmektedir. TiN gibi bazı sert inklüzyonlar deformasyondan fazla etkilez ve kübik veya açısal formlarını muhafaza ederler. Şekil 2.9'da ektrüzyon ve daha sonra yapılan ısıl işleme rağmen şeklinde değişiklik göstermeyen ve açısal yapısını koruyan Ti(C,N) parçacıkları görülmektedir.



Şekil 2.8- *Sülfür ilave edilmiş AISI/SEA 1144 çelik çubukta MnS inkizyonları. (a) Boyuna kesitte yönlenmiş inklüzyonların görünümü ve (b) aynı partiküllerin enine kesitte eş eksenli yapısının görünümü [7].*



Şekil 2.9- *Sıcak ektrüzyonla imalat sonrası 1300^{o}C de 76 gün bekletilen ODM 751 süperalaşımda açısal yapısını koruyan ancak irileşmiş köşeli TiN partiküllerinin ve ince dağılmış küresel yapıda ve ağırlıklı olarak Al_2O_3 partiküllerinin (siyah noktalar) kesit alanındaki görünümü [2].*

Malzemeden hangi durumlarda boyuna, hangi durumlarda enine kesit alınması gerektiği tecrübeyle belirlenmiş olup, aşağıda enine ve boyuna kesit alınması gerekli durumlar genel hatları ile verilmiştir:

Enine Kesit Alınması Gereken Konular

a) Genel mikro yapı incelemeleri,
b) Yüzeyden merkeze doğru mikro yapı değişikliği,
c) Karbürizasyon/nitrürasyon derinliği ve yüzeyden merkeze doğru bölgenin yapısı,
d) Dekarbürizasyon derinliği ve bölgenin mikro yapısı,
e) Korozyon veya oksidasyon derinliği ve bölgenin mikro yapısı,
f) Kaplama kalınlığının belirlenmesi,
g) Yüzey hatalarının tespiti,
h) Kalıntıların kesit alanı boyunca dağılımı,
i) Gözeneklerin kesit alanındaki dağılımı,
j) Kaynaklı bölge ve ITAB'ın yapısı,
k) Fiber takviyeli kompozit yapıda takviye elamanlarının kesit alanı boyunca dağılımı ve genel görünümü.

Boyuna Kesit Alınması Gereken Konular

a) Genel mikro yapı görünümü,

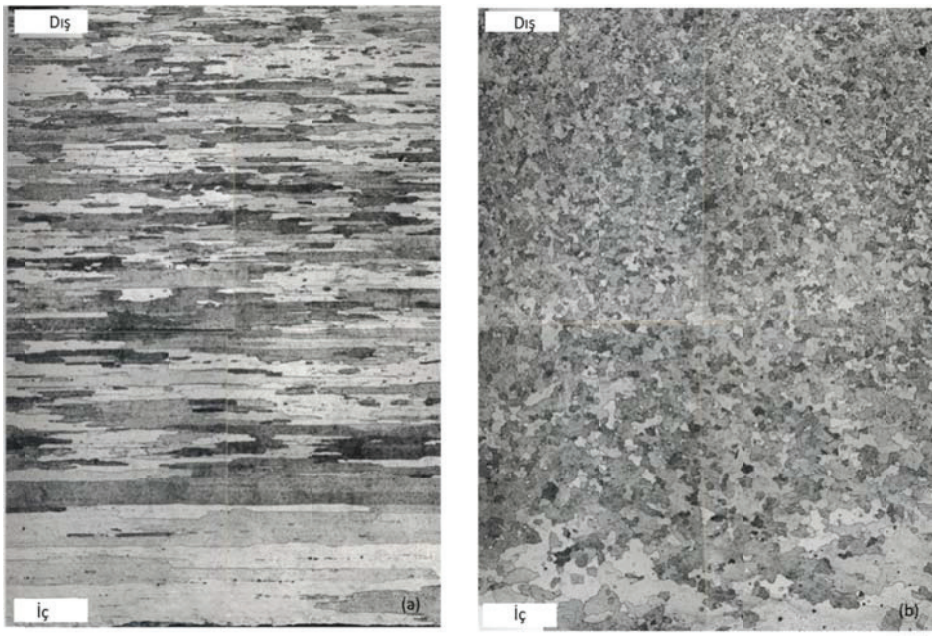
b) Plastik deformasyon sonucu meydana gelen tane biçim değişimi,
c) Isıl işlemin mikro yapıda meydana getirdiği değişimler,
d) Kalıntılarda (segregasyon, inklüzyon gibi) plastik deformasyon sonucu meydana gelen değişimler,
e) Mikro yapıda bantlaşma meydana gelip gelmediği,
f) Fiber takviyeli yapıda (kompozit vb.) fiber uzunluğunun belirlenmesi.

Metalografik inceleme sonunda o konu hakkında rapor düzenlenmelidir. Raporda numunenin hangi ısıl, mekanik veya diğer işlemlerden geçirildiği, numunenin nasıl seçildiği, hangi kesitlerden ve kaç adet numune alındığı, gerekiyorsa resim çizilerek ve resim üzerinden numunenin alındığı bölgeler gösterilerek verilmelidir. Numune hazırlama metotları ve kullanılan yöntemler detaylı bir şekilde belirtilmelidir. Mümkün olduğunca hataların fazla olduğu ve numune özelliklerinden farklılık sergilediği bölgeler ile kenarlardan numune alınmamalıdır. Rapor sistematik bir araştırma ve çalışma neticesinde elde edilen verilerle hazırlanmalı, uygulanan bütün işlemler ve elde edilen sonuçlar çizelge, resim, grafiklerle ve istatistiki olarak desteklenerek ayrıntılı bir şekilde verilmelidir. Kitabın sonunda EK 2'de konu ile ilgili bir rapor örneği verilmiştir.

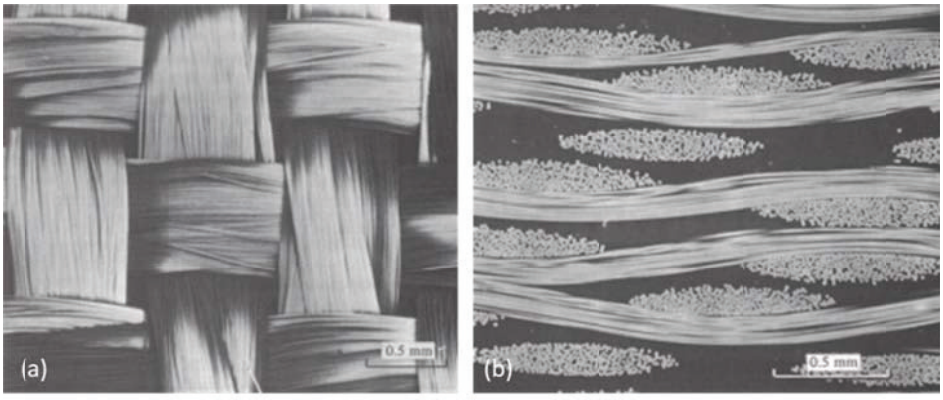
Malzemelerdeki bazı özellikleri görebilmek için numuneler standart olarak boyuna veya enine kesilerek hazırlanır. Aşağıda boyuna ve enine kesit alınmış numunelerle ilgili bazı örnekler verilmiştir. Şekil 2.10'da boyuna ve enine kesiti alınmış ektrüzyonla ile üretilmiş Fe esaslı süperalaşım boru malzemenin mikro yapısı verilmiştir. Boyuna kesitte uzun ince tane yapısı görülürken, enine kesitte sadece eş eksenli veya düzensiz şekilli taneler göze çarpmaktadır. Her iki kesitte de borunun dış kısmında ince taneli yapı görülürken iç kısmında daha iri taneli yapı görülmektedir. Bu iki mikro yapı mukayese edildiğinde bu gibi yapılarda tane yapıları ile ilgili daha detaylı bilgi, hiç şüphesiz boyuna kesiti alınmış numunede görülmektedir. Şekil 2.11'de ise örgü malzemenin reçine emdirilmeden önce ve sonra farklı yönlerinden alınan yapıları arasındaki önemli fark görülmektedir.

PRATİK BİLGİ

- Geçirdiği ısıl ve/veya mekanik işlemleri bilmediğimiz numunenin hem boyuna hem de enine kesiti alınmak suretiyle işleme başlanır. Gerekirse yer düzlemine paralel düzlemden de numune alınır.
- Normal şartlarda malzemelerin enine kesitinde diğer kesitlere oranla daha fazla bilgi sahibi olunur. Soğuk deforme edilmiş veya deformasyondan sonra yeniden kristalleşme olmayan bir malzeme enine kesitinde taneler küçük ve eş eksenli görülürken, boyuna kesitte daha büyük ve uzun olarak görünür.



Şekil 2.10- *a) Mekanik alaşımlanmış tozlardan ekstrüzyon ile üretilmiş Fe esaslı süperalaşım malzemeden imal edilen borunun boyuna kesiti boyunca mikro yapı değişimi (a). Borunun dış kısmı (üstte) ince, iç kısmı ise (altta) daha kaba taneli yapıya sahiptir. Bu yapı farklığı imalat sırasında malzeme uygulanana farklı mekanik ve daha sonra uygulanan ısıl işlemleden kaynaklanmaktadır. Aynı malzemenin enine kesit mikro yapısı (b)'de verilmiştir. Boyuna kesitte görülen mikro yapıya benzer şekilde borunun dış kısmı (üstte) ince taneli, iç kısmı ise (altta) iri taneli yapıya sahiptir. Ancak boyuna kesitte görülen uzun sütunsal tanelerin yerine enine kesitte borunun dış ve iç kısmında boyutları önemli ölçüde değişmiş eş eksenli ve düzensiz şekilli taneler görülmektedir. Orijinal resim X100 [2].*

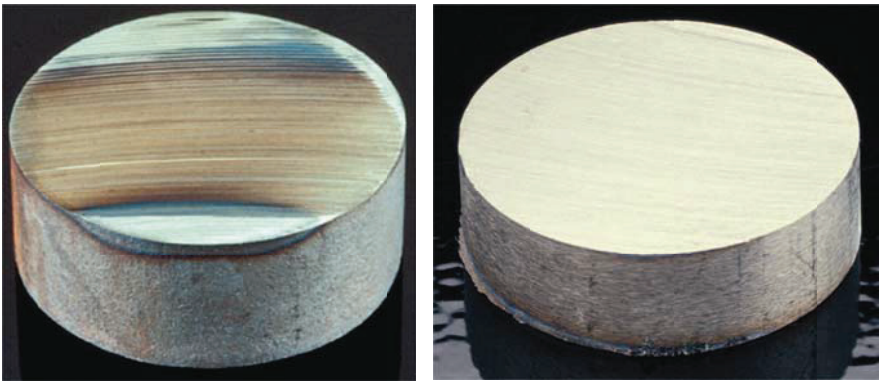


Şekil 2.11- *Fiber örgünün üstten SEM görüntüsü (a) ve aynı malzemenin reçine emdirildikten sonra kesilip parlatılan kesit yapısı (b). Bu resimler malzemenin boyuna ve enine yöndeki kesitlerinin farkını gösterme amaçlı olarak verilmiştir [8].*

KESME

Metalografik numunelerin bazen sık sık incelenmesi gerektiğinde, bunların hazırlık aşaması ve inceleme sırasında kolay tutulup, taşınacak büyüklükte olmaları gerekir. Numuneler, çeşitli makina ve aletler kullanılmak suretiyle kesilir. Kesme; el testeresi, tepsi testere veya hidrolik testere ile yapılabildiği gibi aşındırarak kesme yapan kesiciler veya elmas diskler gibi hassas kesiciler yardımı ile de yapılabilir. Kesme yönteminin seçimi, kesilecek malzemenin cinsi, büyüklüğü ve yapılacak incelemenin durumuna bağlı olarak değişir.

Malzemenin kesimi mümkün olduğunca mikro yapıyı değiştirmeden yapılmalı ve rutin metalografik incelemelerde aşındırıcı kesiciler kullanılmalıdır. Kesme sırasında yüksek sıcaklıktan dolayı oluşabilecek mikro yapı değişimlerini engellemek için numune su, sabunlu su, bor yağı gibi uygun bir soğutucu ile soğutulmalıdır. Şekil 2.12'de kesme yöntemlerinden kaynaklanan yüzey durumları verilmiştir.

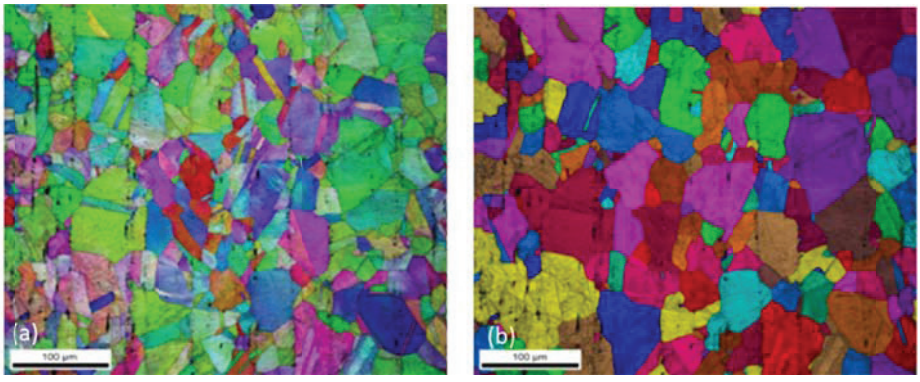


Şekil 2.12- *Uygun ve uygun olmayan kesme işlemlerinden kaynaklanan yüzey durumları. Solda uygun olmayan kesmeden dolayı renk değişimi, yüzey ve hemen altında termal hata şeklinde ortaya çıkmıştır. Bu tür hataların bir kaç sebebi vardır. Bunlar; yetersiz soğutma, uygun olmayan kesici uç seçimi ve yüksek kesme hızı olabilir. Sağda ise uygun şartlarda kesilmiş numune yüzeyi görülmektedir [9].*

Kesme işleminin oksi-gaz veya elektrik ark kaynağı gibi yüksek ısı kaynaklı kesicilerle yapılmasından kaçınılmalıdır. Sertleştirilmiş çelik ve çoğu malzemede az da olsa bir ısının, yapıda değişikliğe sebep olduğu unutulmamalıdır. Östenitik veya martenzitik bir yapının kesilmesi sırasındaki sürtünmeden dolayı meydana gelen ısı, malzemeyi tamamen farklı bir yapıya dönüşeceği bilinmelidir. Ancak bu gibi yüksek ısı veren cihazlarla blok halindeki bir malzemeden yeterli büyüklükte parçalar alınır ve daha sonra o parçalardan uygun bir kesici ile mikro yapıya zarar vermeden küçük numuneler kesilerek hazırlanabilir. Burada dikkat edilmesi gereken en önemli husus, yüksek sıcaklıktan dolayı yapının bozulmamasıdır. Birçok malzemede olduğu gibi özellikle sertleştirilmiş çelik malzemelerin kesiminde aşındırıcı kesici diskler kullanılmalı, bunlar düşük devirde çalıştırılmalı

ve numune kesme sırasında soğutucu ile sürekli soğutulmalıdır. Yüksek hızda kesilen bir malzemenin bazı bölgeleri yoğun ısıya maruz kalacağından yapıda değişmelerin yanı sıra lokal, kılcal çatlamalar meydana geleceği unutulmamalıdır.

Kesme sırasında dikkat edilecek diğer bir husus da malzemenin deforme edilmemesidir. Kesme sırasındaki zorlamalar, malzemede iç gerilmelere ve mikro yapısal değişimlere, bu da muayenede yanlış değerlendirmelere sebep olur. Deformasyona uğramış bölge deformasyona uğramamış komşu bölgelere göre daha kısa sürede dağlayıcıdan etkileneceğinden numune hazırlamada işimizi zorlaştırır. Kesme sırasında deformasyona uğrayan bölgeler daha sonra deformasyon şiddetine göre kaba veya ince zımpara ve parlatma ile ortadan kaldırılmalıdır. Özellikle bakır esaslı malzemeler deformasyon ve sıcaklığa karşı duyarlıdır ve yapılarında her iki sebepten dolayı da ikizlemeler görülebilir. Bu malzemelerin hazırlanması sırasında bu duruma dikkat edilmelidir. Şekil 2.13'te pirinç malzemede deformasyondan kaynaklanan ikizleme ve daha sonra uygulanan ısıl işlemle ortadan kaldırılmış yapısı gösterilmektedir.



Şekil 2.13- *Deforme edilmiş bakır sac malzemenin çok fazla miktarda ikizleme içeren mikro yapısı (solda). Bu tür deforme edilen malzemelerde taneleri net olarak tespit etmek münkün değildir. Aynı numuneye uygulanan ısıl işlem neticesinde ikizlemeler giderildikten sonraki yapısı daha net olarak ortaya çıkmıştır (sağda) [10].*

Kesme sırasında ne kadar dikkat edilse de kesilen yüzeyden belli bir derinliğe kadar mikro yapıda bozulma meydana gelir. Bu bölge dağlamaya kadar yapılan işlemlerle giderilmediği takdirde yapının yanlış yorumlanmasına sebep olabilir. Bozulma şekli ve derinliği, kullanılan kesme metoduna ve malzeme cinsine bağlı olarak değişir. Şekil 2.14'te Ti malzemede kesme sırasında ortaya çıkan deformasyon bölgesi gösterilmektedir. Kesme yapılan bölge ve hemen altındaki yapının yoğun bir şekilde deformasyona uğramış olduğu, deforme olmuş tane yapısından açıkça görülebilmektedir. Şekil 2.15 ve Şekil 2.16'da makaslama, şerit testere ve aşındırarak kesme yapan kesicilerle kesilerek elde edilen yüzeylerin kesme metoduna bağlı olarak deformasyon derinliği verilmiştir. Burada kullanılan

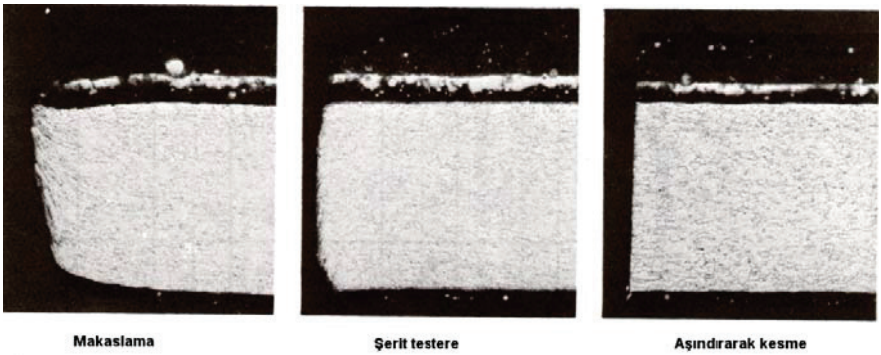
kesme metodunun mikro yapıda meydana getirdiği hasar net olarak görülmektedir. Bu nedenle hangi metot kullanılırsa kullanılısın, kesme işleminden sonra numuneden belirli bir tabaka zımparalama veya parlatma işlemiyle kaldırılmalıdır. Metalografi laboratuvarlarında kullanılan kesme metotlarından bazıları kısaca aşağıda verilmiştir:



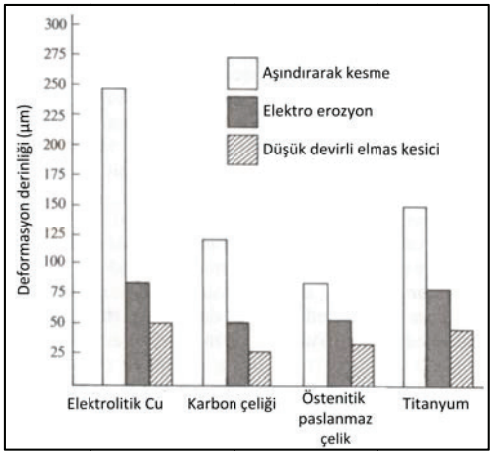
Şekil 2.14- *Ticari saflıkta Ti malzemede kesme hatası. Kesilen bölgeye dik yüzeyde oluşan bozulmuş yapı ve çapak net olarak görülmektedir, 100X [11].* ***Not****: Ticari olarak saf Ti "Cp Ti" olarak adlandırılır ve %98'den fazla Ti ve az miktarda O, N, H, C, Si ve Fe gibi safsızlık elementleri içerir. O, N ve C, Ti'un çekme mukavemetini artırır, sünekliğini azaltır.*

Makasla Kesme

Düşük karbonlu çelikler ile ince ve yumuşak malzemelerin kesiminde kullanılır. Makasla kesme yapıldığında malzemede ısı oluşmamasına rağmen önemli ölçüde deformasyon meydana gelir ve kesme bölgesinde aşırı miktarda bozulma görülür (Şekil 2.15.a). Özellikle bakır esaslı malzemeler gibi mekanik ikizlemeye hassas malzemelerin kesiminde bu metottan kaçınılmalıdır. Makasla kesme hızlı olmasına rağmen aşırı deformasyondan dolayı pek tercih edilmez. Makaslamadan kaynaklanan deforme edilmiş bölge, daha sonra uygun bir aşındırıcı ile alınmalıdır. Şekil 2.16'da malzemede kesme metoduna bağlı olarak deformasyon derinliği grafik halinde verilmiştir.



***Şekil 2.15**- Aynı malzemede kesme metoduna bağlı olarak deformasyon derinliği. (a) makasla, (b) şerit testere ile (c) aşındırarak kesme [12].*



***Şekil 2.16**- Kesme metoduna bağlı olarak farklı metallerde deformasyon derinliği [13].*

Testere İle Kesme

Testere ile kesme genelde 350 BSD'den daha yumuşak malzemelerin kesiminde tercih edilir. El testeresi yaygın olarak kullanılmakla beraber tepsi testere veya şerit testere de zaman zaman kullanılmaktadır. Testere ile kesme yapıldığında oldukça pürüzlü bir yüzey, soğutma sıvısı kullanılmaması durumunda ise yüksek sıcaklık ve deformasyondan dolayı bozulmuş bir tabaka meydana gelir (Şekil 2.15.b). Yüzeyin çok pürüzlü olması durumunda ince zımparalamaya geçmeden önce numune yüzeyi düzeltme amaçlı kaba zımpara ile zımparalanmalıdır. Özellikle soğutma sıvısı kullanılmayan tepsi testere gibi kesme yöntemlerinde yüksek sıcaklıktan dolayı çok geniş bir alanda bozulma görülür. Bu bölgenin zımpara ile alınması oldukça zordur. Hidrolik testerede ise kullanılan soğutma sıvısından dolayı bu etki görülmezken deformasyon derinliği fazladır. Kesme işleminden sonra malzeme yüzeyinde deformasyon veya yüksek sıcaklıktan kaynaklanan bozulmuş bölge mutlaka alınmalıdır.

Aşındırarak Kesme

Aşındırarak kesme işlemi, uygun soğutucu sıvı kullanılarak yapıldığında malzeme daha az deformasyon ve ısı girdisine maruz kalır. İşlemin hızlı ve deformasyon derinliğinin nispeten az olmasından dolayı metalografide en çok tercih edilen kesme metodudur. Aşındırarak kesme işlemi, ince döner bir disk yardımı ile yapılır. Kesme sırasında binlerce sert aşındırıcı parçacık kesilecek metalle yüksek hızla temas eder ve kısa sürede kesme işlemi gerçekleşir. Kesme, keskin aşındırıcılar ve soğutucu altında yapıldığından hem deformasyon, hem de sıcaklıktan dolayı oluşan bozulmuş bölge çok azdır (Şekil 2.15.c).

Kesme işlemi korozyona karşı inhibitör görevi görecek ve kesmeyi kolaylaştıracak soğutucu bir sıvı altında gerçekleştirilmelidir. Soğutucu sıvı yardımıyla yapılan kesme, kuru kesmeye oranla çok daha düzgün yüzey kalitesine sebep olur. Aşındırarak kesme ile hem zımparalama hem de kalıplamaya hazır düzgün numune yüzeyi elde edildiği için tercih edilir. Kesme sırasında gerek numunenin bozulmaması, gerekse aşındırıcı diskin kırılmaması için yeterli bir basınç uygulanmalıdır. Uygun basınç sıcaklıktan dolayı meydana gelebilecek hasarları da önleyecektir. Aşındırıcı seçimi imalatçı firmaların belirlediği şekilde olması işimizi kolaylaştıracaktır. Çizelge 2.1'de imalatçı firma tarafından hangi malzemenin kesiminde hangi disklerin ve aşındırıcıların kullanılacağı, bunların diske ne tür bir yapıştırıcı ile bağlanacağı, disk çapı gibi bilgiler örnek amaçlı verilmiştir. Aşındırıcılar kesme diski üzerinde keyfi olarak dağılım gösterdiğinden, kesilen parça yüzeyi ile değişik açılarda temas eder ve kesme işlemi sonunda düzgün bir yüzey elde edilir. Aşındırıcının düzenli dağılım göstermesi durumunda daha da düzgün yüzey elde etmek mümkündür.

Aşındırıcılar, kaba ve ince taneli olmak üzere iki çeşittir. Kaba taneli aşındırıcılar ve büyük diskler daha çok malzeme üretiminde yüzey kalitesinin çok önemli olmadığı büyük ebatlı malzemelerin kesiminde kullanılırken, ince taneli ve genelde 12" çapındaki aşındırıcı diskler laboratuvar çalışmalarında yaygın olarak kullanılır. Kalın diskler malzemede fazla deformasyona derinliğine sebep olduğundan metalografik incelemede pek tercih edilmez. Bu tür büyük kesici disk yüzeylerindeki aşındırıcılar diske genelde reçine ile tutturulurlar ve çok hızlı bir şekilde kuru kesme yapabildiklerinden, sadece kesme amaçlı olarak kullanılırlar. Yaş kesme yapan disklerdeki kesici parçacıklar diske kauçuk veya kauçuk+reçine ile tutturulur. Bu kesiciler yaygın olarak metalografi laboratuvarlarında ve daha hassas yüzey gerektiğine kullanılır.

Çizelge 2.1- *İmalatçı firma tarafından aşındırıcı kesme ile ilgili verilen tavsiye amaçlı bilgi [11].*

Tavsiye edilen kullanım	Bağlayıcı	Aşındırıcı	Uygun çaplar (İnç)	Uygun çaplar (mm)
Genel kullanım kesicileri				
Takımlar, çelikler, 60HRC+ karbürize çelikler	Kauçuk reçine	Al_2O_3	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 457
Sert çelik 50 HRC	Kauçuk reçine	Al_2O_3	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 457
Orta sertlikte çelik 35-50 HRC	Kauçuk reçine	Al_2O_3	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 457
Yumuşak veya tavlanmış çelik 15-35 HRC,	Kauçuk	Al_2O_3	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 457
Orta sertlikte, demirdışı metaller, uranyum, titanyum, zirkonyum	Kauçuk	SiC	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 457
Yumuşak demir dışı metaller, Alüminyum, pirinç gibi.	Kauçuk	SiC	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 457
Süperalaşımlar	Kauçuk	Al_2O_3	10, 12, 14, 16, 18	254, 305, 356, 406, 457
Kesme kaybını ve deformasyonu azaltmak için İnce kesiciler				
Takım, sert çelik <45RC	Kauçuk	Al_2O_3	5, 9, 10*, 12	127, 229, 254*, 305
Takım, sert çelik>45RC	Kauçuk	Al_2O_3	5, 7, 9, 10, 12, 14	127, 178, 229, 254, 305, 356
Sert veya yumuşak demir dışı malzemeler	Kauçuk	SiC	7	178

Reçine ile tutturulmuş aşındırıcı diskler kauçuk ile tutturulan disklere nazaran çok daha hızlı aşınır. Kauçukla tutturulmuş aşındırıcılar daha sağlam bir bağ oluşturduğu için bu diskler çok daha uzun süre kullanır ve daha fazla kesme yapabilir. Bunun sebebi kauçuk bağlayıcılarda gözenek olmaması, reçine bağlayıcılarda polimerizasyon işleminde dolayı yapıda çok küçük gözeneklerin oluşmasıdır. Bu da parçacıklarla disk ara yüzey bağının kötü oluşuna ve düşük kuvvetlerde dahi kesici parçacıkların diskten ayrışmasına sebep olmaktadır. Bununla birlikte daha keskinliği gitmeden koparak ayrışan parçacıklardan dolayı sürekli yeni partiküllerin ortaya çıkması ile sürekli keskin kalan ancak daha kısa sürede kullanılamaz hale gelen bir disk söz konusudur.

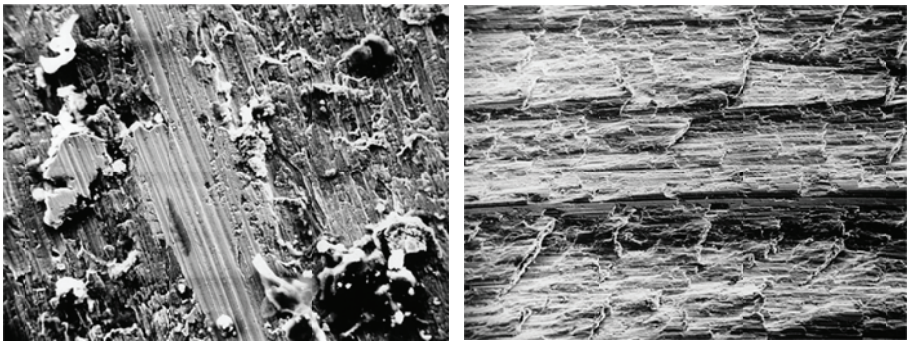
Her ne kadar metalografi laboratuvarlarında birçok avantajından dolayı aşındırarak kesme yapan ince diskler tercih edilse de, bu disklerle yapılan kesme işleminde dahi malzeme yüzeyinde yaklaşık 0.2 mm derinliğe kadar deforme edilmiş bir bölge olabilir. Deformasyon bölgesinin çok derin olmamasından dolayı bu disklerle kesilen numune yüzeyinin metalografik hazırlığına kaba zımparalamaya gerek duyulmadan doğrudan ince zımpara ile başlanılabilir. Şekil 2.17'de aşındırarak kesme yapan kesici diskler, Şekil 2.18'de ise kesme sırasında malzeme yüzeyinde meydana gelen deformasyonun SEM görüntüsü verilmiştir. Metalografik kesme işleminde kullanılan kesici diskin özellikleri, birçok kesme metodunda olmayacak kadar etkili olur. Kesmede etkili olacak kesici disk özelliklerden bazıları aşağıda verilmiştir:

- Aşındırıcının özelliği,
- Aşındırıcı parçacıkların kırılganlığı,
- Aşındırıcı tanelerin boyutu,
- Aşındırıcı paracıkların şekli,
- Aşındırıcıların diske ne ile yapıştırıldığı,
- Yapıştırıcı sertliği,
- Kesici diskteki gözenek miktarı.

Kesme diski üzerinde kullanılan aşındırıcılar çoğunlukla Al_2O_3 veya SiC parçacıklarıdır. Al_2O_3 kesiciler Fe esaslı alaşımların kesiminde tercih edilirken, SiC partikülleri demir dışı metallerin ve minerallerin kesiminde kullanılır. Bu nedenle aşındırarak kesme yapan uçların, kesilecek malzemeye göre değiştirilmesi gerekmektedir. Bakır ve alaşımları ile çoğu demir dışı malzemelerin kesiminde SiC kesici uçlar kullanılırken, Fe, Ni, Al ve Cr alaşımları ile bazı ısı dirençli malzemelerin kesiminde Al_2O_3 aşındırıcılar kullanılır. Refrakter malzemelerin kesiminde ise her iki tür kesici disk de kullanılabilir. Sert çelik/dökme demirlerin kesiminde *yumuşak* diskler kullanılırkan, düşük sertlikteki çelik/dökme demirlerin kesiminde ise *sert* diskler kullanılır. Burada bahsi geçen *sert* ve *yumuşak* terimleri bağlayıcıların kolay aşınmasını ve yeni keskin aşındırıcıların ortaya çıkmasını ifade etmektedir. *Yumuşak* diskler *sert* disklere göre daha hızlı aşınır. Aşındırarak kesme işlemi, çok farklı malzemelerin kesiminde kullanılması, kesici disklerin piyasada rahat bulunması ve düzgün kesme yüzeyi elde edilebilmesinden dolayı da tercih edilmekledir.



Şekil 2.17- *Aşındırarak kesme yapan bir kesme cihazı.*



Şekil 2 18- *Kesme ile oluşan çelik yüzeyinin SEM görünümü. Torna ile işlenmiş yüzey (solda) ve şekillendirme ile yüzeyde oluşan görünüm (sağda) [14].*

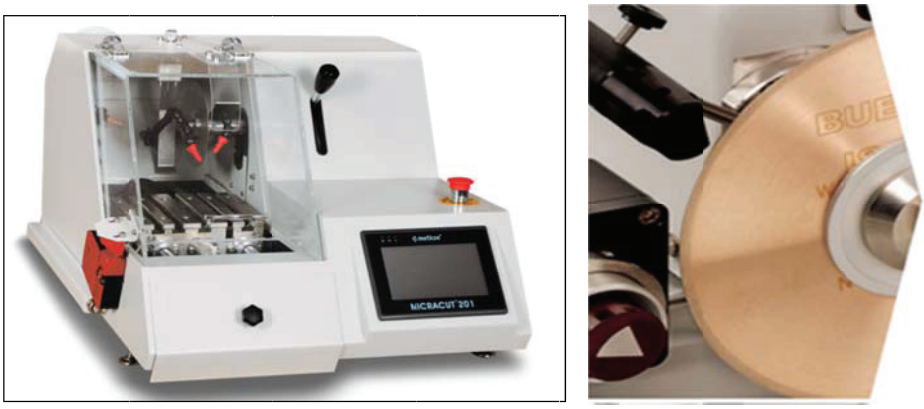
Kesilecek malzeme çok büyük ise, önce tepsi testere, hidrolik testere veya diğer kesme aletleri ile belli bir büyüklükte kesilebilir ve daha sonra el testeresi veya tercihen aşındırıcılarla kesme yapan, daha hassas kesicilerle istenilen ölçüye getirilir. Yapılacak metalografik analize göre kesilecek parça büyüklüğü seçilir. Metalografi laboratuvarlarında kullanılan ve aşındırarak kesme yapan kesicilerin yanı sıra, yine aşındırıcı disk ile kesme yapan ancak taşınabilir küçük kesiciler de mevcuttur. Bunlar laboratuvar ortamından uzak bir alanda kesme gerektiğinde kullanılır. Özellikle toprağa gömülü boru malzemelerin veya inşaat veya kaza mahallinde malzemelerin kesilmesi gerektiğinde tercih edilir. Bunlarla yapılan kesme işleminde soğutucu sıvı kullanılmaz. Bu nedenle kesilen malzemenin yapısında bozulmalar olur. Ancak diğer yöntemlerle kesme imkanımızın olmadığı laboratuvardan uzak alanlardan alınan bu malzemelerden daha sonra laboratuvar şartlarında uygun kesme aparatları ile metalografik numuneler alınır.

Hassas Kesme

Hassas kesme cihazları olarak da bilinen kesiciler küçük, hassas, kırılgan ve diğer kesme yöntemleri ile kesilmesi çok zor, sert veya kırılgan malzemelerin hassas bir şekilde kesilmesi gerektiği durumlarda kullanılır. Bu kesiciler aynı zamanda hassas kalınlıkta kesim gerektiğinde veya kesme sırasında malzemede kesme kayıplarının en az olması gerektiği durumunda tercih edilir. Hassas kesme cihazları normal kesme cihazlarından daha küçük boyuttadır. Kesme disklerinin çapı yaklaşık 76-203 mm kadardır. Kesme devir sayısı ve ilerleme (kesme) hızı işlem boyunca sabittir. Kesici diskin devir sayısı 100 ila 5000 dev/dak. arasında değişmektedir. İlerleme hızı tamamen operatöre bağlı olup 0.005 ila >3 mm/s arasındadır. Kesici diskler genelde bakır esaslı alaşımdan veya bakır kaplı çeliklerden imal edilir. Kesici uç kısımları elmas, alümina veya kübik bor nitrür gibi sert malzemelerden oluşur. Kesme işlemi, aşındırarak kesme yapan kesicilere göre çok daha düşük kuvvet uygulanarak yapıldığından ve kesici uçlar çok daha

keskin olduğundan, kesme sırasında numuneler çok daha az ısınır ve çok daha az deformasyona maruz kalır. Bunun tabi sonucu olarak malzemenin daha sonraki hazırlık işlemleri çok daha kolay olur. Yukarıda belirtilen malzemelere ilave olarak hassas kesiciler; sinterlenmiş karbürler, termal sprey ile kaplanmış sert malzemeler, baskılı devre kartları, küçük ve hassas elektronik parçalar, süperalaşımlar ile kemik ve diş gibi malzemelerin kesiminde de kullanır. Ayrıca alümina, karbon veya düşük alaşımlı çeliklerin kesiminde de elmas kesiciler tercih edilir. Bunlara ilave olarak TEM için ince kesitli numune hazırlığında yaygın olarak hassas kesiciler kullanılır.

Pratikte metal olmayan veya çok sert malzemeler ile özellikle seramiklerin kesiminde elmas diskler yaygın olarak kullanılır. Elmas kesiciler düşük veya yüksek devirli olarak çalıştırılabilirler. Yüksek devirli olanları genellikle seramik ve minerallerin kesiminde kullanılır. Elmas diskler ile yapılan kesme işleminde malzemedeki deformasyon miktarı az olduğundan, TEM için gerekli hassas veya küçük numunelerin kesilmesinde de tercih edilir. Şekil 2.19'da elmas kesme cihazı ve hemen yanında kesici uç görülmektedir. Kesilmesi zor iletken malzemelerin tel elektro erozyon tekniği ile kesilmesi veya belirli bir bölgenin çıkarılması mümkün olmaktadır.



***Şekil 2.19**- Elmas kesme cihazı ve kesici disk [9, 15].*

NUMUNE BÜYÜKLÜĞÜ VE ADEDİ

Kesilecek numune büyüklüğü uygulanacak metalografik incelemelere bağlı olmakla beraber genellikle 5-25 mm boyutunda dairesel, dikdörtgen veya uygun başka şekillerde olabilir. Fakat bazı durumlarda bu ölçüler değişebilir. Çok büyük ve çok küçük olarak hazırlanmış numunelerin zımparalanması ve parlatılması zordur. Büyük numunelerde zımparalama ve parlatma sırasında kenarlarda çökme meydana gelirken, çok küçük numunelerde ise çizikleri tamamen yok etmek mümkün olmayabilir. Bazı özel durumlarda malzemelerden numune

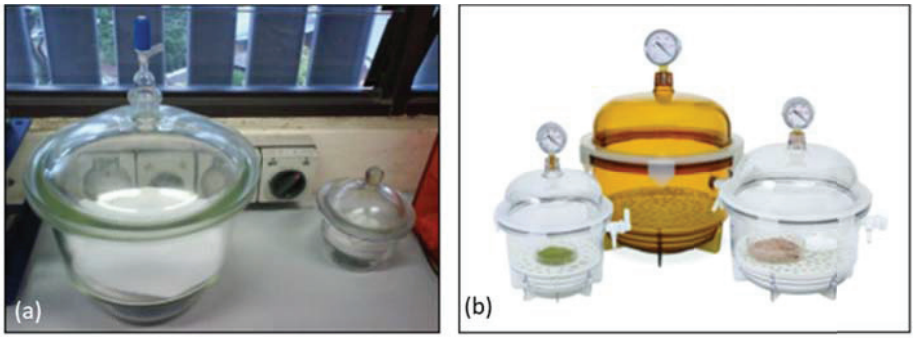
kesmek oldukça zor veya mümkün olmayabilir. Bu gibi durumlarda deney parçaları döküm ya da dövme parçalarına iliştirilerek aynı kimyasal bileşim ve özellikte ek parça halinde imal edilir.

Çoğu metalografik incelemelerde numuneler birden fazla sayıda hazırlanır. Bunun sebebi, istenilen bölgenin, tek numuneden elde edilemeyişi veya malzemenin çabuk oksitleniyor olmasındandır. Birden fazla numunenin incelenmesi özellikle çelik içeresindeki inklüzyonların belirlenmesinde yaygın olarak kullanılır. Bütün malzemeyi tek bir numunenin temsil etmeyeceği düşüncesiyle birden fazla numune alıp incelenmesi tavsiye edilir.

Tane boyutu ölçümü için bir seri numuneden tek bir numune alınması ve bunun belirli bölgelerindeki tanelerinin ölçülmesi tavsiye edilir. Ancak birçok çalışmada tek bir numune yeterli olmayabilir. Bu durum, numune alınan partinin ve yapılacak işin durumuna, hassasiyetine ve numune yönüne bağlıdır. Deforme edilmiş bir yapıda taneler eş eksenli değildir. Enine kesitte yapılan incelemede taneler eş eksenli ve gerçek yapıdakinden daha küçük görünür. Bu gibi deformasyondan kaynaklanan yapı değişimini tespit etmemiz gerektiğinde malzemeden birden fazla numune alınmalı, bunlardan biri deformasyon eksenine paralel diğeri ise dik yönde olmalıdır.

NUMUNE SAKLAMA

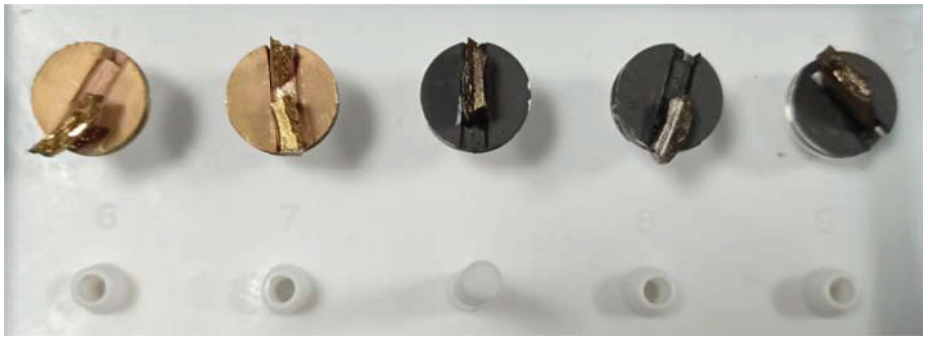
Birden fazla numune alınması durumunda bunlardan bir tanesi incelenirken diğerleri, malzemenin durumuna göre; desikatör, vakum vb. ortamlarda saklanır. En yaygın numune saklama şekli, içerisinde silika jel bulunan desikatörlerdir. Kırık yüzey numuneleri çok kısa sürede korozyona maruz kalacağından bunların kısa süreli saklanmasında desikatörler kullanılır. Vakumlu desikatörler daha uzun süre numune koruması yaparak saklayabilmektedir. Bu tür vakumlu desikatörler özellikle çok ince ve hassas olan TEM numuneleri ile yüzey enerjisi fazla olan kırık yüzey numunelerinin saklanması için uygundur. Şekil 2.20 ve 2.21'de çok yaygın kullanılan vakumsuz ve vakum edilebilir desikatör resimleri verilmiştir. Şayet saklanacak numune boyutu desikatörde saklamak için büyükse o zaman malzeme yüzeyi akrilik vernikle spreylenerek kaplanır. Kullanım sırasında aseton gibi çözücüler yardımı ile bu tabaka kaldırılarak incelemeye alınır. Malzeme yüzeyinin paslanması veya oksitlenmesi durumunda bunun muayeneden önce mutlaka temizlenmesi gereklidir. Numuneler için bazen tek, bazen de Şekil 2.22 ve Şekil 2.23'te görüldüğü gibi birden fazla numuneyi alan numune tutucular vardır. Numuneler bu şekilde desikatör veya uygun saklama kabında muhafaza edilir.



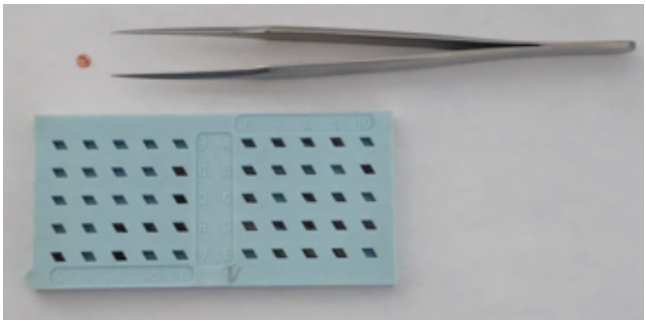
***Şekil. 2.20**- Vakumsuz (a) ve vakum edilebilir [16] (b) basit numune saklama desikatörleri [17].*



***Şekil 2.21**- Metalografi laboratuvarında bulunan vakum edilebilir desikatörler.*



***Şekil 2.22**- SEM incelemesi için sıvı azot içerisinde soğutulduktan sonra kırılan Fe esaslı numuneler. İletkenliği sağlama amacıysa soldan ikisi altın, diğerleri ise grafit ile kaplanmıştır. Numuneler özel numune tutuculara yerleştirilerek incelemeye alınmışlardır.*



Şekil 2.23- *TEM numune saklama kabı ve bakır plakalar arasına yerleştirilmiş TEM numunesi*

Oksitlenmiş veya Boyalı Yüzeylerin Temizlenmesi

Özellikle demir esaslı malzemelerin kırık yüzeylerinde çok görülen paslanma, malzemenin incelenmesini olumsuz yönde etkiliyorsa, incelemeye önce temizleme ile başlanmalıdır. Temizleme malzemeye zarar vermeyecek hafif kimyasal çözeltilerle yapılmalıdır. Malzeme yüzeyindeki korozyonun giderilmesi işlemi çok değişik yöntemlerle yapılır. Aşağıda bunlarla ilgili örnekler verilmiştir:

- Önce 3 g disodyum etilendiamin tetraasetat (EDTA), 100 ml suda seyreltilir. Reaksiyonu hızlandırmak için çözelti doldurulan cam kaba konulan numune ultrasonik temizleyici içerisinde çözündürme işlemine tabi tutulur. Korozyonun fazla veya çözeltinin etkisiz olması durumunda ise önceden ısıtılmış çözelti ultrasonik temizleyicide daha da aktif hale getirilir. Bu durumda numune çözelti içerisinde birkaç dakikadan fazla bekletilmemelidir. Aksi takdirde malzeme yüzeyinde dağlama meydana gelebilir. Temizlemesi tamamlanan ve çözeltiden alınan numune, akan su altında durulanmalı, alkolle yıkandıktan sonra sıcak hava üfleyen kurutma cihazında hızla kurutulmalıdır. Bazı durumlarda bu çözeltinin yüzeydeki inklüzyonların çözünmesine neden olabileceği dikkate alınmalıdır.
- Numune 350 ml su içeresinde çözünmüş 15 g alconox (laboratuvar gereçlerini temizlemede kullanılan ticari toz) içeren cam kavanoza daldırılır. Oda sıcaklığında pas giderilmeye çalışılır. Şayet giderilemezse işlem 90^{o}C'de tekrarlanır. Numune cam kabın içerisinde ultrasonik temizleyicide çalkalanır. İşlemden sonra çözeltiden alınan numune akan su altında durulanır, alkolle yıkandıktan sonra kurutulur. Bu çözelti çok tercih edilmeyen ancak alternatif olarak kullanılacak bir yöntemdir.
- Kırık yüzeye, eşit oranda hazırlanan fosforik asit (H_3PO_4) ve saf su uygulanır. Birkaç dakika sonra numune akan su altında yıkanır, alkolle temizlenir ve sıcak hava üfleyen kurutma cihazında kurutulur. Bu işlem

sırasında tek kullanımlık eldivenler kullanılmalı, çözelti deri veya diğer uzuvlarla ile temas ettirilmemelidir.

- Bazı durumlarda metal yüzeyine uygulanan kaplama veya boyanın da numunenin hazırlık aşamasında çıkartılması gerekebilir. Bazı yağ bazlı boyalar, ispirto veya ticari boya çıkarıcılarla giderilebilir. Boya çıkartıldıktan sonra kalan boya kalıntıları aseton gibi hızlı kuruyan bir çözücü ile durulanmalıdır. Bazı boyaların numuneden çıkartılması zor olabilir. Bu gibi durumlarda baskı endüstrisinde kullanılan *Act 1* olarak isimlendirilen çözelti metal yüzeyinde herhangi bir hasara neden olmadan yüzeydeki boyaları çıkarabilmektedir.

Numune Alma ve Hazırlamada Dikkat Edilmesi Gereken Hususlar

Gerçek mikro yapı incelemelerinede numune alırken veya inceleme aşamasına kadar olan hazırlık safhasında aşağıda verilen biz dizi önlem alınmalıdır:

- Numune alırken, zımparalarken ve parlatırken meydana gelen deformasyon, mutlaka dağlamadan önce ortadan kaldırılmalı veya yeterince azaltılmalıdır.
- Kaba zımparalama sırasında oluşan çizikler, ince zımparalama sırasında mutlaka giderilmelidir. Zımparalama sırasında oluşan derin çizikler dağlama sırasında her zaman problem yaratır. Ancak parlatma sırasında oluşan derin olmayan çizikler normal çalışma ortamında giderilebilir.
- Numune hazırlanırken, parçacıkların koparak yapıda boşluk, çizik, yüzey oyukları oluşturması, sert parçacıkların kırılması ve parça yüzeyinin lekelenmesi ile numune hazırlayan kişiden kaynaklanan diğer hatalardan mümkün olduğu ölçüde kaçınılmalıdır.
- Farklı sertlikteki malzemeler veya fazların zımparalama ve parlatılmaları sırasında yükseklik farkı oluşturmasına müsaade edilmemelidir. Aksi halde bazı bölgeler mikroskopta incelenirken problem oluşur ve özellikle yüksek büyütmede odaklama mümkün olmayabilir.
- Numune kenarları düz olarak zımparalanmalı ve parlatılmalıdır. Düzgün hazırlanmamış bölgeleri mikroskop altında net olarak görüntülemek mümkün olmayabilir. Bunun için kalıplama malzemesi ile incelenen numune sertlikleri birbirine yakın olmalıdır.
- Kaplanmış yüzeyler incelenecek, ölçülecek veya resimlenecekse mutlaka düz olarak hazırlanmalı ve muhafaza edilmelidir.
- Numuneler hazırlık aşamasında, sonrasında ve dağlamadan sonra yeterince temizlenmelidir.
- Kullanılacak dağlayıcı, incelemeye tabi tutulan numunelerin durumuna göre, genel bir dağlayıcı veya özel amaçlı dağlayıcı olarak hazırlanmalıdır.

Amaca uygun olarak detayları gösteren, faz veya tane sınırlarını net olarak ortaya çıkaran veya taneler arasında güçlü renk kontrastı oluşturan dağlayıcılar seçilmelidir.

Yukarıda sıralanan bu önerilere uyulduğunda gerçek mikro yapıya ulaşılabilir, ölçülebilir ve kaydedilebilir. Hazırlık yöntemi mümkün olduğunca basit ve ucuz olmalı, istenilen sonuçlara kısa sürede ulaşılmasına yardımcı olacak şekilde ve tekrarlanabilir olmalıdır. Metalografik numune hazırlama aşamaları genelde aşağıdaki şekildedir:

- Numune alma bölgesinin belirlenmesi,
- Numune alma,
- Sıcak veya soğuk kalıplama/bakalite alma,
- Zımparalama,
- Parlatma,
- Dağlama,
- Görüntü alma ve görüntü analizi,
- Sertlik deneyi (mikro veya makro).

İnceleme durumuna göre bu maddelere ilaveler ve eksiltmeler yapılabilir.

Soğutma Sıvıları

Numunelerin kesilmesi sırasında soğutucu olarak sadece su kullanılmamalıdır. Soğutucu, suda çözünebilen ve korozyona karşı inhibitör görevi yapan yağ esaslı kimyasallar içermelidir. Kullanılan soğutucu, kesicinin hareketli ve korozyona uğrayabilecek parçalarını koruduğu gibi, yüksek sıcaklıktan dolayı meydana gelebilecek yanmayı da önleyerek daha iyi bir kesme işlemi için ortam hazırlamalıdır. Bazı malzemelerin çok düşük sıcaklıktan dahi etkilendiği dikkate alınarak, kesme işlemi sırasında uygun soğutucu mutlaka kullanılmalıdır. Çeşitli ısıl işlem görmüş malzemelerde kesme sırasında farklı fazların oluşumuna ve faz değişimlerine imkân verilmemelidir.

PRATİK BİLGİ

- Metal ve alaşımlarının kesiminde, aşındırarak kesme yapan cihazların kullanımı daha iyi netice verir.
- Aşındırarak kesme yapan kesici diskle çalışılırken, kesme hızı yavaşladığında uygulanan kuvvet hafif hafif artırılıp azaltılır ve bu şekilde aşındırıcı partiküller kırılarak yeni keskin yüzeyler ortaya çıkarılır. Reçine bağlayıcılı disklerde, reçinedeki gözenekten dolayı partiküller yerinden sökülür ve yeni keskin partikül yüzeyleri kendiliğinden ortaya çıkar. Bu yüzden reçine bağlayıcılı disklerde yukarda belirtilen işleme gerek yoktur. Sadece kauçuk ile bağlanmış partiküller bulunan kesicilerde bu işlemin

yapılması tevsiye edilir.

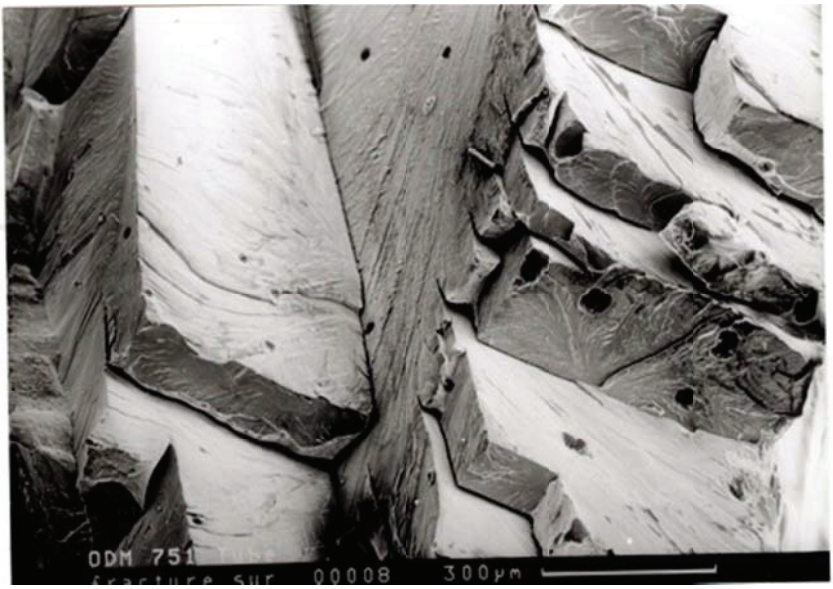
- Üretici kataloğundan metal sertliğine uygun kesici disk seçimi yapılmalıdır.
- Seramik malzemelerde kübik bor nitrür (CBN) veya elmas disk seçilmeli ve hassas kesme cihazı tercih edilmelidir.
- Fiber takviyeli kompozitlerin kesimi sırasında yükün fiberlere aktarılması nedeniyle sıkıntı olabilir. Hassas kesme cihazı ile veya elmas kesicilerle yapılan kesme işleminde bu problem olmaz. Bu tür kesimlerde ince kesitli disklerin kullanılması tavsiye edilir.

KIRMA

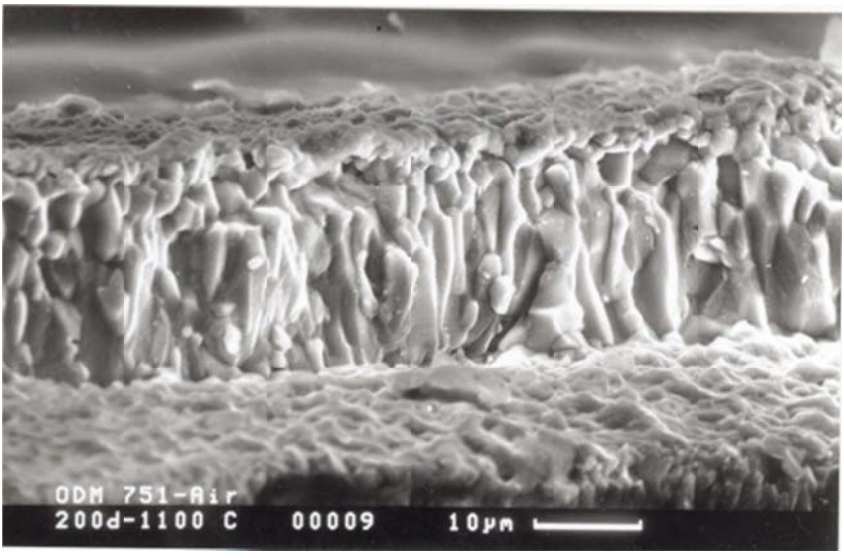
Malzemeler bazen kesme işlemine tabi tutulmadan doğrudan kırılarak veya herhangi bir şekilde kırılmış olan bir malzeme doğrudan muayeneye tabi tutulur. Kırma; çekiç veya darbe, çekme, sürünme, yorulma gibi deney cihazları yardımı ile yapılır. Sünek malzemelerin mikro yapıya zarar vermeden kırılması zor olduğundan veya malzemelerin değişik sıcaklık aralıklarındaki tavrını belirlemek için uygun bir soğutucu ile (sıvı azot, sıvı azot+alkol veya kuru buz gibi) daha gevrek hale getirerek kırılır. Birçok çelik ve dökme demir malzeme kriyojenik sıcaklıkta çok daha gevrek olacağından sıvı azot içerisinde (-196^{o}C) bekletilerek kırılır. Sıvı azotta bekleme süresi, numunenin sıvı azotla teması ile başlayan gaz çıkışının sona ermesine kadar devam eder. Özellikle yapıdaki gözenekler, boşluklar ve çatlakları tespit etmek amacıyla numuneler kırılarak incelenir.

Kırma işlemini kolaylaştırmak veya istediğimiz bölge, doğrultu veya düzlemde ilerlemesini sağlamak amacıyla bazen numuneye bir çentik açılır. Kriyojenik ortamda soğutularak kırılan numuneler, işleminden hemen sonra etil alkol veya derişik alkol içerisine batırılarak sıcaklığın oda sıcaklığına çıkması sağlanır. Sıvı azot içerisinden alınan numunenin hemen alkol içerisine daldırılması aynı zamanda malzeme yüzeyinde nem oluşmasına da engel olur. Aksi takdirde bu nem, malzeme yüzeyinde hızla korozyona sebep olur.

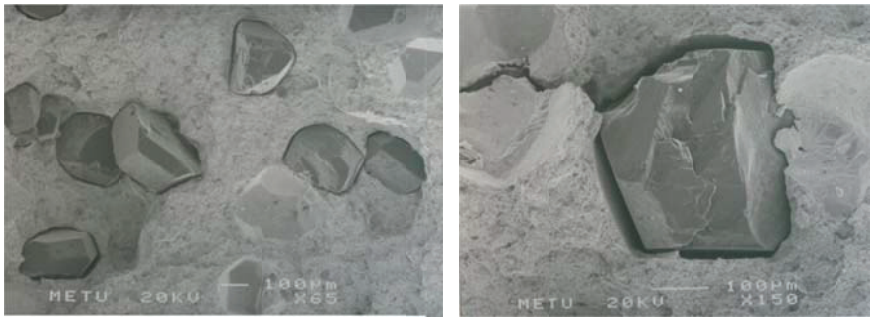
Kırma; gevrek karbür ve seramik malzemelere de uygulanır. Numunelerin kırılma bölgesi incelenmek suretiyle malzemenin birçok özelliği hakkında bilgi sahibi olunabilir. Kırık yüzey incelenerek malzemenin gevrek (kırılgan) veya tok (sünek) olduğu, kırılmanın veya çatlağın tane sınırlarından mı, yoksa tane içlerinden mi ilerlediği ve ne tür bir hatadan kaynaklandığı, malzemenin çalışma ortamında ne kadar bir darbeye dayanabileceği gibi birçok durum tespit edilebilir. Bu incemeler ile malzemede iyileştirmeye gidilebilir. Şekil 2.24-2.27'de çeşitli numunelerde kırık yüzey yapıları ve hasarlı numuneler görülmektedir.



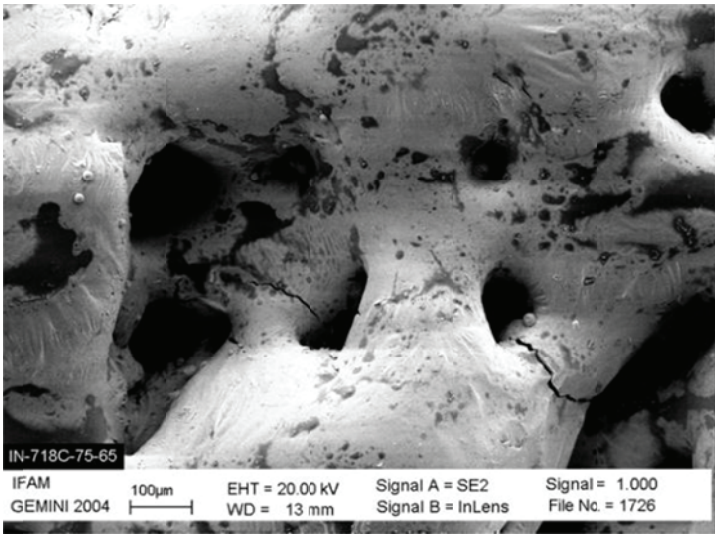
Şekil 2.24- *TM mekanik alaşımlama (MA) yoluyla üretilen Fe esaslı ferritik ODM 751 malzemenin sıvı azot içerisinde soğutulduktan sonra kırılmasıyla elde edilen kırık yüzey SEM görünümü. Yapıda belli düzlemlerde gevrek kırılma tavrı görülürken, basamaklı yapıda kırılma dikkat çekmektedir. Kırık yüzeydeki siyah noktalar MA sırasında yapıda kalan Ar gazından dolayı oluşan gözenekleridir [18].*



Şekil 2.25- *Süperalaşım ODM 751 (**O**xide **D**ispersion **M**icroforged) yüzeyinde yüksek sıcaklık servis ortamında büyüyen sütunsal tane yapısına sahip koruyucu Al_2O_3 filminin sıvı azot içerisinde soğutulduktan sonra kırılan yüzeyinin SEM görünümü. Oksit tanelerinin sütünsal olarak büyüdükleri ve bazı yerlerde 100µm büyüklüğünde olduğu, yüzeye yakın yerlerde ise daha küçük olduğu görülmektedir [19].*



Şekil 2.26- *Kesici elmas sokette, Co matris içerisinde dağılmış elmas parçacıkların kırık yüzeyde görünümü (solda) ve aynı malzemede matris-parçacık ara yüzeyinde yeterli ıslatma sağlamaması ve iyi bağ oluşmaması nedeni ile kırılma sırasında bu bölgeden başlayan ayrılmanın SEM görünümü (sağda). Kırık yüzeyde işlem sırasında kopup ayrılmış veya karşı yüzeyde kalmış parçacıkların izi görülmektedir.*



Şekil 2.27- *Nikel esaslı Inconel 718 malzemenin lazer sinterlenmesi sırasında tozlarda oluşan boyunlaşma ve bu bölgenin hızlı soğuması neticesinde oluşan çatlakların SEM görünümü.*

TEMİZLEME

Kesilen numunelerin parlatılması sırasında, yüzeylerinde bulunan yağ, pas ve ince katmanlar gibi istenmeyen kalıntılar problem oluşturabilir. Bu nedenle numunelerin bakalite alma, kaplama ve parlatılmalarından önce temizlenmesi gerekir. Temizleme işlemine malzemenin durumuna göre önce sabunlu su, deterjan, alkol veya aseton gibi temizleyici ve çözücülerle başlanmalıdır. Bunlarla istenilen sonuç alınamaması durumunda sulandırılmış asidik çözeltilerle numune temizliği yapılmalıdır. Numune üzerindeki yağ ve kalıntılar etanol, metanol, alkol, trikloretilen gibi uygun bir çözücü ile çözünebilir. Temizleme için ultrasonik temizleyiciler (Şekil 2.28) çok yaygın olarak kullanılmakta, temizleme genelde 2-5

dakika sürede tamamlanmaktadır. Yumuşak veya hassas malzemeler ise süre daha kısadır. Ultrasonik temizleyicilerin kullanılması durumunda çözücü sık sık değiştirilmelidir.

Temizleme, fiziksel veya kimyasal olarak yapılabilir. Fiziksel temizlemelerde katı kir, leke ve diğer kalıntılar temizlenirken, kimyasal temizleme ile daha ağır kontaminasyonlar temizlenir. Metalografik inceleme için genelde fiziksel temizlik yeterlidir ve mutlaka yapılmalıdır. Elektron mikroskopları için numune temizliği çok daha önemlidir. Bu tür incelemelerde parmak izinin dahi problem oluşturacağı unutulmamalıdır.

Numunenin kesilmesi sırasında kullanılan soğutma sıvıları ve yağlar malzeme yüzeyinde kalır. Bunlar özellikle gözenekli ve çatlak içeren malzemelerde problem oluşturur. Bu gibi kalıntıların numune incelemesine geçmeden önce temizlenmesi gereklidir. Aksi halde yanlış yorumlamalara yol açabilir. Elektron mikroskobunda yapılan incelemeler vakum altında yapıldığı için çatlak veya gözenek gibi bölgelere giren sıvılar, vakum etkisiyle malzeme yüzeyine çıkarak sıvanır ve görüntünün oluşmasını engeller veya görüntü kalitesini bozar.



Şekil 2.28- *Metalografi laboratuvarlarında yaygın olarak kullanılan bir ultrasonik temizleyici.*

KAPLAMA

Kaplama, çok genel amaçlı kullanılmakla beraber, metalografik inceleme için uygun olmayan biçimdeki parçalara, kırık yüzeylere ve ince tel malzemeler ile yüzeyi hassas ve işlemler sırasında korunması gerekli numunelere uygulanır. Bakalite alma işleminden önce bazı numuneler elektrolitik olarak kaplanır. Burada amaç; parlatma sırasında numunelerin yırtılma, kopma ve biçim değişikliğine engel olabilecek bir destek oluşturmaktır. Kaplama, özellikle korozyon ve oksidasyon incelemelerinde kırılgan yüzey filmlerinin metalografik hazırlaması sırasında kırılma ve ayrışmaya karşı bir destek oluşturma amacıyla yapılır. Demir alaşımları genellikle bakır ve nikelle kaplanır. Bunun için;

22.5 g Bakır iki siyanür [Cu $(CN)_2$]
34 g Sodyum siyanür (Na CN)
15 g Sodyum karbonat'ın (Na_2CO_3) 1 lt H_2O_3 içerisinde çözülerek, 0.2 A/dm^2 akımla kaplama yapılır. Kaplama daha pekiştirilmek isteniyorsa ek olarak;

250 g Bakır sülfat (Cu SO_4),
75 g Sülfürik asit (H_2SO_4), 1 lt su içindeki çözülerek, 2-4 A/dm^2 akım yoğunluğunda kaplanabilir.

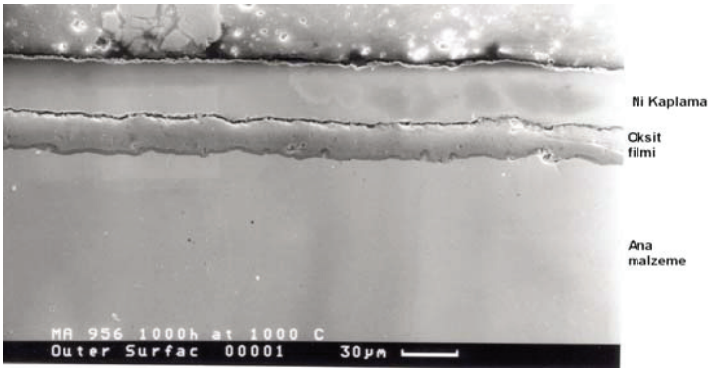
Nikel kaplama da yaygın olarak kullanılmaktadır. Bunun için çözelti olarak aşağıda verilen bileşimde kullanılır:

300 g/lt $NiSO_4$ 7 H_2O
60 g/lt $NiCl_2$ 6 H_2O
40 g/lt borik asit

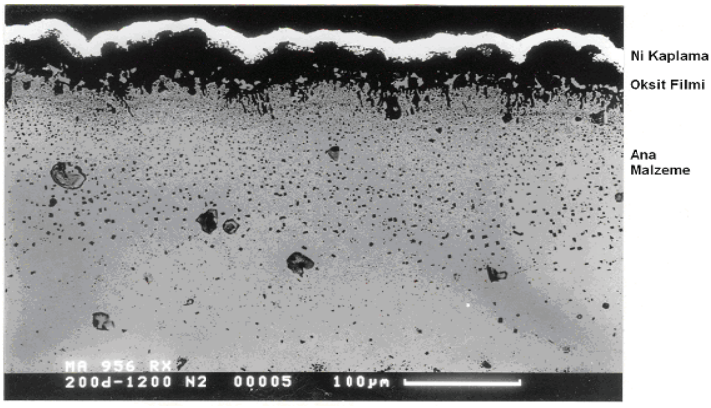
Watt tipi banyoda kaplama işlemi yaklaşık 70^oC'de çözelti yavaş yavaş karıştırarak yapılır. Karıştırma, manyetik karıştırıcıda aynı zamanda çözelti ısıtılarak yapılır. Kaplamanın başlaması ile beraber görülmesi muhtemel çekirdekleşme problemini ortadan kaldırmak için numuneler önce düşük akım yoğunluğunda kaplamaya başlanır ve daha sonra akım yoğunluğu artırılarak devam edilir. Çekirdekleşmeyi daha da kolaylaştırmak için Ni kaplamadan önce çok ince bir katman halinde altın kaplama yapılabilir. Bu ince kaplama SEM için kullanılan kaplama cihazında yapılabilir. Şekil 2.29'da ince zerrecikler halinde altın kaplama yapan cihaz görülmektedir. Altın, karbon ve platin kaplamalar özellikle SEM numunelerinde iletkenlik sağlamak amacıyla yapılır. Bunlardan başka gümüş veya alüminyum kaplama da yaygın olarak kullanılmaktadır. Elektron mikroskop için kaplama, iletkenliği sağlayacak yeterli kalınlıkta olmalıdır. Bu kalınlık, malzeme cinsi ve yüzey kalitesine bağlı olarak değişiyor olmakla beraber genelde 0.5 nm'den 100 nm'ye kadar değişmektedir. Kaplanmış numunelerin kesilmesi sırasında kaplamanın alttaki metalden ayrılmaması için gerekli tedbirler alınmalıdır. Kesme işlemi mümkünse elmas kesicilerle ve yavaş olarak yapılmalıdır. Şekil 2.30 ve 2.31'de kırılgan alüminyum oksit ve krom oksit tabakalarının yüzeyine kaplanmış nikel filmi görülmektedir. Şekil 2.32'de nitrürleme yapılmış 41B50 alaşımlı çeliğin mikro yapısı ve yüzey kaplamasının görünümü verilmiştir.



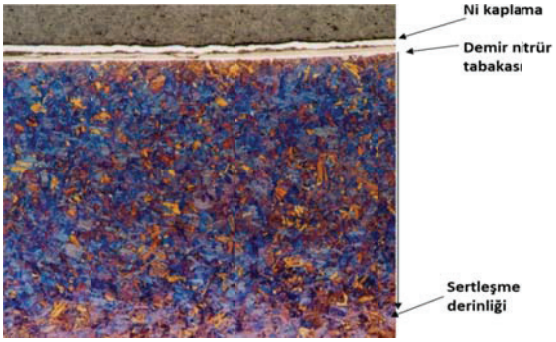
Şekil 2.29- *Özellikle SEM'de incelenecek numunelerde iletkenliği sağlamak amacıyla kullanılan ince zerrecikler halinde kaplama yapan altın kaplama ünitesi.*



Şekil 2.30- *Fe ana yapı yüzeyinde yüksek sıcaklıkta büyüyen koruyucu Al_2O_3 filminin metalografik incelenmesi sırasında kırılmasını önlemek için destek amaçlı yapılmış Ni kaplama.*



Şekil 2.31- *1200°C'de %2 O_2-%98 N_2 ortamında 4800 h tutulan Fe esaslı malzeme yüzeyinde oluşan Cr_2O_3 filmini incelemek için yapılan Ni kaplamanın görünümü. Ni kaplamanın hemen altında oksit filmi, onun da altında küçük siyah Al_2O_3 partikülleri içeren Fe matris görülmektedir.*



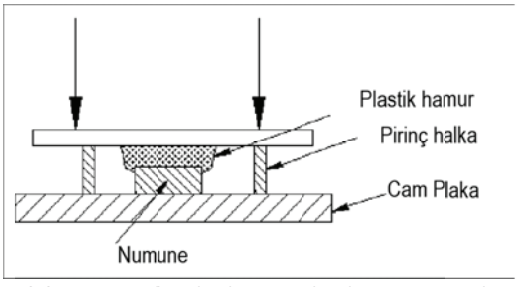
Şekil 2.32- *Gaz nitrürleme yapılmış 41B50 alaşımlı çeliğin (Fe,0.5C,0.85Mn,0.25Si,0.95Cr, 0.2Mo, 0.003B) mikro yapısı ve yüzey kaplama görünümü. Numuneye önce sertleştirme ve temperleme yapılmış, bakalite almadan önce yüzeyi akımsız Ni ile kaplanmıştır. Dış kısımda görülen beyaz demir nitrür tabakası hemen aşağısındaki temperlenmiş martenzit malzemeden çok daha yumuşaktır. Numunenin üst kısımda kaplama malzemesi ve altında daha koyu renkli sertleşme derinliği görülmektedir [20].*

Numune Seviyeleme

Kalıplanan veya kalıplanmamış ancak zeminde düzgün durmayan numunelerin incelenecek kısımları alta gelecek şekilde yerleştirilir. Arka tarafına cam macunu kıvamındaki plastik hamur konur ve üzerine de seviyelemek için bir cam parçası yerleştirilir ve Şekil 2.33'teki hizalama cihazı yardımı ile plastik hamur malzemeye basınç uygulamak suretiyle numunenin düzgün durması sağlanır. Alternatif olarak Şekil 2.34'deki düzenekte görüldüğü gibi malzeme incelenecek kısmı aşağı bakacak şekilde bir cam üzerine yerleştirilir. Her iki yanına da seviye oluşturmak amacıyla pirinç borular konur. Numunenin arka kısmına yeterli miktarda plastik hamur konur ve cam veya uygun sert bir plaka ile düzgün bir seviyeleme yapılır. Daha sonra numune mikroskopta incelenir.



Şekil 2.33- *Plastik hamur kaplanmış numunenin alt ve üst yüzeylerini paralel hale getirmeye yarayan seviyeleme aleti*



Şekil 2.34- *Plastik hamur kaplanmış metal numunenin pirinç halkaları vasıtasıyla seviyelemesini sağlayan düzenek [21].*

KALIPLAMA (BAKALİTE ALMA) İŞLEMLERİ

Çoğu malzeme zımparalama veya parlatmaya başlamadan önce *kalıplama* veya daha yaygın kullanımı ile *bakalite alma* işlemine tabi tutulur. Yeterli büyüklükteki malzemeler kalıplamaya gerek duyulmadan doğrudan metalografik işlemlere tabi tutulurken, küçük ve düzgün olmayan numunelerin zımparalama ve parlatmasının daha kolay olması ve mikroskop altında daha rahat bir şekilde incelenebilmesi için kalıplanması gerekir. Malzemenin metalografik olarak hazırlığındaki kolaylığı dışında, otomatik parlatma cihazı, tarama elektron mikroskobu gibi standart numune boyutunun gerektiği bazı durumlarda, malzemenin mutlaka kalıplanması gereklidir.

Kalıplama işleminin diğer bir avantajı da, keskin köşeli malzemelerin numune hazırlayan kişiye vereceği zararın önlenmesidir. Bu şekilde hem numune hazırlayan kişinin emniyetli çalışması, hem de zımpara kâğıdı ve parlatma keçelerinin numunenin keskin kenar ve köşelerden kaynaklı yırtılmalarını önlemek suretiyle daha uzun süre kullanımı sağlanır. Ayrıca karbürleme, nitrürleme, oksitleme ve kaplama gibi yüzey işlemlerine tabi tutulmuş numuneler kenar düzgünlüğü sağlamak için kalıplanır. Kalıplama çok iyi kenar düzgünlüğü sağlayarak, kenara yakın bölgelerin incelenmesinde büyük kolaylık sağlar. Kalıplamanın tercih edilmesindeki başka bir avantaj da standart boyuttaki numunelerin hazırlanması ve saklanmasının kolay olmasıdır. Birçok metalografi laboratuvarlarında standart büyüklükte numune yuvaları olan saklama kabinleri bulunur. Aynı çapta hazırlanmış numuneler buralarda düzenli bir şekilde saklanmaktadır.

Kalıplama işleminde ilk adım, kalıplanacak malzeme özelliğine uygun kalıplama malzemesi ve yöntemin seçimidir. Numunenin kalıplanmasından başlayarak diğer metalografik hazırlık aşamaları olan kesme, zımparalama, parlatma ve mikroskop altında incelenmesine kadar olan bütün aşamalar göz önünde bulundurularak, bu sürede kullanılacak malzemelere işlemler başlamadan önce karar verilir. Kalıplamaya başlamadan önce birçok kalıplama ve bakalite alma yönteminin olduğu bilinmeli ve onlarca kalıplama malzemesinden hangisinin malzemeye uygun olduğuna karar verilmelidir. Bazı malzemelerin çok kırılgan ve hassas, bazılarının ise çok düşük sıcaklıktan dahi etkilendiği dikkate alınmalıdır. Çok kırılgan veya ısıdan etkilenen numunelerin sıcak basınçlı kalıplanmasının uygun olmayacağı bilinmelidir. Bu gibi durumda soğuk kalıplama veya uygun başka bir kalıplama yöntemi tercih edilmelidir.

Örneğin, su verilmiş ve temperlenmiş numunede ilk östenit tane sınırları incelenecekse, bunun için parlatılmış numune yüzeyinin kaynayan alkali sodyum pikrat dağlama çözeltisine daldırılması gerektiği önceden düşünülmeli ve bu

şartlarda kalıplama malzemesi olarak fenolik reçine kullanılmayacağı bilinmelidir. Çünkü sıcak dağlama malzemesi kullanılması durumunda dağlayıcı kalıplama malzemesine atak ederek bu malzemenin yüzeyinde kabarmalara sebep olacaktır. Bu durumda termoset epoksi kalıplama malzemesi tercih edilebilir. Zira bu malzeme birçok asit ve çözücülere karşı dayanıklıdır.

Bazı malzemeler çok serttir. Kalıplamada bu durum da göz önünde bulundurulmalıdır. Her ne kadar sertlik her zaman aşınmaya karşılık gelmese de, kalıplama malzemesinin sertliğinin genelde ana malzeme sertliğine yakın olması istenir. Ticari olarak bulunan kalıplama malzemeleri çok değişik renklerdedir. Bu renkler aynı zamanda kalıplama malzemelerinin sertliğini de yansıtmaktadır. Çizelge 2.2'de bazı kalıplama malzemelerinin renkleri ve sertlik değerleri verilmiştir.

Kalıplama malzemesinin seçiminde boyut, ısı gibi faktörler göz önünde bulundurulmalıdır. Bunlar, zımparalama ve parlatma sırasında meydana gelebilecek ısıdan dolayı deforme olmamalı, yağlayıcı, çözücü ve dağlayıcılara karşı dayanıklı olmalıdır. Kalıplama malzemesinin kullanımı ve kurutulması kolay olmalı, çatlak, gözenek vb. hataları ihtiva etmeden malzeme ile iyi bir temas sağlamak suretiyle zımparalama ve parlatma işleminde yardımcı olmalıdır. Kalıplama işleminin birçok avantajı vardır. Bunlardan bazıları aşağıda verilmiştir:

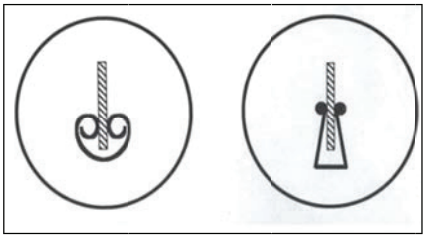
- Malzemenin düz bir zeminde durmasını sağlar ve mikroskopta incelenmesini kolaylaştırır,
- Kırılgan malzemelerde koruma ve destek sağlar,
- Manuel veya otomatik olarak yapılan zımparalama ve parlatma işleminde tutma, taşıma ve diğer işlemlerde kolaylık sağlar,
- Numunede iyi kenar koruması ve düzgünlüğü sağlar,
- Numunedeki çatlak, boşluk ve gözenekler, kalıplama malzemesi ile doldurur, metalografik hazırlık sırasındaki soğutma sıvılarının, dağlama çözeltisinin ve alkolün bu boşluklara girip daha sonraki inceleme sırasında malzeme yüzeyine çıkışını (kusmasını) engeller,
- Numunenin kenar ve köşelerindeki keskinlikleri alır, uygun kenarlarda pah kırılması sayesinde zımparalama kağıdı ve parlatma keçesinin çabuk yıpranmasını engeller,
- Standart büyüklükte kalıplanan numuneler ile özel olarak belirli boyutlarda yuvaları bulunan saklama kabinlerinde ve desikatörlerde daha düzenli saklanmasını sağlar.

Çizelge 2.2- *Bazı kalıplama malzemeleri ve yaklaşık sertlik değerleri [13].*

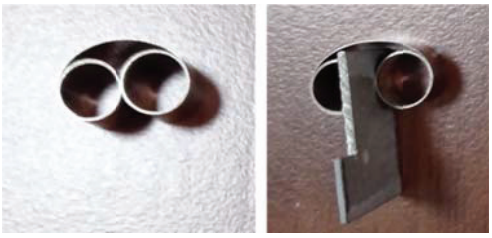
Sıcak Kalıplama Malzemeleri	**Sertlik HRM**
Termoset reçine	
Fenolik bakalit	
Kırmızı	113
Siyah	110
Yeşil	113
Mavi	112
Kahverengi	110
Benekli (yeşil/kahve)	118
Kehribar	112
Melamin Fenolik	
Dialil Ftalat	
Mavi kısa fiberli	100
Yeşil kısa cam elyaflı	104
Kırmızı kısa cam elyaflı	106
Epoksi	
Plastimet	110
Epomet	101
Struers (no:5)	89
Termoplastik Reçineler	
Metil metakrilat (lucite, transoptik)	91
Soğuk Kalıplama Malzemeleri	
Dökülebilir reçineler	
Akrilikler	
Kold kalıplama	57
Kold kaynak	35
Sample Kwick	43
Polyesterler	
Castoglas	89
Castolit	60
Epoksi	
Epo-mix epoksi	72
Epoksid	73
Epo kwick	27
İletken kalıplama	
Bakır dialil ftalat	90
Alüminyumlu fenolik	44

Kalıplama, genelde yuvarlak ve çapı 25, 32,38 ve 50 mm (1,1.25,1.5 ve 2 inç) olan standart büyüklüklerde yapılır. Numune yüksekliği ise çapın 0.3 ila 0.5 katı kadar olmalıdır. İnceleme sırasında iyi netice alınabilmesi için numunelerin kalıplamadan önce temizlenmesi gereklidir. Kalıplama malzemesi ile numune arasında iyi bir temas için, hassas numuneler ile yüzey oksit filmi incelenecek numunelerde çok fazla temizleme işleminden kaçınılmalıdır. Numune yüzeyinde kalıplama işleminden önce yağ ve kalıntı bulunmamalıdır.

Özellikle ince sac malzemeler veya istediğimiz konumda durmayan düzensiz şekilli numunelerin kalıplanmasından önce metal klipsler kullanılabilir. Bu sayede numunenin incelemeye tabi tutulması istenilen yüzeyi altta kalacak şekilde kalıplanabilir. Şekil 2.35-Şekil 2.36'da farklı geometride klipsler görülmektedir. Şekil 2.37'de ise klipslerle tutturulmuş, soğuk ve sıcak kalıplanmış sac numune örnekleri gösterilmektedir.



Şekil 2.35- *Numunenin istenilen konumda durması için kullanılan klipslerin şematik gösterimi [7].*



Şekil 2.36- *Yaygın olarak kullanılan paslanmaz çelik klips (solda) ve kalıplama için sac levhayı istenilen konumda muhafaza eden bir klips (sağda).*



Şekil 2.37- *Alın kısmı incelemek amacıyla klips ile ile uygun pozisyona getirilip sıcak basınçlı kalıplama yöntemi ile bakalite alınmış (solda) ve soğuk kalıplama yöntemi ile kalıplanmış (sağda) numuneler.*

KALIPLAMA YÖNTEMLERİNİN İNCELENMESİ

Kalıplama işlemini genelde dört ana bölümde incelemek mümkündür. Bunlar; mekanik kalıplama, döküm kalıplama, sıcak basınçlı kalıplama ve soğuk kalıplamadır.

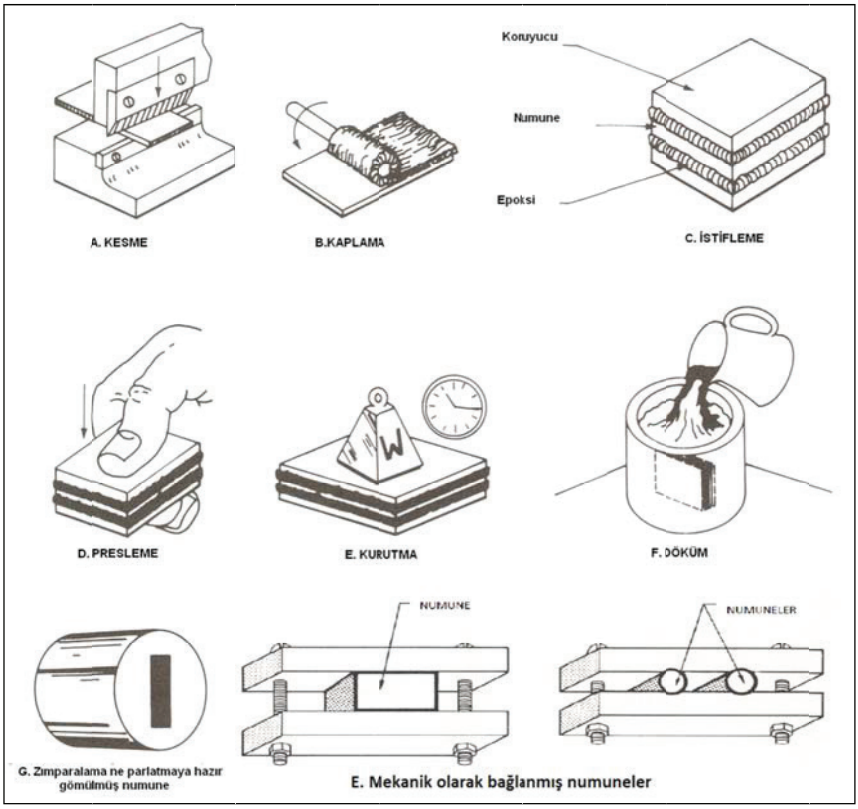
Mekanik Kalıplama

Mekanik kalıplama, günümüzde çok yaygın kullanılmamakla birlikte, sac levhaların boyuna ve enine kesitlerinin alınmasında veya tel halindeki numunelerin metalografik işlemler için hazırlanmasında kullanılır. Bu şekilde birden fazla numune kısa sürede kalıplanabilir. Herhangi özel bir aparata ihtiyaç yoktur. Bir tutucu, mengene ve tornavida ile mekanik kalıplama yapılabilir. Uygun yapıldığında yeterli kenar koruma sağlandığı gibi, araya sıvı girişi de engellenebilir. Özellikle numuneler arasına ara malzeme olarak teflon veya plastik malzemeler yerleştirildiğinde veya kalıplamadan önce numune yüzeyleri epoksi reçine ile kaplandığında sızdırmaz bir ara yüzey elde edilir. Şekil 2.38'de mekanik kalıplama ile ilgili bazı örnekler verilmiştir.

Mekanik kelepçeler kullanılarak malzemenin kalıplanması pratik olmakla birlikte pek sağlıklı bir metot değildir. Bu kelepçeler hazır olarak piyasada blok halinde satılmaktadır. Bu bloklar genelde 6 mm kalınlığında üretilir ve istenilen ebatta kesilir (12x38 mm gibi). Kesilen bloklara delikler açılmak suretiyle arasına yerleştirilen numune ile beraber sıkıştırılır. Burada dikkat edilecek husus, sıkıştıran bloklarla, gömülecek malzemenin birbirine yakın sertlik veya aşınma değerlerine sahip olmasıdır. Sandviç halinde yapılan sıkıştırma işleminde uygulanacak kuvvet önemlidir. Yetersiz basınç, numune ile dolgu malzemesi arasında boşluk kalmasına bu da zımparalama, parlatma ve dağlama sırasında bu boşluklara aşındırıcı ve sıvı dolmasına sebep olmaktadır. Bu sıvılar hem malzemenin korozyonuna sebep olmakta, hem de yapıda kaldığında daha sonraki işlemlerde sızarak yüzeye çıkmak suretiyle incelemeyi zorlaştırmaktadır. Bunun için numune, zımparalama tamamlandıktan sonra bir parlatma çuhasından diğerine geçirilirken ultrasonik temizleyicide alkol içerisinde temizlemelidir. Dağlama sonrası numune hızla su ile temizlenmeli, alkol ile yıkanmalı ve sıcak hava üfleyicilerle kurutulmalıdır. Mekanik kalıplama sırasında araya sıvı girmesini engellemek için yapılan aşırı basınç uygulanmasında ise, numunenin deformasyondan dolayı zarar görmesi söz konusudur.

Farklı metallerin birlikte kalıplanmaları durumunda malzemelerin farklı kimyasal potansiyellerinden dolayı özellikle dağlama sırasında korozyona uğramaları kaçınılmazdır. Bunun için gerekli önlemler alınmalıdır. Mekanik kalıplama yönteminin bir parçası olan *kaplama* veya *sarma* işleminde ise, levha

halindeki malzemeler veya ince numuneler bir deste halinde sarılır. Karşılıklı yüzeyler vida ile tutturulur. Parçalar arasına bazen kurutma kağıdı konabilir veya aradaki boşlukları doldurmak amacıyla deste halindeki numune, ergitilmiş parafine daldırılabilir. Bunun amacı, boşlukları doldurup, parlatma ve dağlama sıvılarının bu boşluklara girip inceleme sırasında olumsuz etkilerini ortadan kaldırmak içindir.



***Şekil 2.38**- Mekanik kalıplama hazırlama aşama ve kalıplama örnekleri [13, 22].*

Döküm Kalıplama

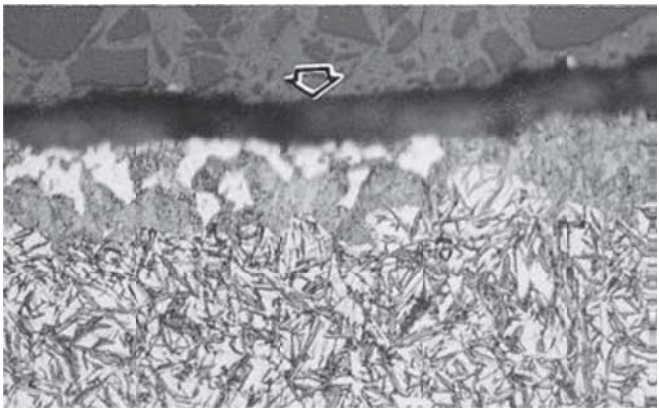
Numuneler uygun bir kalıp veya boru şeklindeki kesit içerisine yerleştirilir ve üzerine ergime noktası düşük bir alaşım dökülür. Burada döküm için kullanılan alaşımın ergime sıcaklığı, incelenecek malzemenin mikro yapısını etkilemeyecek kadar düşük olmalıdır. Demir alaşımları için, lehim gibi (%50 Pb+Sn) malzemeler kullanılır. Daha sonra kalıptan çıkartılan ve kesilen numuneler metalografik olarak hazırlanır ve incelenir. Döküm kalıplamada genelde sıcaklıktan fazla etkilenmeyen malzemeler için tercih edilir. Ancak bu yöntem, sıcak basınçlı kalıplama ve soğuk kalıplama gibi yaygın olarak kullanılan bir yöntem değildir.

Sıcak Basınçlı Kalıplama (Bakalite Alma)

Sıcak basınçlı kalıplama, metalografi laboratuvarlarında en yaygın kullanılan kalıplama yöntemidir. B*akalite alma* işlemi olarak da bilinir. Kalıplama malzemesi olarak termoset plastik karakterli tozlar kullanılır. Bunlardan bazıları: bakalitler (fenolik reçineler/fenol formaldehit), dialil ftalat reçineleri, melamin, epoksi ve akrilik reçinelerdir. Bunların dışında iletken bakalit olarak bilinen karbon dolgulu fenolik reçineler SEM çalışmaları için ve iletkenlik gereken durumlarda kullanılmaktadır. Ayrıca bunların demir tozu dolgulu olanları da vardır. Genel olarak epoksiler çok düşük büzülme sağlar ve sert malzemelerin kalıplanmasında kullanılır. Aksi takdirde yüzey paralelliği sağlamak zorlaşır. Melamin ve dialil-ftalatlar çok iyi kenar düzgünlüğü sağlar, akrilik reçineler numunenin kolay görünürlüğü için şeffaf/transparan görünüm verir, fenolik reçineler ise genel metalografik numune hazırlıklarında en yaygın kullanılan sıcak kalıplama malzemeleridir. Kalıplanacak numune kalıp içerisine incelenecek yüzeyi aşağı gelecek şekilde yerleştirilir ve granüler haldeki kalıplama malzemesi numune etrafına dökülür. Sıcaklık ve basıncın yardımıyla kalıplama işlemi gerçekleştirilir. Sıcak kalıplama cihazında kalıplama sıcaklığı ve süresi ayarlanır ve işlem tamamlanınca numune bir itici vasıtasıyla kalıptan çıkarılır.

Kalıplama malzemesi, numune hazırlama ve dağlama sırasında bozulmamalıdır. Bakalitler ve dialil ftalat reçineleri termoset, akrilik reçineler ise termoplastiktir. Termoset malzemeler kalıplandıktan sonra tekrar yumuşamayan, termoplastik malzemeler ise ısıtıldığında yumuşayan malzemelerdir. Her iki malzemenin de kalıplanması sırasında sıcaklık ve basınca ihtiyaç vardır. Termoset malzemeler kalıptan çalışma sıcaklığında çıkartılabilirken, termoplastikler kalıplama cihazından çıkartılmadan önce en az 70^{o}C sıcaklığa soğutulmalıdır. Buna karşın termoset malzeme için 65 ^{o}C, termoplastik malzeme için 40^{o}C'de kalıptan alınması istenir. Termoset malzemelerin ortam sıcaklığına soğutularak kalıptan çıkartılması, malzeme ile kalıp arasındaki çekme boşluğu oluşumunu önemli ölçüde azaltır. Ancak kalıptan sıcak çıkartılan termoset malzemeler su ile soğutulmamalıdır. Aksi halde numune ile kalıplama malzemesi arasında ayrılmalar olacağından iyi kenar koruması sağlayamaz. Şekil 2.39'da iyi kenar koruması sağlamayan fenolik malzeme ile kalıplama görülmektedir.

Termoset malzemeler termoplastik malzemelere oranla daha iyi kenar koruma sağlar. Termoset malzemeler arasında da dialil ftalatlar, daha ucuz olan fenoliklere (bakalit) oranla daha iyi kenar koruma sağlar. Sıcak basınçlı kalıplamada çalışma sıcaklığı genellikle 150-200^{o}C arasında olmakla beraber işlem en çok 190^{o}C'de yapılır. Sıcak kalıplamada sıcaklık ve basıncın belirlenmesinde üretici firmanın tavsiyelerine uyulmalıdır. Malzemenin durumuna göre yaklaşık olarak 10 dakikayı geçmeyecek bir sürede işlem tamamlanır.



Şekil 2.39- *Karbürize edilmiş 8620 çelik numune ile fenolik kaplama arasında çekmeden dolayı oluşan kenar korumasının bozulması 500X, (2% Nital) [11].*

Metalografi laboratuvarlarında basit manuel sıcak kalıplama presleri de kullanılıyor olmakla beraber, genellikle otomatik kalıplama presleri kullanılmaktadır. Bir seferde birden fazla numune kalıplayanları da vardır. Şekil 2.40'da tekli ve çiftli kalıplama yapabilen sıcak kalıplama presleri gösterilmektedir. Şekil 2.41'de sıcak kalıplamada kullanılan malzemeler ve kalıplanmış numune örnekleri görülmektedir. Uygulanan basınç, malzeme cinsine göre değişmekle beraber yaklaşık 1000 kg/cm^2 olarak seçilir. En önemli avantajlarından biri sürekli aynı büyüklükte ve şekilde numune ortaya çıkarmasıdır. Böylece otomatik zımparalama/parlatma cihazlarına birden fazla numune yerleştirmek mümkün olmaktadır.

Bakalite alınan numunelerin zımparalama ve parlatma işlemleri her zaman kalıplanmamış numunelerden çok daha kolaydır. Aşağıda sıcak kalıplama işleminde kullanılan bazı malzemeler hakkında bilgi verilmiştir:



Şekil 2.40- *Tek ve çift numune kalıplayabilen sıcak kalıplama cihazları [23].*





Şekil 2.41- *Sıcak kalıplama malzemeleri ve kalıplanmış numune örnekleri [23].*

Bakalitler: Fenol formaldehit olarak da bilinen bakalitlerin geçmişi 1920'li yıllara dayanmaktadır. Bunlar ucuz ve kullanımı kolay olduğu için en çok kullanılan kalıplama gereçleridir. Değişik renklerde olduğu gibi, önceden standart numune büyüklüğünde kısmi kalıplanmış olanları da mevcuttur. Bunlar, düzgün şekilli malzemelerde ilk uygulanacak baskı kuvveti önemli olmadığı durumlarda kullanılabilir.

Bakalit kalıplama malzemeleri %100 bakalit olduğu gibi, içerisinde ağaç talaşı veya çeşitli katkı malzemesi ihtiva edenleri de vardır. Katılaşma süreleri kalıbın büyüklüğüne ve uygulanan sıcaklığa bağlı olarak genelde 5-10 dakika arasında değişir (150^{o}C'de 29 Mpa basınçta). Ön kalıplama yapılmış malzemeler daha kısa sürede kalıplanır. Bakalit malzemelerin sertlikleri fazla değildir, çekme eğilimleri fazladır. Bundan dolayı numune kenarlarına yakın bölgelerde boşluk meydana gelebilir. Bu da parlatma ve dağlama sırasında istenmeyen etkiler gösterebilir. Özellikle numunelerin kalıptan tam soğumadan çıkarılması durumunda numune ile kalıplama malzemesi arasında boşluk oluşmasına neden olur. Numune sıcakken kalıptan alınıp soğuk suya daldırmak suretiyle soğutma ve katılaştırma işlemi asla yapılmamalıdır. Bu şekilde yapılan kalıplama işlemi numunenin kalıptan sökülüp çıkmasına sebep olur.

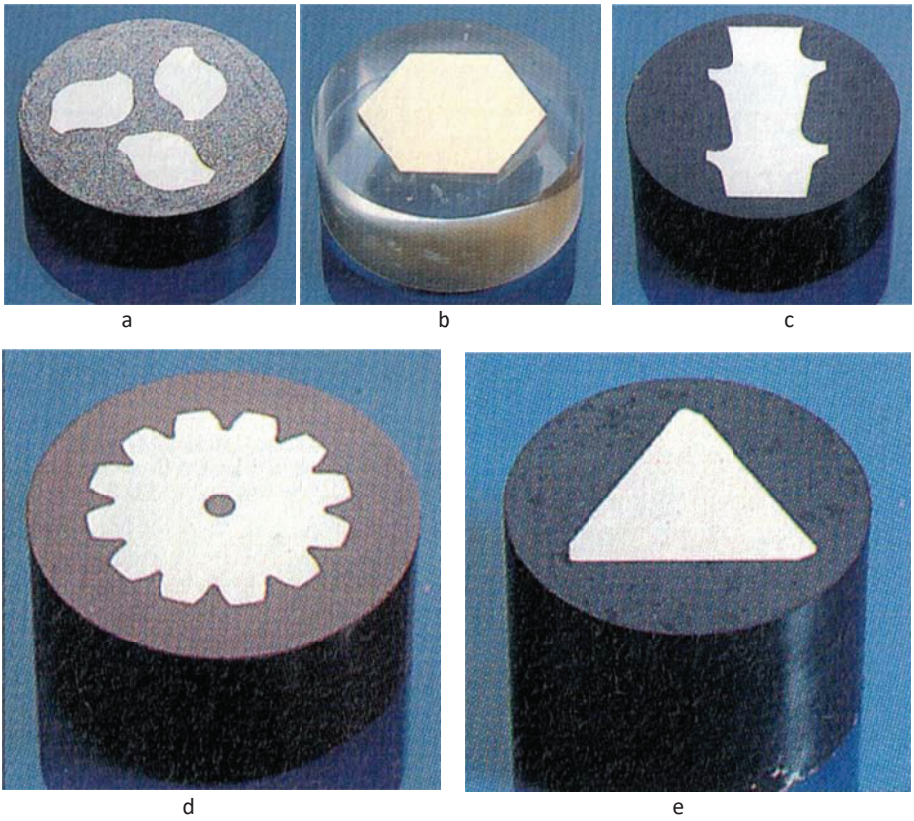
Fenolik kalıplama malzemeleri bazı kimyasal maddelerle etkileşime geçebilir. Örneğin; sementit yapıyı ortaya çıkarmak için kaynar alkali sodyum pikrat çözeltisi dağlayıcı olarak kullanılacaksa, mutlaka bu kalıplama maddesi ile etkileşime gireceği öngörülmelidir. Bunun için gerekli tedbir alınmalıdır.

Dialil ftalat reçineleri: Diğer bir termoset malzeme olan dialil ftalatlar içerisinde mineral, cam fiber veya bakır pulcuklar ihtiva eden ve bakalitlerden daha sert ve daha iyi kenar koruması ve düzgünlüğü sağlayan malzemelerdir. Çekme katsayıları düşüktür (0,003-0,009). Bakalitlere göre çok daha iyi aşınma direnci gösterir ve daha iyi kenar koruma sağlar. Bu malzemeler kimyasal

çözücülere karşı daha dirençlidir. Özellikle kuvvetli dağlayıcılar kullanıldığında ve yüksek sıcaklıkta yapılan dağlamalarda tercih edilir. Bakalitlere nazaran daha pahalıdır. Katılaşma süreleri daha uzundur. 150^{o}C'de yaklaşık 7-12 dakika arasında (22 Mpa) katılaşır. Sıcak halde kalıptan çıkarılmaması gerekir. Sıcak olarak kalıptan çıkartılıp suda soğultulduğunda bakalitler gibi malzemeden ayrışma gösterir. Bakır ve alüminyum tozları içeren bu kalıplama malzemeleri, iletken kalıplama malzemesi olarak, elektrolitik parlatma, elektrolitik dağlama, SEM ve EPMA'da (elektron prob mikro analizi) kullanılır. Ayrıca melamin ve fenolik karışımları da sıcak kalıplama işleminde kullanılır. Ancak katılan katkı elemanları zımparalama kâğıdında ve parlatma keçelerinde kontaminasyona sebep oluabilir. Bakır içeren kalıplama malzemeleri ile metal mikroskobu için hazırlan numune yüzeylerinde kırmızımsı bakır tabakası oluşur. Elektron mikroskobu kimyasal analizlerinde ekstra bakır elementinin çıkmasına sebep olur. Bilindiği gibi bakır, demir içerisinde bulunduğu zaman sıcak haddeleme sırasında sıcak kırılganlığa sebep olduğundan tercih edilmez. Bu sebeple birçok laboratuvarda bakır katkılı dialil ftalatların kullanımı yapılmamaktadır. Bunun haricinde sıcak kalıplamada çok değişik hatalar karşımıza çıkabilir. Şekil 2.42'de farklı sıcak kalıplama malzemesi kullanarak kalıplanmış malzemeler, Çizelge 2.3'te sıcak kalıplamada kullanılan sarf malzemeleri ve Çizelge 2.4'te ise sıcak kalıplamada karşılaşılan tipik hatalar verilmiştir.

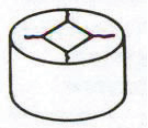
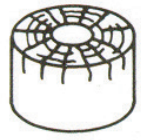
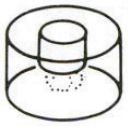
Çizelge 2.3- *Metalografide yaygın olarak kullanılan sıcak kalıplama sarf malzemeleri ve özellikleri.*

Sıcak kalıplama Sarf malzeme türleri	Bakalitler (fenolik reçineler /fenol formaldehit	İletken bakalit (C dolgulu)	Epoksi	Akrilik	Melamin	Dialil-ftalat
Büzülme 1-5 arası puan 1: en iyi	3	2	1	4	1	1
Kullanım alanları	Genel numune hazırlıkları, ekonomik	SEM için iletken numune hazırlıkları	Sert numune hazırlıkları, iyi kenar düzgünlüğü	Numunenin kolay görünürlüğü için şeffaf /transpar görünüm	Sert numune hazırlıkları, iyi kenar düzgünlüğü, mikrosertlik testi için mükemmel kontrast	Çok iyi kenar düzgünlüğü
Sertlik (Shore D)	88-89	?88	?94	?85	?91	?91



Şekil 2.42- *Sıcak kalıplama malzemeleri ile yapılan kalıplama örnekleri. (a) Yüksek elektrik iletkenliğinden dolayı elektrolitik parlatmaya uygun, düşük çekme özellikli akrilik termo plastik malzeme. (b) Şeffaf görünümlü ve düşük çekme özellikli, genellikle gözenekli malzemelerin kalıplanması için uygun akrilik termoplastik malzeme. (c) Sert, yapışkan, yüksek aşınma direnci ve düşük çekme katsayısından dolayı özellikle kenar koruması gerektiren, yüksek özellikli malzemelerin kalıplamasına uygun epoksi termoset numune. (d) Seri kalıplamaya uygun orta çekme özellikli termoset bakalit. (e) Seri kalıplamaya uygun orta çekme özellikli, karmaşık şekilli olmayan numunelere uygun bakalit termoset numune [23].*

Çizelge 2.4*- Sıcak basınçlı kalıplanmış numunelerinde görülen tipik hatalar [23].*

Termoset Reçine	**Sebep**	**Çözüm**
 *Radyal ayrışma*	Büyük ebatlı kalıplanacak numuneye küçük kalıplama kalıbı kullanımı veya keskin köşeli büyük numune kullanımı	Kalıp boyutu büyültülür veya numune boyutu küçültülür
 *Kenar büzülmesi*	Kalıplama malzemesinin numuneden fazla miktarda çekme göstermesi	Sıcaklık düşürülür, kalıplama malzemesi kalıba doldurulmadan önce kalıp soğutulur
 *Çevresel yarılma*	Katılaşma sırasında nem absorbsiyonu veya kalıplama sırasında ergiyikte gaz hapsolması	Kalıp veya toz yeniden ısıtılır, sıvı haldeyken zaman zaman basınç kaldırılır
 *Patlama*	Çok kısa katılaşma zamanı ve yetersiz basınç	Katılaşma süresi uzatılır, sıvı halden katı hale geçişte yeterli miktarda basınç uygulanır
 *Erimeme*	Katılaşma sırasında yetersiz basınç, katılaşma sıcaklığında yetersiz bekleme süresi, toz malzemelerin büyük yüzey alanı	Uygun kalıplama basıncı kullanılır veya katılaştırma süresi uzatılır. Toz kullanımında kalıp ağzı kapatılır ve yeterli basınç uygulanarak bölgesel katılaşma engellenir
Termoplastik Reçine		
 *Pamuklaşma*	Toz malzeme için yeterli olmayan sıcaklık, maksimum sıcaklıkta yeterli olamayan süre	Maksimum sıcaklıkta bekletme süresi artırılır
 *Yüzeysel çatlama*	Kalıplama sırasında veya hemen sonrasında gerilme azalması	Kalıptan çıkarma işleminden önce sıcaklık azaltılır, kaynayan su içerisinde temper kalıplama yapılır

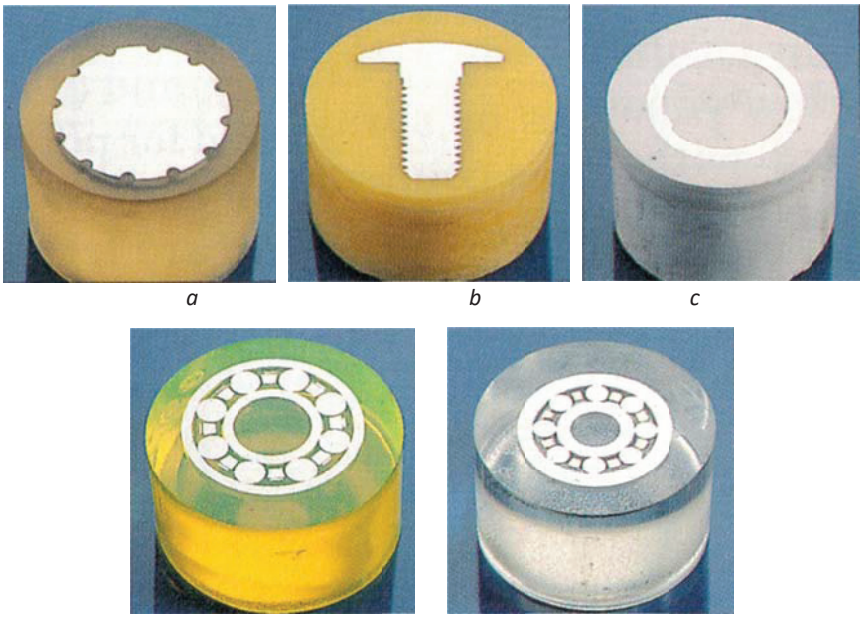
Soğuk Kalıplama

Bazı malzemelerin çok düşük sıcaklıklardan dahi etkilenmeleri veya mekanik etkilere karşı çok hassas olmalarından dolayı sıcak basınçlı kalıplamaya tabi tutulduklarında yapılarında istenmeyen değişiklikler meydana gelir. Ayrıca bazı malzemelerin şekil ve büyüklükleri sıcak basınçlı kalıplama cihazının kalıbına uymayabilir. Bu gibi durumlarda soğuk kalıplama tercih edilir. Soğuk kalıplamada herhangi bir basınç veya sıcaklığa ihtiyaç duyulmadığından uygun karışımlar hazırlanarak daha fazla malzemenin daha kısa sürede seri olarak kalıplanması mümkün olmaktadır. Soğuk kalıplama malzemesi olarak genelde *akrilikler*, *polyesterler* ve *epoksiler* kullanılır.

Soğuk kalıplama işlemi her üç malzemenin kullanım durumunda da reçine ve sertleştiriciden oluşur. Genelde ikili karışımlar kullanılmakla beraber bazı durumlarda üçlü karşımlar da kullanılır. İkili karışımlarda her ikisi de sıvı veya biri sıvı diğeri katı toz olabilir. Bunlar bir kalıp içerisine konulan malzeme üzerine dökülerek katılaştırılıp kullanılır. Bu karışım çok az da olsa sıcaklık artışına sebep olduğundan, çok hassas malzemelerde dikkatli olmak veya katılaşma süresini uzatmak suretiyle reaksiyon hızı düşürülerek sıcaklığı kontrol altına almak gerekir. Soğuk kalıplamada, özel hazırlanmış kalıplar, hazır plastik veya silikon kalıplar kullanılabileceği gibi alüminyum folyolar da kullanılır. Şekil 2.43'te soğuk kalıplama gereçleri ve kalıplamanın yapılışı, Şekil 2.44'de de değişik soğuk kalıplama malzemeleri ile kalıplanmış numuneler görülmektedir.

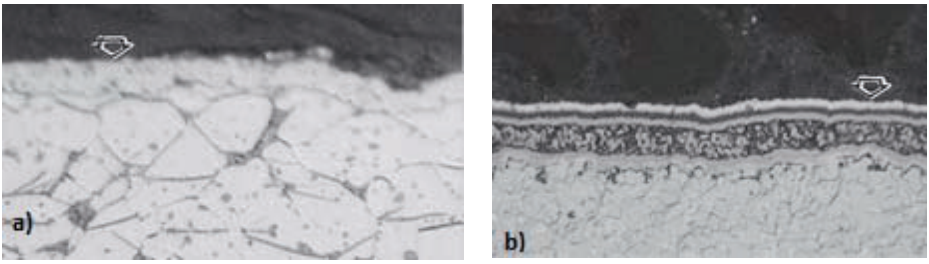


Şekil 2.43- *Soğuk kalıplama malzemeleri ve yapılışı [23].*



***Şekil 2.44**- Soğuk kalıplama malzemeleri kullanılarak yapılan kalıplama örnekleri. (a) Düşük viskoziteli, iyi yapışma ve düşük çekme kapasiteli, özellikle düzensiz şekilli parçaların seri üretimine uygun akrilik kalıplama. (b) Düşük viskoziteli, sert ve düşük çekme kapasiteli, özellikle düzensiz şekilli parçaların seri üretime uygun, iyi kenar korumalı akrilik mineral dolgulu kalıplama. (c) İyi yapışma sağlayan, çok sert, aşınma direnci yüksek, çok düşük çekme özellikli, iyi kenar koruma sağlayan polyester/akrilik mineral dolgulu kalıplama. (d) Şeffaf görünümlü, iyi yapışma sağlayan, düşük viskoziteli, çekme göstermeyen, gözenekli malzemelerin vakumla boşaltmasına imkan veren epoksi malzeme. (e) Şeffaf görünümlü, iyi yapışma sağlayan, düşük viskoziteli, çok düşük çekme özellikli, gözenekli malzemelerin vakumla boşaltmasına imkan veren epoksi malzeme [23].*

Bazı önemli soğuk kalıplama malzemelerinden bu bölümde kısaca bahsedilmiştir. Bunlar akrilikler, polyesterler ve epoksilerdir. Bu malzemelerle yapılan kalıplama işleminden sonra manuel zımparalama veya parlatma yerine, yarı veya tam otomatik zımparalama veya parlatma araçlarının kullanımı daha düzgün bir yüzeyin ortaya çıkmasına ve daha iyi kenar koruması sağlanmasına katkı sağlar. Genelde termoset malzemeler termoplastik malzemelere nazaran daha iyi kenar koruma sağlar. Şekil 2.45'te uygun olmayan kenar koruması yapan fenolik reçine kullanılarak gerçekleştirilen kaplama işlemi ve hemen yanında epoksi reçine kullanılarak yapılan mükemmel kenar koruması gösteren kalıplama örnekleri verilmiştir. Çizelge 2.5'te soğuk kalıplamada karşımıza çıkan hata türleri şematik resimlerle verilmiştir.



***Şekil 2.45**- Nitrürlenmiş yüzeyde fenolik reçine kullanılarak yapılan kalıplama işlemi sonrasında uygun olmayan kenar koruması (a) ve sinterlenmiş karbür malzemede katmanlı kaplama sonrasında epoksi ile kalıplama neticesinde mükemmel kenar koruması (b) [11].*

Akrilikler: Bunlar en çabuk katılaşan, kullanımı kolay, cam berraklığında kalıplamaya dönüşebilen ve kalıptan kolayca çıkarılabilen ucuz kalıplama gereçleridir. Belirli oranda toz ve sıvının karıştırılması ile katılaşma başlar ve hızlı bir şekilde katılaşma tamamlanır. Farklı renklerde ve sertliklerde olan akrilik ürünler oldukça kullanışlıdır. Akrilikler hızlı katılaştıkları için aynı anda onlarca numune kalıplanabilir. Bu malzemenin dezavantajı, kötü kokulu oluşu ve çekme katsayılarının yüksek oluşudur. Akrilikler yaklaşık 10-15 dakika içinde katılaşır ve bu işlemin son 3-4 dakikalık kısmında kimyasal tepkime dolayısıyla sıcaklık yükselmesi görülür. Bu sebeple akrilik ürünleri seçerken malzemenizin bu sıcaklıklarda özelliklerinin bozulmayacağından emin olunmalıdır. Akrilik malzemelerin en önemli dezavantajlarından birisi iyi kenar koruması sağlayamamasıdır. Bu nedenle numuneyi yeterli derecede kavrayamadığından bazen numune ile kaplama malzemesi arasında boşluklar meydana gelebilir. Bu da metalografik işlem sırasında yeterli olmayan kenar korumasına sebep olur. Kalıptan çıkartılmadan önce sıcak gliserine daldırılması ile daha iyi netice alınır. Sert akrilikler termoplastiktir ve kimyasal çözücülere karşı dayanıklıdır. Fakat daha da sertleştirmesi istendiğinde kalıplanacak malzemeye yakın sertlikte olan demir ya da demir dışı malzeme tozları ile karıştırılarak kalıba döküldüğünde, hazırlanacak yüzeyin numuneye yakın sertlikte olması sağlanabilir ve aynı zamanda kullanılan toza bağlı olarak iletken kalıplama yapılmış olur.

Polyesterler: Akrilik ve epoksilerden daha düşük çekme katsayısına sahiptir ve sertlikleri akriliklerden daha yüksektir. Daha uzun sürede katılaşır ve şeffaf görüntü verirler. Katılaşma süreleri kullanılan reçine-sertleştirici oranı ve kalıp büyüklüğüne bağlı olarak 30-60 dakika arasında değişir. Polyester esaslı kalıplama ürünleri genel kullanım için uygundur, ancak numuneyi sarma ve kenar yapışma özellikleri akrilik ve epoksi esaslı ürünlere göre daha düşük olduğunadan fazla tercih edilmez. Ayrıca sertlikleri epoksi ve akrilik reçinelerden daha düşüktür.

Termoset epoksiler: Ön karışımlı olarak içerisinde sertliğini artırmak ve özelliklerini iyileştirmek için katkı maddesi bulunduran toz halindeki epoksi bileşik malzemelerdir. En çok kullanılan kalıplama gerecidir. Sert ve mükemmel yapışma özelliği gösterir. Numuneyi boşluksuz sarması, numune içerisine mükemmel nüfuziyet sağlaması ve katılaşma esnasında çok düşük sıcaklıklarda kalmasından dolayı mükemmel bir kalıplama malzemesidir. Metal, mineral ve seramik malzemelerin kalıplanmasında kullanılır. Oda sıcaklığında katılaşanlar arasında en iyi özellik gösteren kalıplama gereçleridir. Yavaş katılaştıkları için çekme katsayıları sıfıra yakındır. Normal şartlarda 1.5-10 saat arası katılaşan bu ürünler ortalama birkaç saatte katılaşır. Yüksek sıcaklıktan etkilenmeyen numunelerde katılaşma işlemi yüksek sıcaklıkta daha kısa sürede yapılabilir. Bu uzun süreler yüzünden dezavantajlı olarak görülse de aslında metalografik açıdan daha kaliteli olmalarını sağlar. Son zamanlarda kimyasal bileşimlerinde yapılan değişiklikle bazı epoksi ürünlerin katılaşma süreleri 30 dakikaya kadar düşürülmüştür. Asit ve çözücülere karşı dayanıklı olmaları, elektrolitik parlatma ve elektrolitik dağlanma sırasında büyük avantaj sağlar. Ancak bazı asitler karşısında çatlama ve kabarma gösterebilir.

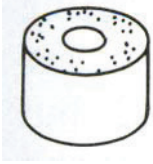
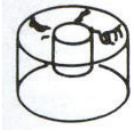
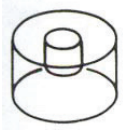
Duroplastik olarak bilinen katılaşmış epoksiler, orta sıcaklıkta yapılarını muhafaza etmekte ve çok sayıda numune hazırlamaya uygun gereç olarak bilinmektedir. Fiyatlarının akriliklerden yüksek olmasına karşın özelliklerinin iyi olması, genellikle vakum altında çatlak ve gözenek gibi hataların içerisine nüfuz ederek kalıplanan numuneyi koruması nedeniyle epoksilerin kullanımı her geçen gün artırmaktadır. Epoksiler koruma özelliğinden dolayı, hassas ve kırılgan, ufalanan, oksitlenmiş veya korozyona uğramış, yüzeyi hassaslaşmış numunelerin kalıplanması için çok uygundur. Gözenekli malzemelerin incelenmesinde epoksi malzemelere boya veya floresan malzeme ilavesi mümkündür. Epoksilerin akriliklerden daha iyi kenar koruması sağlamasının muhtemel sebebi; bunların kalıplanacak numuneye daha iyi yapışması ve daha düşük çekme göstermesindendir. Kenar koruması ile ilgili sıkıntı olması durumunda elektriksiz nikel kaplama yapılabilir.

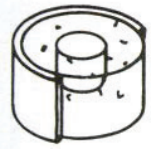
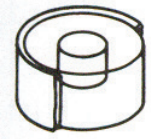
Epoksiler birbirine belirli oranlarda katılmak üzere hazırlanmış iki farklı sıvıdan oluşur. Sıvılardan birisi reçine diğeri de sertleştiricidir. Bunlar aktivatör ve katalizör olarak da bilinir. Uygun sertleşme için sertleştirici ve reçinenin belirtilen oranlarda katılması ve karıştırılması gerekir. İki sıvı birbirine katıldığında sertleştirici ve reçinenin reaksiyonlarından dolayı çok az da olsa ısı ortaya çıkar. Bunun için karıştırma kabı olarak strafor türü veya vaks kaplanmış karıştırıcılardan kaçınmalıyız. Bu malzemelerle ilgili gerekli güvenlik tedbiri alınmalı ve karıştırma işlemi çeker ocak altında yapılmalıdır. Karıştırma sırasında kalıplama malzeme içerisinde istenmeyen hava kabarcıkları kalabilir. Bu kabarcıklar daha sonraki

zımparalama ve parlatma malzemeleri ile dolar ve parlatılacak malzeme yüzeyinde çiziklere sebep olur. Bu kabarcıkları ortadan kaldırmak için vakumla boşaltma yapılabilir (Şekil 2.46).

İletken kalıplama: Elektrolitik parlatma, elektrolitik dağlama yapılacak malzemelere veya elektron mikroskobunda incelenecek numunelere iletken kalıplama yapılır. Bu kalıplama malzemeleri, elektrik akımının kolayca malzemeye akmasını sağlar. Bu maksatla kalıplama malzemesinin içerisinde iletken metal tozları kullanılır. Çoğunlukla bakır ve demir tozları termoset veya termoplastik malzeme içerisinde kullanılır. Bunların yeterli yoğunlukta sıkıştırılarak elektrik iletkenliğinin sağlanması lazımdır. Bunların yanı sıra, iletken olmayan kalıplama malzemelerinde iletkenlik gerektiğinde bakır bir telin kalıplama malzemesi içerisindeki numuneye teması ile devrenin sağlanması mümkündür. Uzun zamandır yaygın olarak kullanılan grafit veya gümüş pasta da iletkenliğin sağlanmasında kullanılmaktadır. Elektron mikroskobu için gerekli olan iletkenliği sağlama amaçlı SEM laboratuvarlarında bulunan özel kaplama cihazı ile malzeme yüzeyine altın, grafit ve platin gibi iletken malzemelerle çok ince bir film halinde kaplamak ve bu suretle iletkenliği sağlamak da mümkün olmaktadır.

Çizelge 2.5- *Soğuk kalıplama malzemelerinde tipik hatalar* [3].

Kalıplama Malzemesi	**Sebep**	***Çözüm***
Akrilik		
 *Kabarcıklaşma*	Reçine ve sertleştiricinin katılması sırasında şiddetli karıştırılması	Karıştırma daha yavaş yapılarak karışıma hava girişi engellenir
Polyester		
 *Çatlak oluşumu*	Fırında katılaştırmadan önce yetersiz hava, yüksek sertleştirme sıcaklığı, yanlış reçine-sertleştirici oranı	Havada katılaştırma süresi artırılır, fırın sıcaklığı düşürülür ve reçine-sertleştirici oranını iyi ayarlanır
 *Renklenme*	Uygun olmayan reçine-sertleştirici oranı veya oksitlenmiş reçine	Reçine-sertleştirici oranı doğru ayarlanır, reçinenin oksitlenmesi engellenir

Kalıplama Malzemesi	**Sebep**	***Çözüm***
 *Yumuşama*	Uygun olmayan reçine-sertleştirici oranı veya reçine ve sertleştiricinin yetersiz karışması	Reçine-sertleştirici oranı doğru ayarlanır veya homojen karışım sağlanır
 *Yapışkan yüzey*	Uygun olmayan reçine-sertleştirici oranı; reçine-sertleştirici iyi karışmamış	Reçine-sertleştirici oranı doğru ayarlanır, iyi karışım sağlanır
Epoksi		
 *Çatlamalar*	Fırında katılaştırmadan önce havada yetersiz katılaştırma veya yanlış reçine-sertleştirici oranı	Havada katılaştırma süresi uzatılır, fırın sıcaklığı düşürülür ve reçine-sertleştirici oranını iyi ayarlanır
 *Baloncuklaşma*	Reçine ve sertleştiricinin katılması sırasında şiddetli karıştırma	Karıştırma daha yavaş yapılır ve karışıma hava girişi engellenir
 *Renklenme*	Reçine-sertleştirici oranı yanlış veya sertleştirici oksitlenmiş	Reçine-sertleştirici oranı doğru ayarlanır veya reçine ve sertleştiricinin oksitlenmesini engellenir
 *Yumuşak Kalıplama*	Reçine-sertleştirici oranı yanlış veya reçine-sertleştirici iyi karışmamış	Reçine-sertleştirici oranı doğru ayarlanır veya iyi karışım sağlanır

PRATİK BİLGİ

- Epoksi, reçineler arasında numuneye fiziksel olarak en iyi yapışan kalıplama malzemesidir. Viskozitesi düşükse, epoksi gözenek ve çatlaklara vakum emdirme ile girer. Akrilikler çok viskozdur ve vakum emdirme için kaynatılması gerekir.
- Kompozit malzemeler sıcak basınçlı kalıplama sırasında hasara uğrayabilir. Bunların düşük sıcaklıkta katılaşan reçinelerle soğuk kalıplanması tavsiye edilir.
- Sertliği yüksek malzemelerin kalıplanmasında epoksi reçineler tercih edilmelidir.

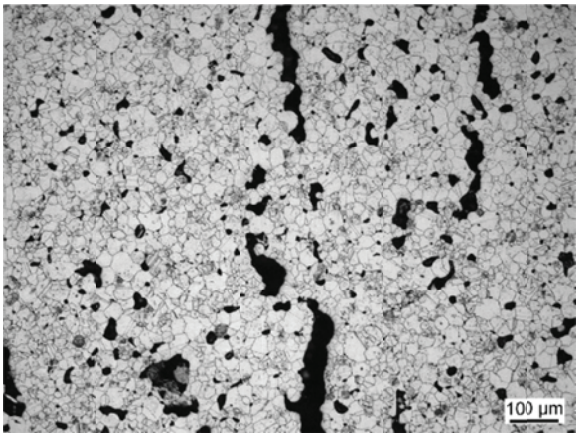
Vakumla Boşaltma Metodu

Gözenekli, kırılgan ve kolayca ufalanan hassas numunelerin epoksi reçine ile kalıplanması sırasında yapılır. Gözenek, çatlak ve benzeri yerlerdeki hava, vakumla boşaltılır ve buralar epoksi reçine ile doldurulur. Böylece kırılgan ve hassas malzemenin iyi bir şekilde bağlanması sağlanarak daha sonraki işlemlerde zarar görmesi engellenir. Aksi taktirde hassas numunelerde ayrılma ve kırılmalar görülebilir. Gözenekli yapının reçine ile doldurulması, daha sonraki işlemler sırasında malzemenin korunmasını sağlar ve gözeneğin büyümesi engellenir. Değilse parlatma sırasında gözenekler büyür, kenarları yuvarlanır ve bazı gözeneklerde çökmeler olur. Açık gözenekler veya çatlaklar, parlatma veya dağlama sırasında kullanılan sıvıların numune içerisine girmesine, gözenek ve çatlakların büyümesine, leke oluşmasına ve yapının bozulmasına neden olur.

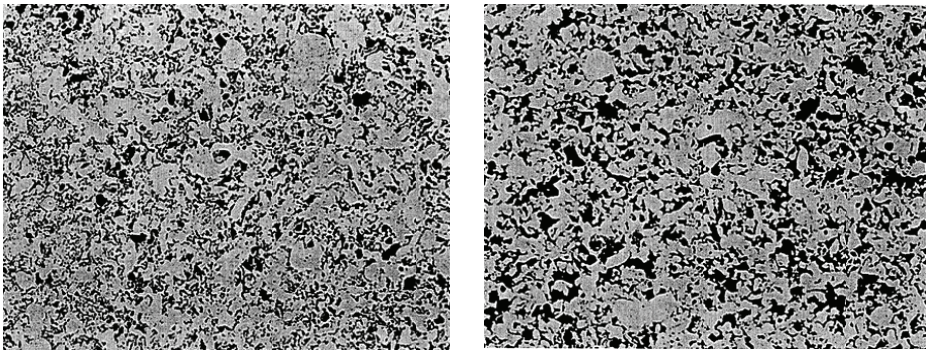
Gözenek doldurma işlemi genelde yapısında gözenek ve çatlak ihtiva eden TM malzemeler, kok kömürü, seramik, mineral ve korozyon deneyine tabi tutulacak malzemelere uygulanır. Vakum pompasına bir rutubet tutucu ilave edilmelidir. Şekil 2.46'da vakumla boşaltma aparatı örnekleri görülmektedir. Epoksinin kalıba vakum altında dökülmesi ile daha iyi sonuç elde edilir. Daha sonra numune kalıp içerisinde vakum odacığına yerleştirilir. Epoksi kalıba döküldükten sonra vakum desikatörüne yerleştirilerek malzemenin havasının çekilmesi de mümkündür. Bu işlem yaklaşık 10 dakika sürer. Şekil 2.47'de lazer sinterleme ile üretilmiş gözenekli TM malzemesinin yapısı görülmektedir. Bu tür gözenekli malzemelerin metalografik hazırlığı gözenek doldurma işlemi olmadığı durumda zordur ve özellikle gözenek ve çatlakların bulunduğu bölgelerde meneviş renklerinin ortaya çıktığı lekelenmeler olmaktadır. Şekil 2.48'de sinterlenmiş bronz yatak TM malzemelerin metalografik hazırlanması sırasında plastik emdirmeli ve emdirmesiz yapıların gözenek morfolojisi ve fraksiyon alanı üzerindeki etkisini gösteren örnekler verilmiştir.



Şekil 2.46- *Gözenekli malzemeleri vakumla boşatma aparat örnekleri [11, 23].*



Şekil 2.47- *TM malzemelerden lazer sinterleme yöntemi ile üretilen gözenek doldurma işlemine uygun yapı [6].*



Şekil 2.48- *Plastik emdirmenin, gözenekliliğin morfolojisi ve fraksiyon alanı üzerindeki tesirini gösteren örnekler (bronz yatak-yoğunluk 6.4 g/cm^3). Emdirmesiz (solda) ve emdirmeli yapı (sağda) orjinali, 140X [24].*

Numune İşaretleme ve Saklama

Metalografik numuneler çoğu zaman hazırlandıktan hemen sonra incelemeye tabii tutulur. Ancak bazı durumlarda daha sonra, hatta haftalar veya aylar sonra tekrar incelenmesine ihtiyaç duyulabilir. Bazen birbirine benzer onlarca numune aynı anda hazırlanır ve bunların birbirine karıştırılmaması gerekir. Bu gibi durumlarda numunenin kolayca tanımlanacak şekilde işaretlenmesi ve saklanması gerekir. Bu işaretleme mümkün olduğu ölçüde kısa ve anlaşılır olmalıdır. Bu bilgiler genelde bakalite alınmış numunenin arkasına yazılır. Bazen numuneye numara ve tarih yazılır ve başka bir yere detaylı şekilde not edilerek saklanır. Şekil 2.49 ve Şekil 2.50'de kodlanmış numune örnekleri verilmiştir. Sıcak basınçlı kalıplama malzemeleri genelde sert uçlu ve titreşimli aşındırıcı kalemle (Şekil 2.51) işaretlenir veya kodlanır. Soğuk kalıplama numunelerinde uygun olanlarda titreşimli kalem kullanılacağı gibi, numuneyi tanımlayacak bir etiket, kalıplama malzemesi sıvı haldeyken numunenin arkasına yerleştirilerek ve üzerine birkaç damla kalıplama malzemesi dökülerek de yapılabilir. Katılaşma tamamlandıktan sonra, şeffaf kalıplama malzemesi üzerinde yazı rahatlıkla okunabilir (Şekil 2.50).

Numuneler hazırlanması veya saklanması sırasında yüzeyde oluşacak oksit filmine karşı genellikle desikatör içerisinde saklanırlar. Desikatörün alt kısmına nem tutucu (silika jel) konularak numunenin oksitlenmesi önlenmeye çalışılır. Çok çeşitli desikatörler mevcuttur. Bunların vakumlanabilenleri hassas numuneler için tercih edilir. Diğer taraftan çok sayıda numuneyi aynı anda saklayabilecek büyüklükte metal saklama kabinleri de mevcuttur. Bunlarla ilgili geniş bilgi Bu bölümde "*Numune Saklama*" başlığı ile verilmiştir.



Şekil 2.49- *Titreşimli yazıcı ile arkası 'ODM 751 200d-1100 23/2/92' yazılmış bakalite alınmış numune. Burada ODM 751 Fe esaslı süperalaşımın 200 gün 1100°C'de tutulduğunu göstermektedir.*



Şekil 2.50- *Soğuk kalıplanmış ve arkasında bilgilerin yazılı olduğu numune. Burada 'MA 956 Cold-Roll As-Rec' yazmaktadır. MA 956 soğuk haddelenmiş numunenin geldiği şekilde işlemsiz olduğunu göstermektedir.*



Şekil 2. 51- *Özellikle bakalite alınmış malzemelerin arka kısımlarına tanımlayıcı bilgi yazmak amacıyla kullanılan titreşimli yazıcı.*

ZIMPARALAMA

Kalıplama yapılmış veya yapılmamış, uygun büyüklükte kesilmiş numunelere önce kaba zımparalama yapılır. Bu işlem ya döner disk ile 40-150'lik zımparalarla veya düzgün bir zemin üzerine (kalın bir cam olabilir) yerleştirilen aşındırıcıya numune sürülerek veya yan yana dizilmiş bir seri halde bant tipi zımparalarla yapılır. Elle yapılan zımparalama işleminde kalıplanmış numunenin zımpara ile temas eden kenarlarına ve özellikle de elle tutulan arka kısmına pah kırılarak zımparalama işlemine başlanmalıdır. Kalıplama yapılmayan malzemelerde de özellikle kenar kısımları incelenmeyecekse zımpara kâğıdının zarar görmemesi için buralara pah kırılmalıdır.

Şekil 2.52'de kaba zımparadan inceye doğru elle yapılan zımparalama için hazırlanmış bant tipi zımparalama aparatı görülmektedir. Şekil 2.53'te de birçok metalografi laboratuvarında bulunan döner disk şeklindeki yarı otomatik zımparalama cihazı görülmektedir. Elle yapılan zımparalama işleminde parmaklar yardımı ile numune zımparalama kâğıdı üzerinde sabit olarak tutulur. Daha dengeli ve kontrollü zımparalama için parmakların zımparalama kâğıdına yakın olması gerekir. Döner disk üzerinde zımparalama yapılırken numune sürekli döndürülmeden çok hafif hareketlerle sabit tutulmalıdır. Zaman zaman kısa mesafeli öne ve arkaya doğru yavaşça hareket ettirilmelidir. Böylece numune zımparalama kâğıdının hemen hemen her tarafını aynı oranda aşındıracaktır. Kullanılacak zımpara numarası, numunenin durumuna, özellikle de kesme işlemine bağlı olarak değişir. Zımparalama işlemine önce döner disk zımpara ile başlanması, ilk aşamada daha düzgün bir yüzey oluşumu için tercih edilir. Zira ilk zımparalamada elde edilemeyen düzgün yüzeyi daha sonraki zımparalama kademelerinde elde etmek zordur. Döner disk yardımıyla ile yapılan zımparalama için uygun disk hızı seçilmelidir. Bu imalatçı firma kataloğunda belirtiliyor olmakla beraber genelde 300 devir/dakika tavsiye edilir.

PRATİK BİLGİ

- Zımparalama sırasında numuneye dengesiz bastırma bir tarafı daha fazla aşındıracağından, numunenin yüzey paralelliğini bozacaktır. Zımparalama sırasında dengeli bastırma çok önemlidir.
- Zımparalama yapılırken numune yavaş hareketlerle zımpara kâğıdında hareket ettirilerek zımpara kâğıdının her tarafının aynı oranda aşınması sağlanmalıdır.
- Zımparalama ve parlatma hızı yavaş olduğunda, numuneyi diskin dönme yönüne zıt yönde hareket ettirmek, değişik kesme yüzeyleri ile numunenin temasını sağlayacağından daha hızlı aşınma gerçekleşecektir.



***Şekil 2.52**. Bant tipi zımparalama cihazı ve aşınmış zımpara kağıtlarının değişimine imkan veren düzenek [25].*



***Şekil 2.53**- Çift diskli döner zımparalama cihazı.*

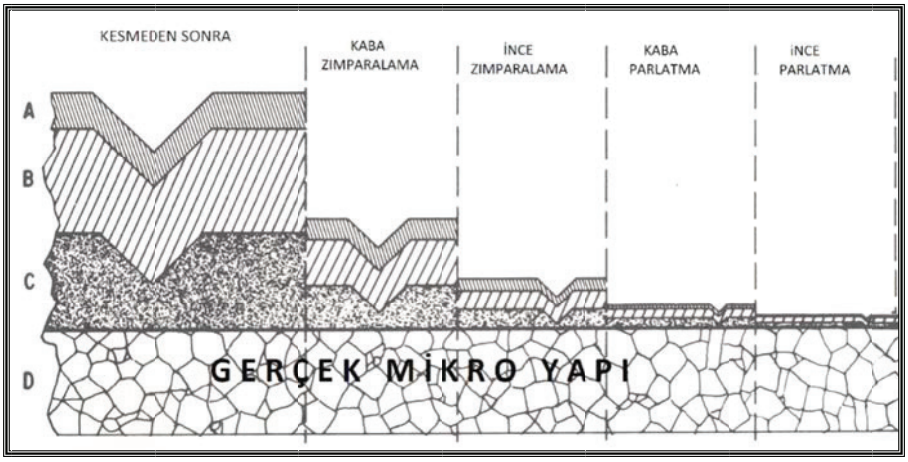
Kaba zımparalama, kesilmiş malzeme yüzeyini düzeltme ve daha sonraki ince zımparalama ve parlatma işlemleri için bir basamak teşkil eder. Kaba zımparalama 120-220#'lik zımparalarla düzgün yüzey elde edilinceye kadar yapılır. Bunu takip eden ince zımparalama ile bu aşama malzeme hazırlamanın en önemli safhalarından biridir. Çünkü daha önce malzeme hazırlama sırasında meydana gelen deformasyon veya yüksek sıcaklıktan dolayı yüzeye yakın

bölgelerde değişen içyapı, bu safhada zımparalanarak yok edilebilir. Fakat kesme, taşlama veya zımparalamadan dolayı meydana gelen yoğun değişiklikleri parlatma ile düzeltmek mümkün olmayabilir. Kesme sırasında yüksek sıcaklıktan dolayı oluşan bozulmuş bölgeleri yüzeyden uzaklaştırmak oldukça zordur. Bu nedenle bu işlemler büyük bir titizlikle yapılmalıdır. Bunun için kaba zımparadan başlanarak (120-220 # gibi), ince zımparalarla devam edilir. İnce zımpara olarak 320, 400, 600 ve 1200#'lik zımparalar kullanılır. Standart metalografik işlemlerde gerekli olmasa da demir dışı metallerin hazırlığı gibi bazı özel durumlarda çok ince 2400 #'lik veya 4000 #'lik zımparalar da kullanılmaktadır.

Kesme sırasında meydana gelen deformasyon veya ısıl işlemden kaynaklanan bozulmuş bölge kaba zımpara ile azaltılsa da, kaba zımparalama sırasında da malzeme yüzeyinde yeni hasarlar meydana gelir. Bu hasarlar daha sonra yapılan ince zımparalama ile hafifletilir. Normal metalografik hazırlık sırasında en ince zımparalamadan sonra sadece en son zımparadan kaynaklanan yüzey hasarları kalır. Kesme sırasında malzemede önemli ölçüde bozulma meydana gelmesi durumunda bunun zımpara ile düzeltmesi yerine malzemenin uygun bir kesici ile yeniden kesilmesi daha doğru olacaktır. Şekil 2.54'te numunenin kesme, zımparalama ve parlatma aşamalarında yüzeyde meydana gelen deformasyon derinliği şematik olarak verilmiştir. Kaba ve ince zımparalama ile daha sonraki yapılacak parlatma işlemleri ile yapıdaki deformasyon bölgesi ve bozulmuş tane yapısı en aza indirilir. Son parlatma aşamasında şekilde de görüldüğü üzere çok az miktarda kalan deformasyonlu bölge, daha sonraki dağlama ile ortadan kaldırılır ve incelenmek istenilen gerçek mikro yapıya ulaşılır.

Metalografi laboratuvarlarında yaygın olarak kullanılan aşındırıcı disk ile kesme yapıldığında malzeme yüzeyinde daha az hasar meydana geleceğinden, bu şekilde kesilen malzemelerin zımparalama işlemine daha ince zımpara ile (220-320#'lik) başlanabilir. Tel testere veya tel elektro erozyon ile yapılan kesimlerden sonra daha az deforme edilmiş bölge oluşacağından bu durumda daha da ince zımparalarla (320-400 #'lik) başlanabilir.

Elle yapılan zımparalamada bir zımparadan diğerine geçerken numune 90 derece döndürülür. Bu işlem ile numunede oluşan gerilmelerin düzenli dağılımı sağlandığı gibi, yüzeyde oluşan zımparalama izlerden yararlanarak bir sonraki zımparaya geçilip geçilmeyeceği konusunda karar verilebilir. Elle yapılan zımparalamada bir önceki zımpara izleri kaybolmadan diğerine geçilmemelidir. Döner disklerle yapılan zımparalamada ise mümkün olduğunca hep aynı yönde zımparalama işleminden kaçınılmalıdır.



***Şekil* 2.54-** *Numune hazırlama sırasında kesme, zımparalama ve parlatma aşamalarında malzeme yüzeyinde meydana gelen deformasyon derinliğinin şematik gösterimi. Her bir zımparalama aşamasında daha önce oluşmuş olan hasar bir miktar giderilir [22].*

Büyük çaplı veya çap ile mukayese edildiğinde yüksekliği fazla olan numunelerin elle zımparalanması ve parlatılması oldukça zordur. Bu nedenle kalıplama yüksekliği 15-20 mm'den fazla olmamalıdır. Otomatik zımparalama sırasında rastgele çizikler oluşur. Bunları ortadan kaldırmak için uzun süreli zımparalamaya ihtiyaç duyulur. Ancak bu süre her bir zımparalama adımı için genelde 2 dakikayı geçmez. Normal şartlarda zımparalama süresi 10-30 saniye kadardır. Numune sertliği arttıkça zımparalama kâğıdını kısa sürede aşındıracağı, aşınmış zımpara kâğıdının da malzemede hasara neden olacağı bilinmelidir. İyi zımparalanmış bir yüzey parlak görünüm yerine daha mat bir görüntü sergiler.

Zımparalama sırasında yüksek sıcaklıktan dolayı malzeme yapısının bozulmaması için soğutucu kullanılması gerekmektedir. Soğutucu olarak en çok su kullanılmakla beraber kerosen (bir çeşit gaz yağı) veya diğer uygun soğutucular da kullanılmaktadır. Soğutucu kullanmanın bir avantajı da aşındırıcı ve malzeme yüzeyinden kopan parçaları yüzeyden uzaklaştırmak ve zımpara ömrünü artırmaktır. Yüzeyden kopan ve uzaklaştırılmayan parçacıklar numunede derin ve gelişigüzel çizikler oluşmasına sebep olur. Bazı durumda soğutucu olarak su kullanılması istenmez. Buna örnek olarak alüminyum nitrür (AlN) partikülleri içeren çelik malzemedir. AlN partikülleri suda çözündüklerinden bunu engellemek için soğutma sıvısı olarak ispirto veya gaz yağı kullanılır. Gri dökme demir, sünek dökme demir ve temper dökme demir malzemelerin zımparalanmasının son iki kademesinde de grafit parçacıklarının sökülmesine neden olduğu gerekçesiyle zımparalama sırasında su kullanılmaması tavsiye edilir.

Zımparalama yapılırken dikkat edilecek hususların başında zımparaya uygulanacak kuvvetin şiddeti gelir. Düşük baskı kuvveti, yeterli aşındırma

yapmadan malzemenin ısınmasına sebep olurken, aşırı baskı kuvveti, aşındırıcı tanelerin malzemeye fazla batmasına ve derin çiziklere sebep olur. Uygun basınç kullanıldığında düzgün ve parlak numune yüzeyi elde edilir. Bir zımparadan diğerine geçerken numunenin iyice yıkanması gereklidir. Yıkama işleminde su yaygın olarak kullanılsa da bazı özel durumlarda sıvı sabun ve deterjan da kullanılabilir. Daha sonra malzeme su ile durulanıp, alkolle temizlenerek sıcak hava üfleyen bir kurutucu ile kurutulur. Yeni zımpara kullanımı malzemede oluşacak hasarı en aza indirirken, aşınmış zımparalar metal aşınma oranının azalmasına ve işlemin uzamasına sebep olur. Numune yüzeyinde su damlacıklarının kalması durumunda o bölgelerin hızla korozyona uğraması kaçınılmazdır. Fakat çok derin olmadığı ve parlatma ile giderilebildiği için çok önemli görülmez.

PRATİK BİLGİ

- Metalografik numunelerin kurutulmasında sıcak hava üfleyiciler idealdir. Bunun için ön tarafında numune konulan çelik bir ızgara bulunan metalografi laboratuvarları için özel olarak geliştirilmiş kurutucular kullanılabileceği gibi, saç kurutma makinalari da kullanılabilir. Bunların güçlü olanları gözenek, çatlak, numune ile kalıplama malzemesi arasında veya diğer boşluklar içerisinde kalan sıvıların dışarı çıkmasını sağlar. Sıcak hava kurutma işlemini hızlandırır.
- Kurutma işleminden hemen önce numuneyi etil veya metil alkol ile yıkamak kurutma işlemini önemli ölçüde hızlandıracağından korozyon oluşumunu da engelleyecektir.

Zımparalama Araçları

Aşındırıcılar genellikle parçacık büyüklüklerine göre mikron olarak veya uluslararası kabul edilmiş standartlara göre sınıflandırılır. Birçok kaynakta bu büyüklükler "*grit*" ölçüsü şeklinde verilir. "Grit" anma parçacık ölçüsünü gösterir ve # işareti ile gösterilir. Bunlar belirli boyuttaki eleklerde elenerek elek altında kalan partikülleri, diğer bir değişle elek göz açıklığını ifade eder. Elek göz açıklığı da "grit" olarak verilir. Metalografide kullanılan standart grit ölçüleri Çizelge 2.6'da verilmiştir. Amerikan Milli Standart Enstitüsü (**A**merican **N**ational **S**tandard **I**nstitute- **ANSI**) ve Kaplanmış Aşındırıcı İmalatçılar Enstitüsü (**C**oated **A**brassives **M**anufacturers **I**nstitute–**CAMI**) grit numaraları ABD'de kullanılırken, Avrupa Aşındırıcı Partikülleri Federasyonunun (**E**uropan **F**edaration of **A**brasive **P**articles-**FEPA**), belirlediği grit numaraları Avrupa'da kullanılmaktadır. Bu iki numaralamanın birbirinden çok farklı olduğu unutulmamalıdır. Çok yaygın olmasa da bazı zımparalama kağıtları grit yerine 12, 8, 5, 3 ve 1 μm gibi gerçek parçacık boyutlarını verilerek numaralandırmakta ve piyasada da o şekilde bulunmaktadır.

Çizelge 2.6- *Metalografik zımparalama için ABD ve Avrupa'da kullanılan kaba, standart ve ince grit ölçüleri [7].*

Avrupa grit No (FEPA)	U.S. grit No (ANSI/CAMI)	Yaklaşık parçacık boyutu, μm	Grit Boyutu
P-60	60	250	Kaba grit boyutu
P-80		180	
P-120	120	125	
P-180	180	75	Standart grit boyutu
P-220		63	
	240	59	
P-320		46	
	320	41	
P-500		30	
	400	26	
P-800		22	
P-1000		18	
P-1200	600	15	
P-2200	800	8	İnce grit boyutu
P-4000	1200	3	

Metalografide kullanılan aşındırıcılar serbest olarak kullanıldığı gibi özellikle zımparalama amaçlı olanlar bir kâğıt veya bez üzerine tutturularak kullanılır. Zımparalama ve parlatma işleminde aşağıdaki aşındırıcılar kullanılır. Bu aşındırıcıların hangi aşamalarda kullanıldıkları Çizelge 2.7 ve Çizelge 2.8'de verilmiştir. Bunlar; silisyum karbür (SiC), zımpara (%24-40 Fe_2O_3), alüminyum oksit (Al_2O_3), krom oksit (Cr_2O_3), magnezyum oksit (MgO), demir oksit (Fe_2O_3) ve elmas'tır. Aşındırıcılardan elmas ve alümina dışındakiler uygun bir kâğıt veya bez üzerine tutturularak kullanılır.

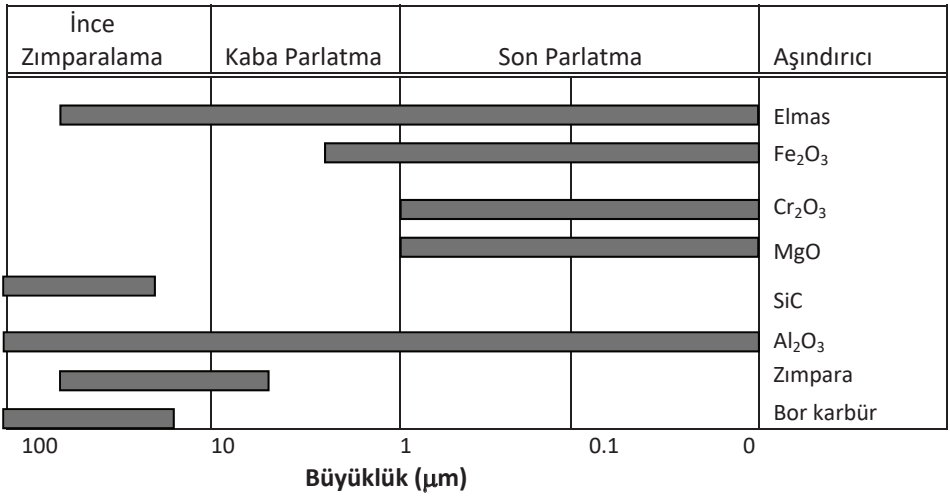
SiC çok sert bir malzemedir (Mohs ölçeğine göre 9.5). SiC tanecikleri çok köşeli ve girintili-çıkıntılı olduğundan çok iyi aşındırma özelliğine sahiptir. Ucuz olması da kullanım alanının artmasına sebep olmaktadır. SiC genelde sert malzemelerin aşındırılmasında kullanılır. Alümina da yine sert bir malzemedir ve çok iyi zımparalama özelliği gösterir, fakat SiC'ye göre daha yumuşak malzemelerin zımparalanmasında kullanılır. Zımpara genel bir ad olmasına rağmen esas itibarı ile içerisinde %24-40 Fe_2O_3 içerir. Mohs sertlik değeri 8.0'dir. Seramik gibi çok sert malzemelerin aşındırılmasında elmas ve kübik bor nitrür (CBN) gibi çok sert aşındırıcılar kullanılır. Bor karbür Mohs sertlik ölçeğinde yaklaşık 10 değerindedir.

Elmas parçacıkları hem zımparalama hem de parlatma amacıyla kullanılır. Tane büyüklüğü 280 μm'den 0.25 μm'a kadardır. Fakat metalografide genelde 10 μm'den daha ince olanlar kullanılır. Çok sert olmalarından dolayı özellikle parlatmada aşamasında veya çok sert malzemelerin zımparalanmasında tercih edilir. 6 μm'den daha kaba olanları zımparalamada; 6, 3, 1 ve 0.25 μm olanlar da parlatmada kullanılır. Seramikler, sertleştirilmiş çelikler ve dökme demir gibi çok

sert malzemelerin zımparalanmasında metal bir zımparalama diski üzerine yapıştırılmış elmas parçacıkları kullanılır (Şekil 2.55). Bunlar özellikle takım çeliği gibi sert numunede çok güzel kenar koruması sağlar. Bu disklerin bazıları manyetiktir ve kolay değiştirilir ince zımparalama ve parlatmada kullanılır.

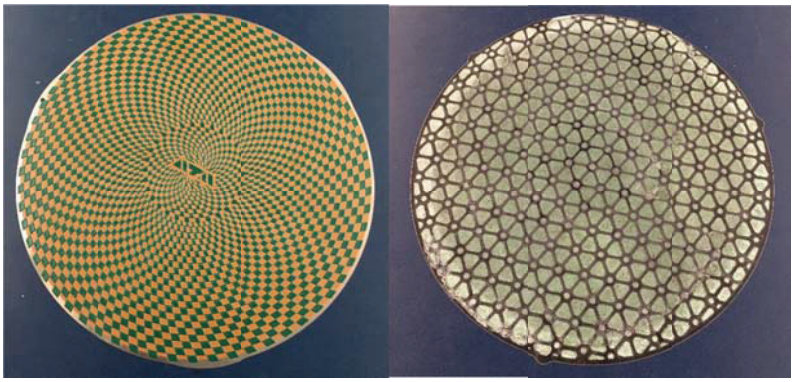
Epoksi esaslı ve kenar koruma amaçlı alümina parçacık takviyeli kalıplama malzemelerinin zımparalanmasında SiC zımparalama gereçleri yeterli olmamakta ve elmas diskler tercih edilmektedir. Yumuşak malzemeler için MgO idealdir. Cr_2O_3 parçacıkları özellikle dökme demir malzemelerin aşındırılmasında kullanılır. Tane iriliği 0.05 μm'ye kadar olabilmektedir. Çizelge 2.7'de aşındırıcı olarak kullanılan malzemeler, büyüklükleri ve kullanım alanları, Çizelge 2.8'de ise kaba ve ince parlatma malzemeleri ile bunların hangi soğutma sıvıları ile kullanılmalarının uygun olacağı verilmiştir. Şekil 2.56'de kesme işleminden sonra eğeleme, zımparalama ve parlatma işlemlerine tabi tutulan Fe esaslı malzemenin optik mikroskopta çekilen yüzey görüntüleri verilmiştir.

Çizelge 2.7- *Zımparalama işleminde aşındırıcıların kullanım aşamaları [26].*

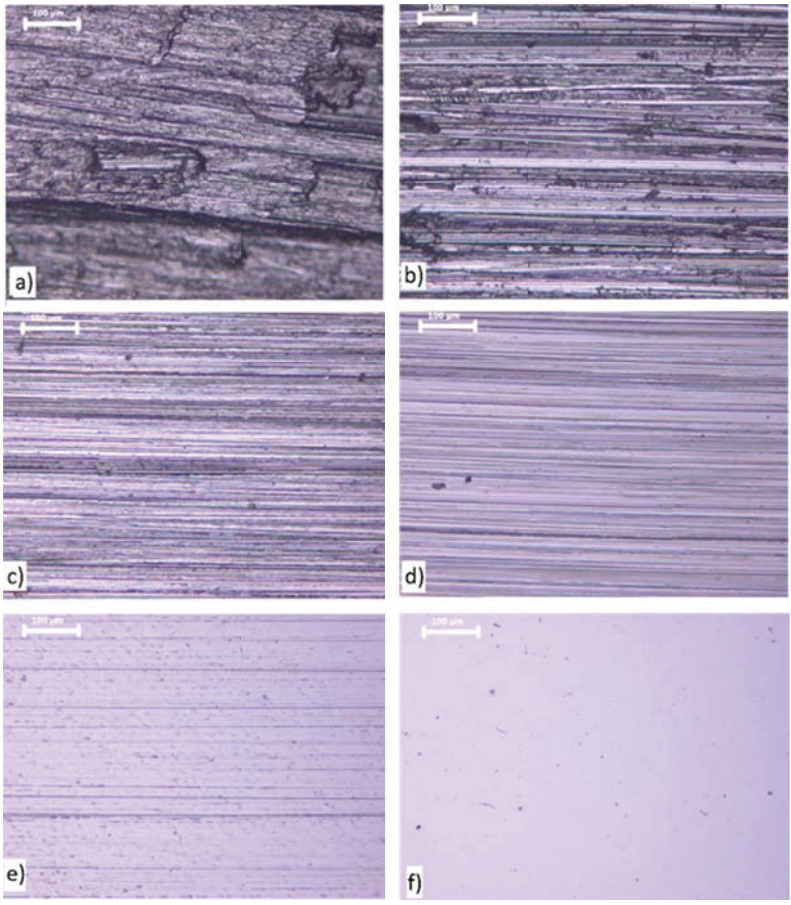


Çizelge 2.8-. *Zımparalama işlemleri ve kullanılan soğutucu sıvıları*

İşlem	**Aşındırıcı (#)**	**Soğutucu**
İnce zımparalama	SiC 240	Su
	SiC 320	Su
	SiC 400	Su
	SiC 600	Su
	SiC 1200	Su
Kaba parlatma	Elmas pasta (15-6 μm)	Suda çözünür yağ
İnce parlatma	γ-Al_2O_3, elmas pasta (3-1-0,25-0,05 μm)	Damıtık su



Şekil 2.55- *Elmas parçacıkları yapıştırılmış zımparalama ve parlatma diskleri.*



Şekil 2.56- *Kesme işleminden sonra, dağlama öncesi eğeleme, zımparalama ve parlatma işlemlerinden geçirilen numune yüzeylerinin optik mikroskop görüntüleri. (a) Eğelenmiş, (b), (c), (d) ve (e) sırasıyla 80 #, 220 #, 500 # ve 1200 #'lik zımparalarla zımparalanmış, (f) ise 3 μm elmas süspansiyon ile parlatılmış, X100.*

PRATİK BİLGİ

- Gözenek ve çatlak içeren numuneler zımparalama veya parlatma öncesi epoksi ile doldurulmadığında boşluklara dolan kalıntı ve sıvılar daha sonraki inceleme aşamalarda yüzeye çıkarak problem yaratabilir. Bu problem özellikle SEM gibi vakum altında çalışan ortamlarda daha fazla karşımıza çıkar.
- Uzun süreli ultrasonik temizleyicide tutmak bazı yumuşak ve hassas malzemelerde hasara neden olabilir. Sert malzemelerde maksimum beş dakika, yumuşak malzemelerde 30-120 saniye yeterlidir.
- Yumuşak malzemelerin zımparalanması sırasında aşındırıcı partiküllerin numuneye batması yaygın karşılaşılan bir problemdir. Bu problemi ortadan kaldırmak için SiC aşındırıcı partiküller zımparalamadan önce vaks ile kaplanır. Mum vaksı parafinden daha etkilidir. Kaplamanın fazla olması durumunda zımparalama hızı yavaş olacaktır.
- Zımparalama ve parlatma hızı yavaş olduğunda numuneyi dönen diske ters yönde hareket etttirmek değişik kesme yüzeyleri ile numunenin temasına neden olacağından daha hızlı ve etkili aşınma sağlayacaktır.
- Bazen kaba aşındırıcılar kullanılır. Fakat önemli ölçüde tanelerin sökülmesine sebep olabileceği için tavsiye edilen, kaba partiküllerin en ince olanlarının seçilmesidir.
- Kompozit malzemeleri hızlı bir şekilde zımparalama ve parlatma yerine daha ince zımparalama ve parlatma partikülleri ile daha uzun sürede zımparalamak veya parlatmak daha doğru olur.
- Elle yapılan zımparalama işleminden sonra numune yüzeyi paralel çizgilerden oluşan mat bir görüntü verir. Otomatik zımparalama ise yine yüzey mat, ancak çizgiler gelişigüzeldir.
- Dikdörtgen ve yumuşak numunelerin uzun ekseni inceldiğinde, elle zımparalamada en son zımparalama çizgileri uzun eksene paralel olacak şekilde yapılmalıdır. Döner disk yardımı ile zımparalandığında da uzun eksen diskin dönen yüzeyine paralel olacak şekilde zımparalanmalıdır. Bu şekilde malzemede oluşabilecek sıvanma problemi ortadan kaldırılacaktır.
- Zımparalama süresi için genelde çizgilerin düzgün hal aldığı bir sürenin (örneğin 10 s) iki katı bir süre daha zımparalama yapılarak (20 s) önceki işlemlerden kaynaklanan deformasyon giderilmeye çalışılır.
- Numune bir zımparadan diğereine geçerken yıkanır ve genelde 90 derece açı ile döndürülür. Bir önceki zımpara izlerinin gidedilmesi bir sonraki zımparaya geçilebileceğini gösterir.

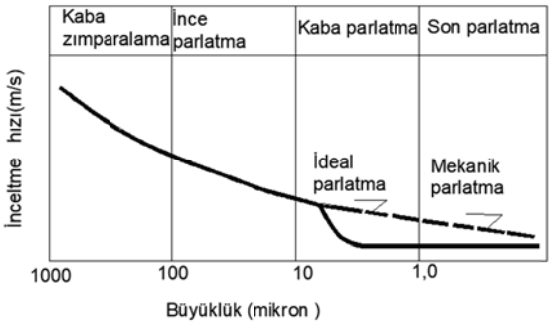
PARLATMA

Parlatma, malzeme yüzeyini hazırlamada dağlamadan önceki son basamak olup, düzgün yüzeyli, çizik içermeyen ve ayna görünümü sağlamak için yapılan bir işlemdir. Bazı durumlarda incelenmesi istenilen fazın üzerinde olmamak kaydıyla birkaç adet çiziğe müsaade edilir. Numune yüzeyinin bu şekilde düzgün hazırlanması, daha sonraki metalografik incelemelerde doğru değerlendirmelere yardımcı olur. İyi hazırlanmamış bir yüzeyde numunede yanlış yorumlamalara sebep olabilecek çeşitli problemler ortaya çıkar. Bunlar; metal oyukları, inklüzyonların sökülüp atılması, sıvanma, fazlar arası yükseklik farkı ve yüzey lekesi gibi hatalardır. Parlatmaya geçmeden önce numunedeki zımparalamadan dolayı oluşan kir ve kalıntılar giderilmelidir. Özellikle mekanik kalıplama yapılan parçaların arasındaki boşluklarda biriken kalıntılar daha sonraki işlemler sırasında çiziklere yol açmaktadır. Böyle bir durumda parlatmaya geçmeden önce numune bir beher veya uygun cam kabın içeresindeki alkolle yaklaşık bir dakika süreyle ultrasonik temizleyicide temizlenmeli, alkolle durulanıp kurutulmalıdır.

Parlatma, genel olarak dönen bir disk üzerine yerleştirilmiş özel bir sentetik tekstil ürününe (keçe, çuha gibi) aşındırıcı emdirilmesi ve numunenin bu yüzeye sürülerek çok hassas bir şekilde aşındırılması esasına dayanır. Kullanılan elmas parçacık boyutuna uygun yükseklikte tüyleri olan keçeler kullanılır. Kaba parlatmadan ince parlatmaya doğru bir yol izlenir. Çok değişik özellikte parlatma keçeleri mevcuttur. Bazı keçeler; hızlı parlatmada, bazıları inklüzyonlara zarar verilmemesi gerektiğinde, bazıları da iyi kenar koruma sağlama gerektiğinde kullanılır. Parlatma keçesi seçiminde dikkate alınacak en önemli özellik parlatma keçesi tüy yüksekliğidir. Uzun tüylü keçeler daha fazla ve daha büyük aşındırıcı parçacıkları içerisine alacağından daha fazla aşınmaya sebep olur ve genelde kaba parlatmada kullanılır. Kısa tüylü olanlar da ince parlatma işlemlerinde tercih edilir. Uzun tüylü olanlar numune yüzeyindeki inklüzyon ve grafitlerin sökülmesine sebep olabilir. Keçeler standart çapta ve kullanılacak disk ile uyumlu olarak temin edilir. Bazı keçeler manyetiktir ve parlatma diski üzerine kolayca yerleştirilir. Diskler standart olarak 200, 250 ve 300 mm çapındadır (8, 10, 12 inç). Elle yapılan parlatmada genelde 200 mm'lik diskler kullanılır. Genelde elmas aşındırıcı (süspansiyon veya pasta) ve keçe üreticisinin birlikte tavsiye ettiği sarfların kullanılması önerilir.

Parlatmanın belli bir hızda (X150 devir gibi) yapılması tercih edilir. İdeal inceltme hızı, Şekil 2.57'de gösterilen eğriye uymalıdır. Parlatmada bu eğriye en çok yaklaşma, elmas pasta kullanılarak gerçekleşir. Bunun dışında inceltme hızında bir düşme görülür. Döküm malzemelerin kaba ve ince parlatılmasında elmas aşındırıcıların kullanılması maksimum parlatma hızı bakımından önemlidir.

Parlatma işleminde birçok farklı aşındırıcı kullanılabilir. Bunlar içerisinde demir ve bakır alaşımları için en uygun olanı Al_2O_3, alüminyum ve magnezyum alaşımları için seryum oksittir (CeO_2). Bunlardan başka elmas pasta, Cr_2O_3, Fe_2O_3 ve MgO de çeşitli malzemelerin parlatılmasında kullanılır. Zımparaların aksine bu partiküller bir kâğıda ya da beze yapışık olarak bulunmaz ve parlatma keçesinin yüzeyine sonradan uygulanır. Aşındırıcı partiküller toz halinde, sulandırılmış çözelti içerisinde, aerosol sprey şeklinde, diş macunu kıvamında veya koloidal süspansiyon şeklinde bulunur. Çelik ve dökme demir malzemelerin parlatılmasında alümina ve silikanın yanı sıra elmas, yaygın olarak kullanılır.



***Şekil 2.57**- Parlatma eğrisi [27].*

Elektrolitik parlatma dışındaki tüm mekanik parlatma işlemlerde az da olsa malzeme yüzeyinde deforme edilmiş bir katman bulunur. Bunun büyük bir kısmı dağlama ile giderilir. Uygun şartlarda hazırlanmış bir numunede mikroskopta incelenen kısım, gerçek mikro yapıyı gösterir ve malzemeyi temsil eder. İyi hazırlanmamış numunelerde hiç beklenmeyen yapılar karşımıza çıkabilir.

Bazı özel incelemeler için numune yüzeylerinin çok iyi parlatılması gerekir. Yapıda çizik veya deforme olmuş bölge istenmez. Özellikle SEM'de EBSD[1] incelemelerinde yüzeyde mikromekanik deformasyondan kaynaklanan faz dönüşümünü, TRIP[2] çeliklerinde kalıntı östenitin martenzite dönüşümü gibi değişiklikleri önlemek için son parlatma işlemi titreşimli parlatma cihazı gibi hassas cihazlarda yapılmalıdır. Bu gibi durumlarda çok hassas parlatma işlemleri uygulanmalıdır. Örneğin; bunun için özel hazırlanmış keçeye Al_2O_3 tozları emdirilmiş vibratörler kullanılır. Numuneler titreşimden dolayı serbest olarak hareket eden kalıplar içerisine yerleştirilir. Otomatik vibrasyonla hareket eden numuneler kalıbın da ağırlığı ile parlatılır. Bu cihazlar metalografi laboratuvarında çok yaygın olarak kullanılır. Aşağıda Şekil 2.58-Şekil 2.61'da parlatma işleminde kullanılan çeşitli parlatma cihazları ve süspansiyonlar verilmiştir.

[1] *Electron backscatter diffraction- Geriden saçılan elektron kırınımı*
[2] *Transformation Induced plasticity-Dönüşüm kaynaklı plastisite*





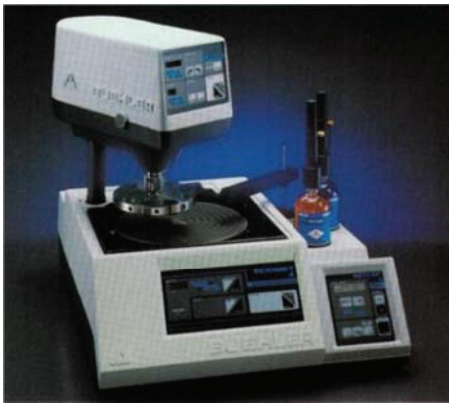
Şekil 2.58- *Çift diskli otomatik parlatma cihazı ve elmas süspansiyonlar (solda), parlatmada kullanılan yağ ve su bazlı elmaslı süspansiyonlar (sağda) [28].*

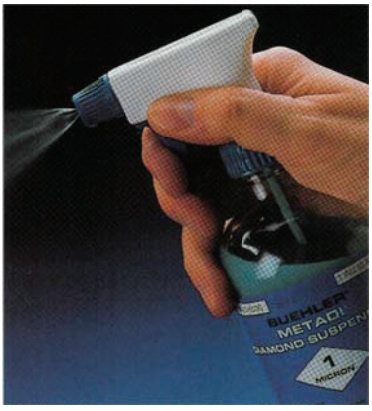


Şekil 2.59- *Otomatik parlatma cihazı.*



Şekil 2.60- *Otomatik parlatma cihazının standart numune yuvasına bakalite alınmış bir numunenin yerleştirilmesi [28].*





Şekil 2.61- *Sert malzemelerin parlatılmasında kullanılan tabla üzerinde yapıştırılmış elmas disk içeren parlatma cihazı (solda). Bu cihaz otomatik olarak elmas süspansiyonu belirli aralıklarla kendi almaktadır. Bazı parlatma cihazlarında ise süspansiyon manuel olarak numune yüzeyine uygulanmaktadır (sağda) [28].*

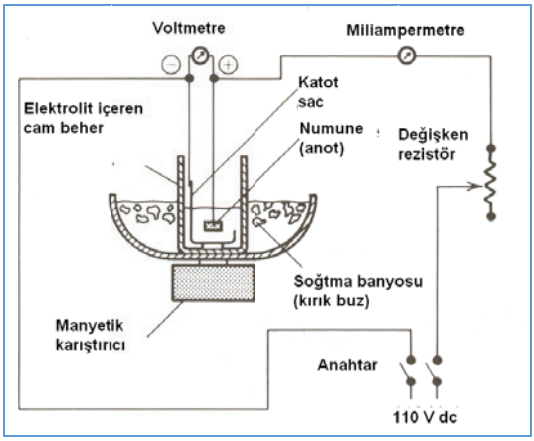
EPMA (elektron prop mikro analizi) ve benzer hassas analizleri yapılacak malzeme yüzeyinin özenle hazırlanması ve çiziklerden tamamen arındırılması çok iyi sonuç verir. "Kanallama deseni-Channelling Pattern" numunelerinde ise (SEM'de malzemelerin doğrultu ve düzlemler gibi bazı bilgileri belirlemede kullanılır) yüzeydeki çok küçük de olsa deformasyon, düzgün modeller alınmasını engellemektedir. Bu ve bunun gibi hassas uygulamalarda malzeme 0.25 μm elmas pasta emdirilmiş diskte parlatıldıktan sonra özel bir bez (mastertex bezi gibi) üzerine dökülen kolloidal silika yardımıyla 10-15 dakika (daha uzun parlatma süresi çözeltinin kristalleşmesine sebep olur) parlatılır. Bu işlemle yüzeyde kalan deforme edilmiş bölge alınır ve çizikler büyük ölçüde giderilerek istenilen malzeme yüzeyi elde edilir.

Elektrolitik Parlatma

Çok özenle hazırlanmış malzemelerin yüzeyinde çok az da olsa deforme olmuş bir tabaka bulunur. Dağlama sonrası bu tabaka minimize olur veya tamamen ortadan kalkar. Parlatıldığı şekilde analiz edilecekse ve deforme edilmiş bu tabakanın yapılacak analizi olumsuz etkiyeceği düşünülüyorsa bu durumda elektrolitik veya kimyasal parlatma metodu uygulanır. Elektrolitik parlatma metodunda incelenecek malzeme Şekil 2.62'de görülen düzenekte anot vazifesi görür ve elektron kaybeder. Şekil 2.63'te ise elektrolitik parlatma ve dağlama cihazı ve bir elektrolitik parlatma deney düzeneği gösterilmektedir.

Bu metotta parlatılması istenilen girinti ve çıkıntılı yüzey, anot olacak şekilde uygun bir elektrolitik hücre kurulursa, elektrolitik parlatma işleminin başlamasıyla kullanılan elektrolitin viskozitesinden daha yüksek viskoziteli bir elektrolitik katman yüzeyde oluşur. Buna parlatma filmi adı verilir ve bu film aracılığıyla parlatılan numune yüzeyindeki çıkıntılar tercihli olarak çözünür ve malzeme yüzeyi düzelir. Şekil 2.64'te elektrolitik olarak dağlanmış IN 725 numunede yüksek sıcaklıkta tane sınırı kaymasını en aza indiren testere dişine benzer tane tane yapısı görülmektedir.

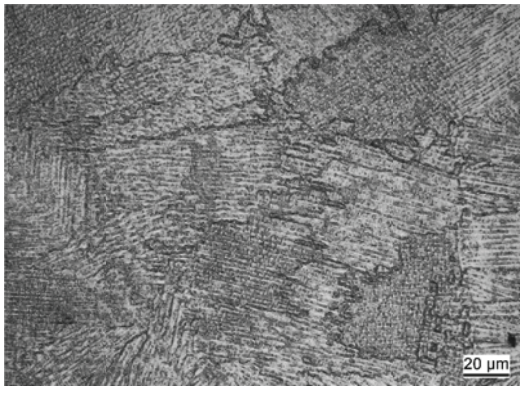
Elektrolitik parlatma, malzeme yüzeyinde herhangi bir kayda değer bozukluğa sebep olmayacağı için yumuşak, tek fazlı veya kolay çalışma sertleşmesi gösteren malzemelerin metalografik muayene için hazırlanmasında idealdir. Uygun çözelti hazırlanması, sıcaklık, zaman, voltaj ve akım yoğunluğunun sağlanması durumunda oldukça düzgün bir yüzey ve parlak bir görüntü elde edilir. Bu metodun dezavantajı ise; çok fazla alaşım elementi ve birden fazla faz içeren malzemelerde, elektriksel potansiyel farkından dolayı çözeltinin bazı fazlara fazla atak etmesi ve metal olmayan inklüzyonların da kimyasal atağa uğramasıdır. Uygun elektrot ve çalışma ortamı ile bu dezavantaj minimuma indirilir.



Şekil 2.62- *Elektrolitik parlatma ve elektrolitik dağlama düzeneğinin şematik gösterilişi [3].*



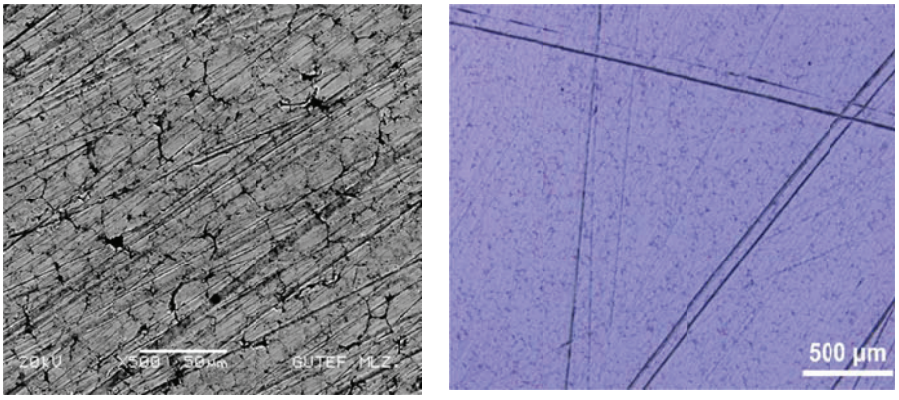
Şekil 2.63- *Elektrolitik parlatma ve dağlama cihazı (Struers Lectropol-5 solda) ve bir elektrolitik parlatma deney düzeneği (sağda).* *Gazi Üniv. Teknoloji Fakültesi, Metalografi lab.*



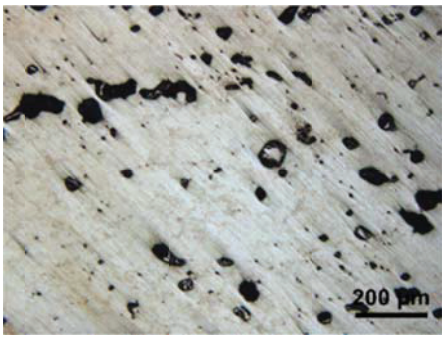
Şekil 2.64- *Elektrolitik olarak oksalik asit içeresinde dağlanmış IN 725 numunede girintili çıkıntılı tane tane yapısı.*

Parlatma Sonrası Görülen Bazı Hatalar

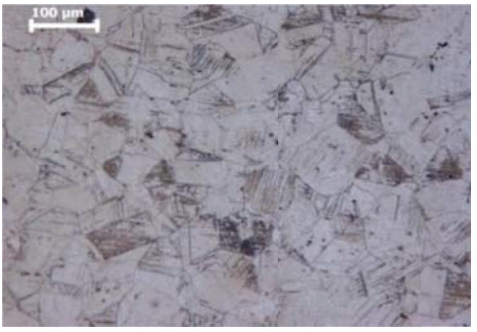
Çizikler: En çok karşılaşılan hata türüdür. Yumuşak malzemelerde daha fazla görülür. Alüminyum ve özellikle de bakır alaşımlarında çok daha fazla karşımıza çıkar. Parlatmada yeterli basınç uygulanmaması veya önceki hazırlık işleminin uygun yapılmamasından dolayı meydana gelir. Metalografik inceleme için numune hazırlamada genelde 1200'lük zımparadan sonra parlatma işlemine geçilir. 1200'lük zımpara yaklaşık 15 µm boyutunda partiküllerden oluşur. Bunların malzeme yüzeyinde meydana getirdiği çiziklerin daha sonra yapılacak olan parlatma ile giderilmesi gereklidir. Kaba parlatma işleminden kalan derin çizikler de giderilmelidir. Bir parlatma keçesinden bir diğerine geçerken numunenin iyice yıkanıp kurutulması gereklidir. Değilse kaba parlatma keçesinden numune yüzeyine yapışan parçacıklar daha ince parlatma işleminde her dönüşünde malzeme yüzeyinde yeni çizikler oluşturur. Parlatma sırasındaki çiziklerin giderilmesi için işlem süresi biraz daha uzun tutulabilir. Şekil 2.65'te kaba ve ince parlatmadan sonra yüzeyde giderilememiş çizikler görülmektedir. Şekil 2.66'de ise Alumix 231 TM numunenin parlatılması sonrası yapıda görülen parlatma çizgileri ve uygun olmayan kalıplama basıncı ve sinterlemeden dolayı oluşan yoğun gözenek yapısı görülmektedir. Şekil 2.67'de 304 paslanmaz çelikte mekanik parlatmadan dolayı oluşan kayma bantları ve parlatma ile giderilemeyen plastik deformasyon izleri, Şekil 2.68'de parlatılmış ve daha sonra deforme olmuş bakır numune yüzeyindeki kayma çizgileri görülmektedir. Şekil 2 69'da ise titanyum esaslı alaşımda yapıda daha önce oluşmuş ve parlatma ile giderilemeyen plastik deformasyon izleri görülmektedir.



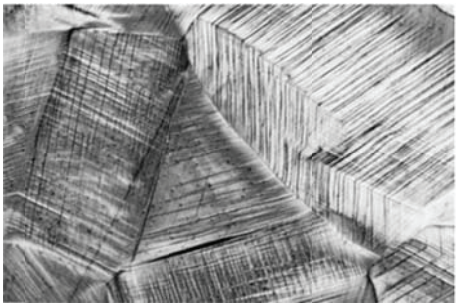
***Şekil 2.65**- Kaba parlatma sonrası yapıda yoğun olarak görülen çizikler (solda) ve AA7075 alaşımı-tikso-döküm numunede ince parlatma sonrası daha az sayıda derin çizikler (sağda) 50X.*



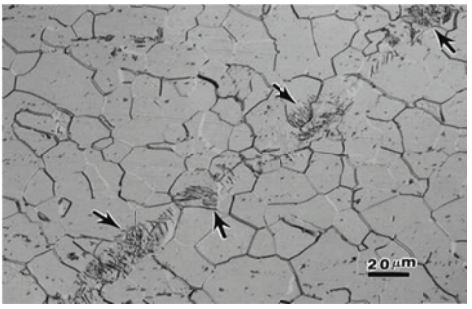
Şekil 2.66- *Alumix 231 TM malzemenin parlatma sonrası yapıda görülen parlatma çizgileri ve yoğun gözenek yapısı (siyah bölgeler).* *Prof.Dr. Yusuf Özçatalbaş'ın izni ile.*



Şekil 2.67- *304 paslanmaz çelikte mekanik parlatmadan dolayı oluşan kayma bantlarının görünümü.*



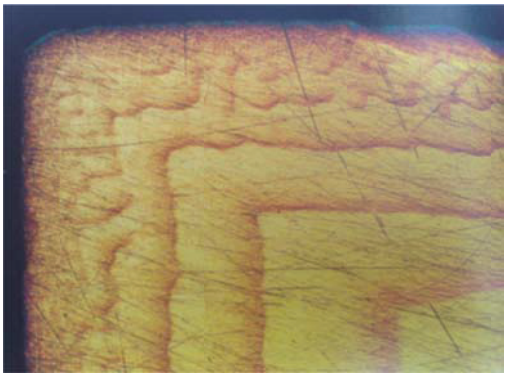
Şekil 2.68- *Parlatılmış ve daha sonra deforme olmuş Cu yüzeyindeki kayma çizgileri [29].*



Şekil 2.69- *Ti esaslı alaşımda parlatma ile giderilemeyen bir dizi şeklinde (ok ile işaretli) görülen plastik deformasyon [9].*

Sıvanma/deformasyon bantları: Özellikle yumuşak malzemelerde geniş bir alanda meydana gelen plastik deformasyon *sıvanma* olarak bilinir ve malzeme yüzeyinde dalgalanma veya bantlaşma şeklinde görülür (Şekil 2.70). Numunenin hazırlanması sırasında aşındırıcıların malzemeyi kesmesi ve ondan parçacıklar koparması yerine malzemeyi sıvayarak deforme etmesinden ve yapının bantlaşma şeklinde hareketine sebep olmasından kaynaklı bir hata türüdür. Bu tür hata kolay deforme edilebilen ve sıvanması kolay, yumuşak malzemelerde görülürken sert malzemelerde pek görülmez. Uygun olmayan aşındırıcı, yağlayıcı veya parlatma keçesi kullanımından veya bunların sadece bir kısmının uygun olmamasından dolayı aşındırıcının istenilen şekilde kesme veya aşınma yapamamasından kaynaklanır. Bu hata türü genelde yetersiz yağlama durumunda karşımıza çıkar. Sıvanma veya bantlaşmadan kaçınmak için ya yağlayıcı miktarı artırılır, ya da çok fazla esnek olmayan veya çok uzun tüylü olamayan parlatma keçeleri kullanılarak sıvanmalar kısmen giderilebilir. Aşındırıcı partiküller uzun

tüylü keçeler üzerinde düzgün kesme işlemi yapamayacağından kolaylıkla sıvanmaya sebep olur. Bu problemi ortadan kaldırmak için alınabilecek başka bir tedbir de kullanılan elmas parlatıcıların boyutunu büyütmektir. Bunların küçük olması durumunda partiküller uzun tüyler arasında kalarak yeterli kesme işlemi yapamayacağı için, malzemenin sıvanarak deforme olmasını kolaylaştıracaktır.



Şekil 2.70- *Sünek demirde numune kenarlarında görülen sıvanma örneği [23].*

Numune boşalması/fazlararası yükseklik farkı: Birden fazla faz içeren malzemelerde her bir fazın sertliği veya aşınma direnci birbirinden faklıdır. Bu farklılığın fazla olması durumunda numune hazırlığı sırasında genelde parlatmadan sonra yumuşak veya aşınma direnci düşük faz daha fazla aşınacağından, fazlar arasında yükseklik farkı görülür. Özellikle yumuşak ve daha kolay aşınan fazların bulunduğu bölgelerde malzemede görülen aşınma "*boşalma*" olarak adlandırılır. Bu durum çoğunlukla uzun süreli numune hazırlama aşamasında karşımıza çıkar. O nedenle bu gibi malzemelerde hazırlık süresi kısa tutulmalıdır. Bazı durumlarda dağlamadan iyi netice alınamadığında ve numunede yeterli yüzey hazırlığı yapılmadan yeniden dağlama yapıldığında da benzer şekilde fazlar arasında yükseklik farkı ortaya çıkar. Ayrıca parlatma keçesi de bu yükseklik farkı oluşumunda etkilidir. Çok fazla esnek olmayan parlatma keçesi kullanımı daha fazla esnek olan uzun tüylü keçelere göre daha az boşalma oluşumuma sebep olur. Şekil 2.71'de önemli ölçüde boşalma oluşmuş ve fazlar arası yükseklik farkı görülen beyaz dökme demir malzemenin yapısı görülmektedir.

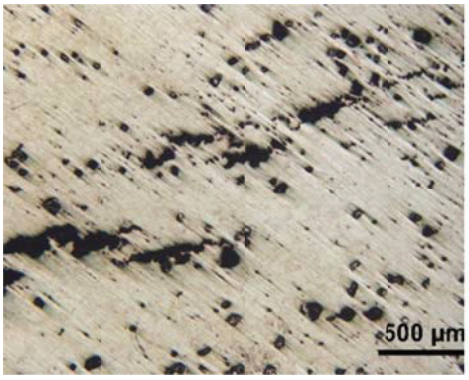


Şekil 2.71- *Beyaz dökme demirde farklı fazlarda görülen boşalma neticesinde fazlar arası yükseklik farkı [23].*

Kuyruklu yıldız şekilli hatalar: Özellikle gözenek veya inklüzyonlara bitişik olarak görülür. Parlatma sırasında numunenin disk üzerinde tek yönlü hareketi neticesinde ortaya çıkar. Partiküllerin diskin dönüş yönüne doğru oluşturduğu gölgemsi bir kuyruk şeklindeki oluşumdur. Partiküller görünüş itibari ile kuyruklu yıldıza benzediği için bu ismi almıştır. Sadece parlatma sonrası görülen bir hata türüdür. Numunenin parlatma diski üzerindeki hareketini farklı açılarda yapmak suretiyle problem giderilir. Şekil 2.72 ve Şekil 2.73'te tipik kuyruklu yıldız hataları görülmektedir.



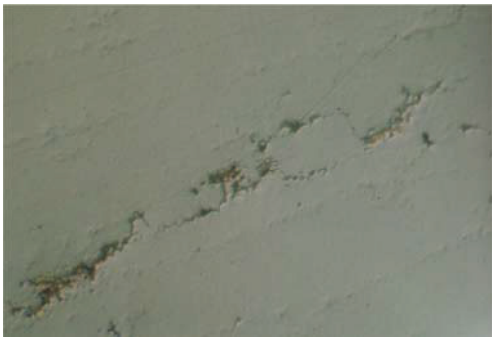
Şekil 2.72- *Parlatma sonrası inklüzyonlara bitişik görülen ve uzun süre aynı yönde parlatma neticesinde oluşan tipik kuyruklu yıldız hatası [23].*



Şekil 2.73- *Al esaslı malzemede uzun süre aynı yönde parlatmadan dolayı oluşan kuyruklu yıldız şekilli hata.* *Prof.Dr. Yusuf Özçatalbaş'ın izni ile.*

Pariküllerin yerinden sökülmesi: Zımparalama veya parlatma sırasında malzeme yüzeyinden partiküllerin bazen de tanelerin koparak ayrılmasıdır. Sert veya içerisinde inklüzyon bulunan malzemelerde görülür. Sert veya kırılgan malzemelerin plastik deformasyona uğraması zor olduğundan yüzeyden koparak küçük parçalar halinde ayrılır ve geriye boşluklar kalır. İnlizyonlar sert ve gevrek

karakterli olabilir veya matris malzemesinden farklı termal genleşme katsayısına sahip olabilir. Bu durumda matrisle iyi bağ oluşturmayan veya kırılan inklüzyonlar yüksek tüylü parlatma keçesi tarafından yerinden sökülür. Sadece inklüzyon veya partiküller değil, aynı zamanda yapıda bulunan grafitler de bu parlatma keçesi tarafından yerinden sökülerek yapıda boşluk oluşumuna sebep olur. Bu bölgeler metalografik inceleme sırasında yüzeyde koyu renkte noktalar veya boşluklar şeklinde görülür (Şekil 2.74). Bunu ortadan kaldırmak için zımparalama veya parlatma sırasında aşırı basınç uygulamaktan ve kaba aşındırıcı kullanımından kaçınılmalı, parçacıkları koparak yüzeyden ayıran uzun tüylü parlatma keçesi kullanımından vaz geçilmelidir.



Şekil 2.74- *Metal yüzeyinde partiküllerin parlatma sırasında koparak uzaklaşması ile yapıda geriye kalan boşluklu bölgenin görünümü [23].*

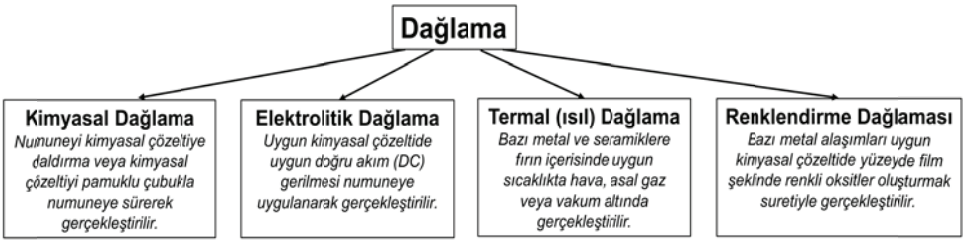
PRATİK BİLGİ

- Demir esaslı numune parlatılmış olan bir keçede, daha yumuşak olan demir dışı metaller parlatılmaz. Parlatma sırasında demir malzemeden kalan partiküller, daha sonra parlatılmakta olan yumuşak numunede çiziklere sebep olur.
- Döner diskte elle yapılan parlatma işleminin son aşamasında numuneyi parlatma diskinin dönme yönüne ters yönde hafifçe döndürerek parlatmayı sonlandırmak temiz ve parlak bir numune yüzeyi ortaya çıkmasına sebep olur.
- Alüminyum gibi yumuşak malzemelerin standart yöntemlerle parlatılması zordur. Özel durumlarda aşındırıcı titreşimli parlatıcılarda alümina toz kullanarak veya özel bir çuha üzerinde kolloidal silika ile parlatarak çizik içermeyen yüzey hazırlanabilir.
- Küçük partiküllü elmas parlatıcı kullanıldığında bu parçacıklar uzun tüylü parlatma çuhasına gömülür ve istenilen parlatma gerçekleştiremez. Daha kısa tüylü parlatma keçesi kullanmak suretiyle problem giderilir.

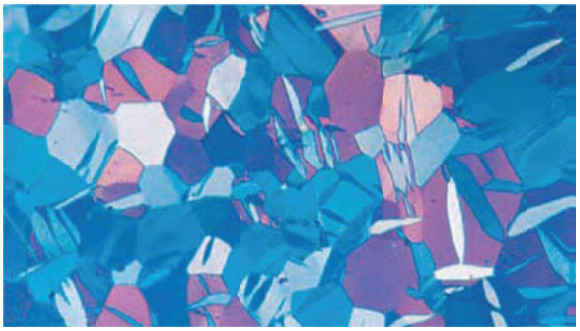
DAĞLAMA

ASTM E4'e göre "*Yapısal detayları ortaya çıkarmak amacı ile malzeme yüzeyine kontrollü ve tercihli atak*" olarak tarif edilen metalografik dağlama, kendinden önceki bütün hazırlık aşamalarında ve parlatılmış malzeme yüzeyinde görülmesi istenilen yapıların ortaya çıkmasını sağlayan bir işlemdir. Ancak uygun olmayan bir dağlayıcının kullanılması, numunenin dağlamadan önceki bütün aşamalarının ve emeklerin boşa gitmesine sebep olur. Kısacası dağlama, metalografik hazırlığın son ve önemli bir aşamasıdır. Her ne kadar dağlama ile yapıdaki birçok oluşumu görmek mümkün olsa da, numunelerin dağlama yapmadan önce parlatılan yüzeyleri mutlaka incelenmelidir. Metalik olmayan inklizyon, gözenek, çatlak, çizik ve diğer bazı hatalar dağlanmamış halde parlatılmış yüzeyde daha kolay incelenebilir. Şekil 2.75'te metalografide kullanılan bazı önemli dağlama yöntemleri şematik olarak verilmeştir.

Parlatılmış ancak dağlanmamış yüzeyde bazı demir dışı metal ve alaşımların tane yapısı ve tane sınırlarını görmek mümkündür. Hatta bazı durumlarda çeşitli malzemelerin mikro yapılarının görüntü analiz cihazı ile ölçülmesinde dağlanmamış yüzeye ihtiyaç duyulur. Çünkü dağlama ile ölçüm veya analizi zorlaştıran istenmeyen bazı detaylar ortaya çıkabilir. Özellikle inklüzyonlar, çökeltiler, nitrürler ile dökme demirdeki grafitlerin ölçümünde veya TM parçaların incelenmesi gibi birçok durumda parlatılmış yüzeyler tercih edilir. Bazı kübik yapıda olmayan berilyum, hafniyum, magnezyum, titanyum, uranyum ve zirkonyum gibi demir dışı alaşımların tane yapısı parlatılmış yüzeye polarize ışık uygulamak suretiyle görülebilir. Şekil 2.76'da soğuk çekilmiş dağlama yapılmamış parlatılmış zirkonyum malzemenin polarize ışık yardımı ile elde edilen tane yapı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 2.75- *Metalografide kullanılan bazı önemli dağlama yöntemleri*



Şekil 2.76- *Sıcak deforme edilip daha sonra soğuk çekilerek deforme edilmiş yüksek saflıktaki zirkonyumun tane yapısı ve yüzeyindeki mekanik ikizlemelerin parlatılmış (dağlanmamış) durumda polarize ışık yardımı ile görünümü. (200X) [11].*

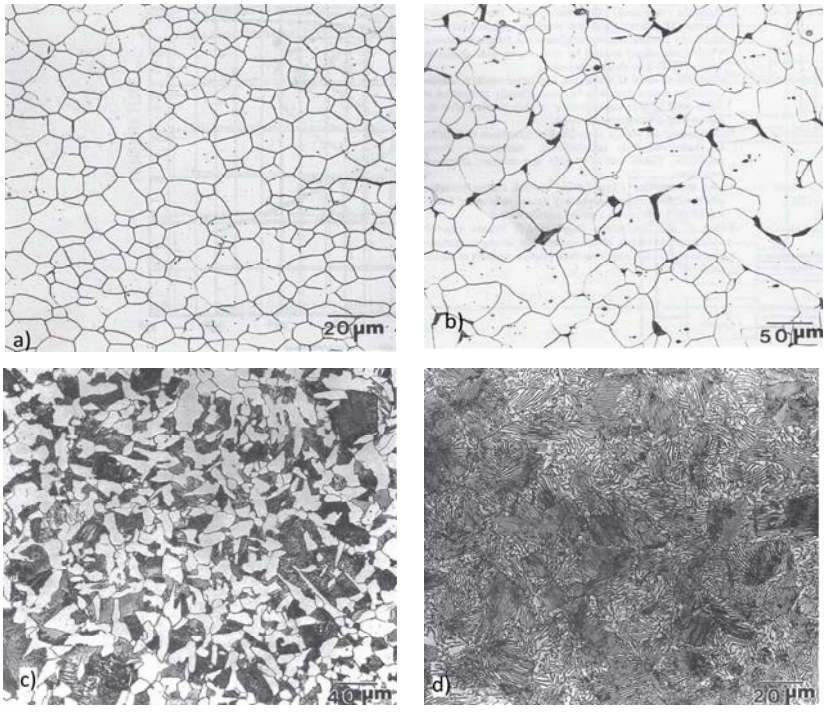
Çok fazla olmamakla birlikte parlatılmış yüzeyden yeterli bilgi alınsa da, metal ve alaşımlarının büyük çoğunluğunda mikro yapıyı görebilmek için dağlanması gerekir. Dağlama, yapılış şekli ve amacına göre çeşitli gruplara ayrılsa da, genelde uygulama biçimine bağlı olarak kimyasal ve elektriksel (elektrolitik) dağlama olmak üzere ikiye ayrılır. Ayrıca fazla kullanım alanı bulamayan vakumlu katodik dağlama ve günümüzde daha yoğun kullanılan renklendirme dağlaması da vardır.

Kimyasal dağlama, numunenin bir kimyasal çözeltiye daldırması ile veya çözelti içerisinde numuneyi çizmeyen yumuşak bir bez ya da pamuğa sürerek seçici korozyon oluşturmak suretiyle yapılır. Pamuk veya bez özellikle atmosferik ortamda yüzeyinde sağlam oksit filmi oluşturan paslanmaz çelik, alüminyum, nikel, niyobyum, süperalaşımlar ve titanyum ve alaşımlarına uygulanır.

Dağlama, numune ve çözeltinin kimyasal bileşimlerine göre değişir. Her malzeme için farklı sürelerde dağlama yapılır. Dağlama genelde birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar sürer. Ancak bunlar deneysel olarak belirlenebilir. Dağlama süresi malzemenin hazırlanışı, çözeltinin saflığı, sıcaklığı gibi birçok faktöre bağlıdır. Bazı malzemelerde çok nadir görülse de dağlama bir saatten fazla sürebilir. Süreyi kısaltmak için sıcak dağlama tercih edilir. Bu durumda da homojen olmayan dağlama meydana gelebilir. Homojen bir yapı için dağlama süresi çok önemlidir. Numune yeterli dağlanmadığı zaman, yapı tamamen ortaya çıkmazken, uzun süreli dağlamalarda malzemede kararma ve yanmalar görülür. Uygun dağlama süresi için parlatılmış olan yüzey, dağlama çözeltisine daldırıldıktan sonra sürekli kontrol edilir ve parlak yüzey yapısı matlaşmaya başladığında dağlama gerçekleşiyor demektir. Bu durumda numune çözeltiden alınır, yıkanır, kurutur ve mikroskopta incelenir. Çizelge 2.9'da Bazı Fe esaslı malzemelerin dağlanmasında kullanılan dağlayıcılar ve etkilerini gösterir pratik bilgileriler verilmiştir.

Yüksek büyütmede yapılacak inceleme için daha az dağlama gerekirken, düşük büyütmede yapılan incelemelerde daha iyi görüntü kontrastı için derin dağlama

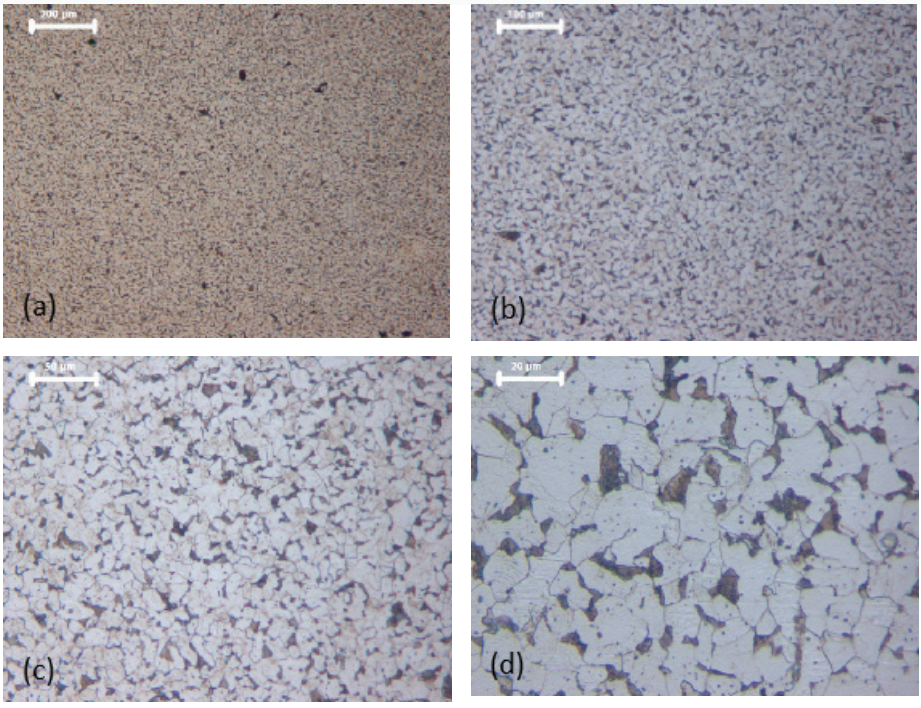
gerekir. Bazı dağlayıcılar tek bir faza etkili olup sadece o fazda renk değişimine neden olurken, bazı dağlayıcılar birden çok faza etki edebilir. Bu nedenle bir dağlayıcı inklüzyonları belirlemede kullanılırken, bir diğeri tane sınırını ortaya çıkarmada veya tane oryantasyonunu göstermede kullanılır. Bu gibi durumda bir malzeme için birden fazla dağlayıcı gerekebilir. Bu kitabın sonunda EK 1'de yaygın olarak kullanılan dağlayıcıların bileşimi ve özellikleri verilmiştir. Dağlayıcılar içerisinde en yaygın kullanılanı, tane sınırlarını ortaya çıkaranlardır. Bunlardaki problem, özellikle yapısında ikizleme bulunan malzemelerde tane sınırlarını açığa çıkarırken ikizlemelere etki etmemesidir. Şekil 2.77'de farklı oranlarda karbon içeren çeliklerin farklı dağlayıcılar ile ortaya çıkan yapıları, Şekil 2.78'de de Nital ile dağlanmış düşük karbonlu çelik malzemenin değişik büyütmelerde mikro yapıları, Şekil 2.79'da ise aynı malzemenin farklı dağlayıcılar kullanılarak ortaya çıkan yapılar verilmiştir. Şekil 2.80'de farklı dağlayıcılarla elde edilmiş kaynak metaline ait SEM görüntüleri, Şekil 2.81'de ise Ni içeren ve farklı kobalt içeriğine sahip kaynak metallerine ait farklı dağlama metodları kullanılarak elde edilen mikroyapı fotoğrafları verilmiştir.



Şekil 2.77- *Çeşitli oranlarda C içeren çeliklerin farklı dağlayıcılar ile dağlanması ile ortaya çıkan mikro yapılar. a) %0.02 C içeren çeliğin yapısı, Marshall çözeltisi. b) AISI/SAE 1010 çeliğinde ferrit (beyaz) ve perlit yapının (siyah) görünümü, %2 Nital. c) Orta karbonlu AISI/SAE 1040 çeliğinde perlit yapı ve ferrit fazı, %2 Nital. d) AISI/SAE 1095 çeliğinde perlitik matriste bazı tane sınırı sementit yapıları %4 Pikral [30].*

Çizelge 2.9- *Karbon çeliği, düşk alaşımlı çelik ve dökme demirlerin dağlanmasında yaygın kullanılan dağlayıcı etkilerini gösterir pratik bilgiler [30]*

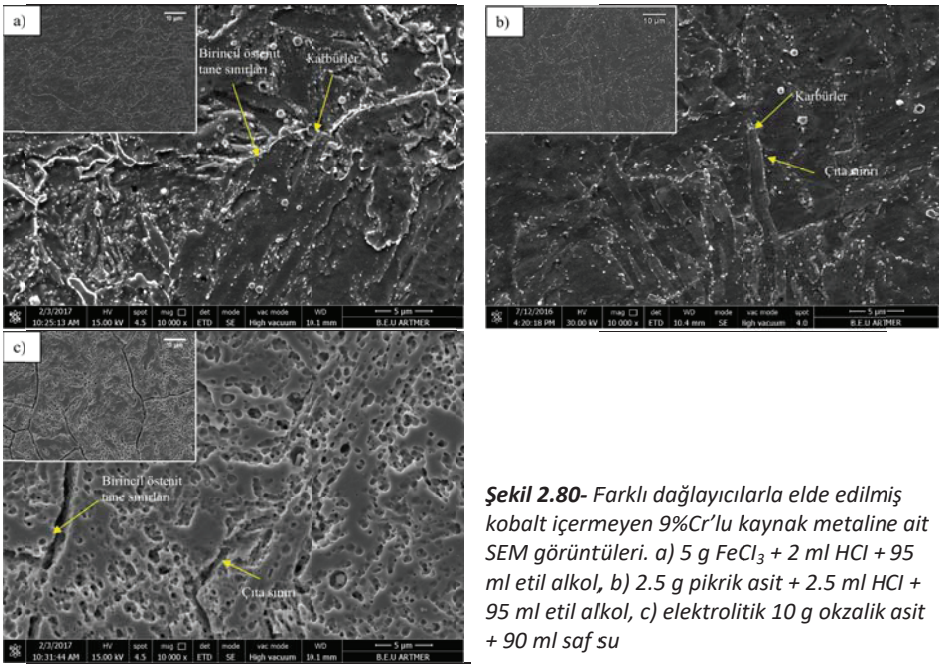
Ortaya çıkardığı yapılar	**Dağlayıcı**
Genel mikroyapı (önceden bilinmeyen)	Önce %4 Pikral daha sonra % 2 Nital
Ferrit taneleri veya tane sınırları	%2 Nital veya Marshall çözeltisi
Tane sınırı karbürleri	%4 Pikral
Karbür ağı	%4 Pikral
Ferrit taneleri ve karbürler	%4 Pikral + % 2 Nital veya Marshall çözeltisi
Perlit	%4 Pikral
Beynit	%4 Pikral
Granüler beynit (martenzit, östenit bileşenler)	%4 Pikral
Martenzit (su verildiği durumda)	2 Nital
Temperlenmiş martenzit	%4 Pikral + %2 Nital
İlk östenit tane sınırı	Winsteard çözeltisi (modifiye) veya kaynayan alkali sodyum pikrat çözeltisi veya Marshall çözeltisi veya doymuş sulu pikrik asit
Genel segregasyon	%4 Pikral veya modifiye Winsteard çözeltisi
Metalik olmayan inklüzyon	%4 Pikral
Epitaksiyel ferrit	Marshall çözeltisi
Soğuk işlem görmüş ferrit	%2 Nital veya Marshall çözeltisi
Renklendirme ve koyulaştırmak için	
Karbürler (ferritler hariç)	Kaynayan alkali sodyum pikrat çözeltisi



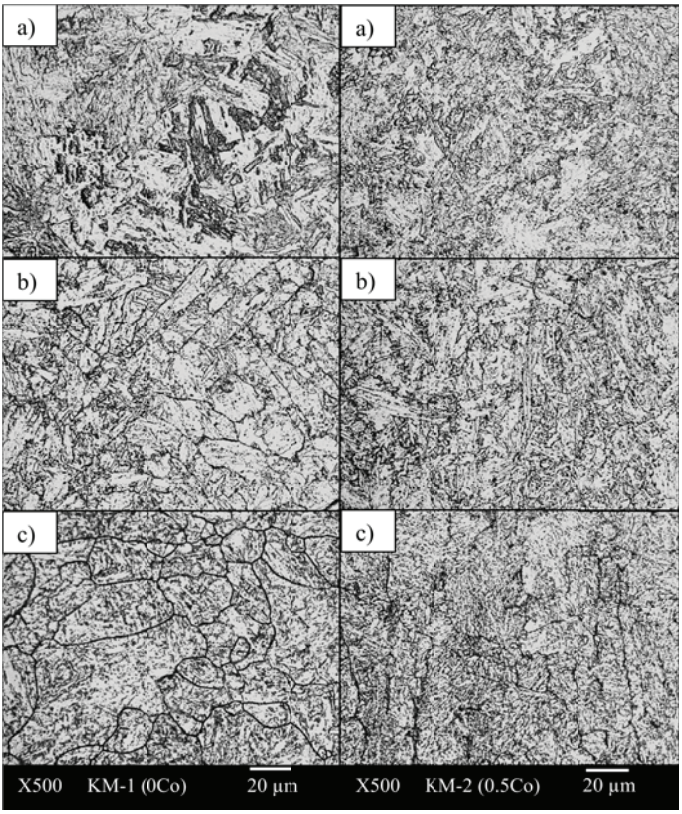
Şekil 2.78- *% 2'lik Nital ile dağlanmış düşük karbonlu çelikte dağlama sonrası değişik büyütmelerde mikro yapılarının görünümü. a) X50, b) X100, c) X200, d) X500.*



***Şekil 2.79**- Nital ve Pikral ile dağlanmış ötektoid Fe, 0.80C,0.21Mn,0.22Si karbon çeliğinin mikro yapısı. Nitalin perlit fazını homojen olmayan bir şekilde dağladığı ve bunların az dağlanmış adacıklar halinde bulunduğu için su verilmiş martenzit ile karıştırılması ihtimali yüksektir (solda). Pikral ise perlit fazını homojen olarak dağlamaktadır (sağda). Orijinal yapı X500 [20].*



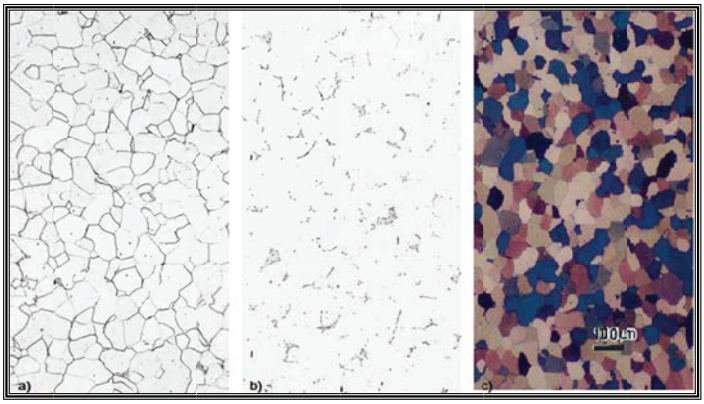
***Şekil 2.80**- Farklı dağlayıcılarla elde edilmiş kobalt içermeyen 9%Cr'lu kaynak metaline ait SEM görüntüleri. a) 5 g $FeCl_3$ + 2 ml HCl + 95 ml etil alkol, b) 2.5 g pikrik asit + 2.5 ml HCl + 95 ml etil alkol, c) elektrolitik 10 g okzalik asit + 90 ml saf su*



Şekil 2.81- *0.8Ni içeren ve farklı Co içeriğine sahip (%0-1.5) kaynak metallerine ait farklı dağlama metodları kullanılarak elde edilen mikroyapı fotoğrafları. a) 5 g $FeCl_3$+2 ml HCl+95 ml etil alkol, b) 2.5 g pikrik asit+2.5 ml HCl+95 ml etil alkol, c) Elektrolitik 10 g okzalik asit+90 ml saf su*

Seçici Dağlama

Kullanılan dağlayıcı incelenen fazı farklı şekilde (farklı renk konsantrasyonu gibi) ortaya çıkarıyorsa, özellikle görüntü analiz cihazlarında yapılan ölçümlerde işimizi kolaylaştırmaktadır. Bilindiği gibi görüntü analiz cihazı renk kontrast farkından faydalanarak çalışmaktadır. Binlerce dağlayıcı geliştirilmiş olmasına rağmen sadece belli sayıda dağlayıcı seçici oksitleme yapabilmektedir. Şekil 2.82'de düşük karbonlu çelik Nital, Pikral ve renklendirme dağlayıcısı Beraha çözeltisi ile dağlanmıştır. %2 Nital ile dağlanan numunede ferrit tane sınırları ve sementit yapı görülürken %4 Pikral, sementit kümelerini ortaya çıkarmış ancak ferritleri gösterememiştir. Şayet metalurjist tane sınırları ile ilgileniyorsa Nital, sementit yapıyı görmek istiyorsa Pikral ile ortaya çıkan yapısı önemlidir. Beraha çözeltisi ile yapılan renkli dağlama ise taneler kristalografik yönlenmelerine göre farklı renklerde görülmektedir. Renkli görüntü sayesinde analiz cihazı ile tane boyutunu net bir şekilde ortaya çıkarmak mümkündür.



Şekil 2.82- *Değişik çözeltiler ile dağlanan düşük karbonlu çeliğin mikro yapısı. a) %2 Nital ile ortaya çıkan ferrit tane sınırları ve sementit yapı. b) %4 Pikral ile sementit kümelerini gösterir yapı ortaya çıkmakta, ancak burada ferrit yapı görülmemektedir. c) Renkli dağlayıcı Beraha ile (100mℓ H_2O, 10g $Na_2S_2O_3$ ve 3g $K_2S_2O_5$) tanelerin kristalografik yönlenmelerine göre farklı renklerdeki taneleri göstermektedir, 100X [11].*

Renklendirme Dağlaması (Tint Dağlama)

"*Tint dağlama*" olarak da bilinen hafif renklendirerek dağlama yapan "*renklendirme dağlaması*" mikro yapı içerisinde anodik veya katodik bileşenlerden birine renk verir. Böylece fazlar farklı renklerde görülür. Numune yüzeyinde farklı renkler oluşturmak amacıyla geliştirilen çözeltilerin kullanıldığı bir dağlama şeklidir. Normal ışık altında farklı fazlar veya değişik yönlerdeki taneler farklı renklerde görülürken, polarize ışık altında daha değişik renklerde görülebilmektedir. Bu çözeltiler asit, su ve alkol karışımından oluşmaktadır. Dağlanacak malzeme yüzeyinde çok ince (~40-500 nm) bir film tabakası oluşmaktadır. Bu tabaka malzemeye ve uygulanan çözeltiye bağlı olarak; oksit, sülfür, kompleks molibdat, elemental selenyum veya kromat filmi şeklinde olmaktadır.

Renklendirme dağlaması birçok metale uygulanmaktadır. Bunlar arasında dökme demirler, çelikler, paslanmaz çelikler, nikel esaslı alaşımlar, bakır esaslı alaşımlar, molibden, tungsten, kurşun, kalay ve çinko sayılabilir. Alüminyum ve titanyum alaşımları için tam başarı sağlanmış olmasa da bazı alaşımları renkli dağlama ile dağlanmaktadır. Renkli dağlama için birçok dağlayıcı Klemm tarafından geliştirilmiştir. Renklendirme dağlamasında malzeme yüzeyinde bir film oluşur. Bu dağlama çökelen filmin durumuna bağlı olarak anodik, katodik veya karmaşık sistem şeklindedir. Dağlama, esas olarak yüzey alanlarındaki farklı potansiyellerin elektrolitik etkisi temel alınarak yüzeyde oluşan korozyon işlemi tarafından kontrol edilir. Saf metallerde veya tek fazlı alaşımlarda potansiyel farkı aşağıdaki sebeplerden dolayı oluşur:

- Tanelerin farklı yönlenmelerinden,
- Tane sınırı ile tane içlerindeki potansiyel farkından,
- Deforme edilmiş bölge ile edilmemiş bölge arasındaki potansiyel farkından,
- Numunenin kesilmesi, zımparalanması veya diğer metalografik işlemler sırasında mekanik etkilere maruz kalan yüzey ile daha az etkilenen bölgeler arasında,
- İmpurite faz ile matris malzeme arasındaki potansiyel farkından,
- Tek fazlı alaşımda konsantrasyon farkından,
- Çok fazlı alaşımlarda ise farklı fazlar arasında potansiyel farkından kaynaklanır.

Yukarıda sayılan ortamlar arasındaki bu potansiyel farkı, çözeltinin malzemeye farklı oranlarda etki etmesine neden olur ve mikro yapı bu şekilde ortaya çıkarılır. Çift fazlı alaşımda bir fazdaki potansiyel diğerinden farklıdır. Dağlama sırasında çözelti elektropozitif faza (anodik) daha fazla etki ederken elektronegatif faza (katodik) daha az etki edecektir. Bu iki faz arasındaki potansiyel farkı, tek fazlı alaşımlardaki potansiyel farkından daha fazladır. Bu sebeple iki veya daha fazla faz içeren malzemelerde dağlama tek fazlı malzemelerden daha hızlı olur. Renklendirme dağlamasında malzeme yüzeyindeki renklendirme ya anodik veya katodik fazda meydana gelir. Bazı çelikte renklendirme katodik fazda olsa da çoğu malzemede renklendirme anodik fazda meydana gelir.

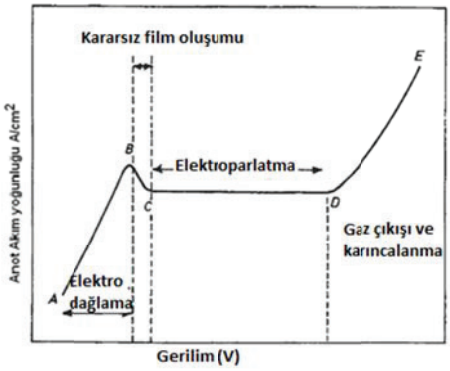
Renklendirme dağlamasında kullanılan dağlayıcı içerikleri

Renklendirme dağlamasında kullanılan çoğu dağlayıcılar; sodyum metabisülfit ($Na_2S_2O_5$), potasyum metabisülfit ($K_2S_2O_5$) ve sodyum thiossülfattan ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) oluşur. Bunlar su ile birlikte çözücü olarak kullanılır ve genelde renklendirme anodik fazda gerçekleşir. Fazla dirençli malzemelerin renklendirilmesi için hidroklorik asit ilavesi gerekir.

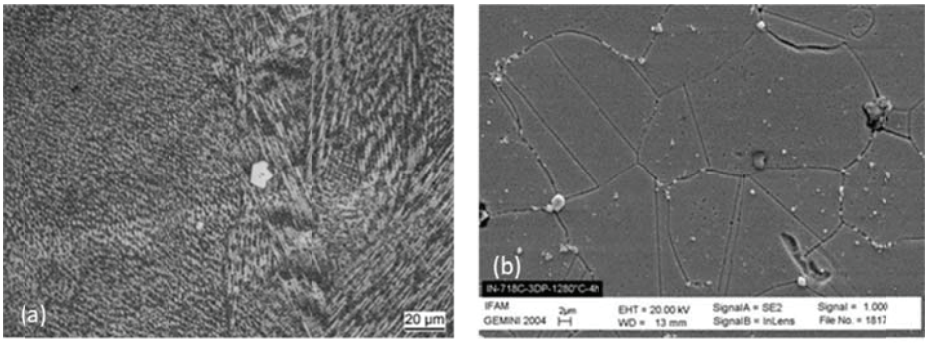
Elektrolitik Dağlama

Elektrolitik dağlama temel olarak elektrolitik parlatma ile aynıdır. Ancak dağlanacak malzemeye çok daha düşük yoğunlukta akım uygulanır. Elektrolitik dağlamada, elektrolitik parlatmada kullanılan voltajın yaklaşık onda biri kullanılır ve dağlama işlemi genelde birkaç saniyede tamamlanır. Dağlanacak malzeme anot, daha asal olan başka bir malzeme de katot olarak kullanılır. Elektrolitik dağlamada elektrolit parlatmada kullanılan çözeltiler kullanılır. Ancak her zaman aynı malzemeye aynı çözelti etki etmeyebilir. Dağlanacak malzemeye uygun potansiyelde katot malzeme seçilmelidir. Demir esaslı bir malzemenin

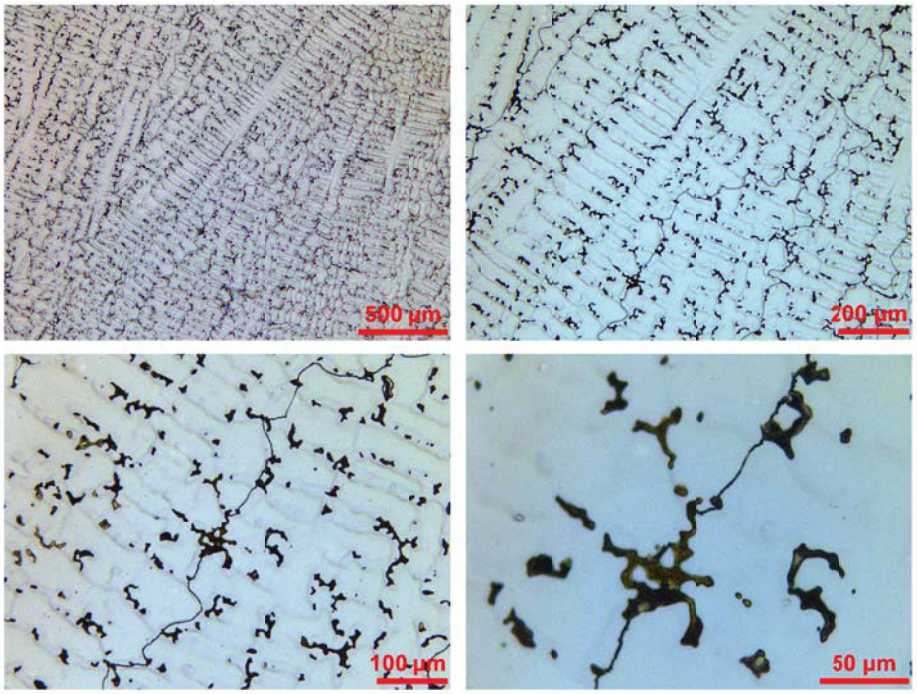
dağlanmasında demire göre daha soy olan paslanmaz çelik, karbon, platin veya gümüş katot olarak kullanılabilir. Bir elektroliz banyosunda dağlamaya hazır bir malzemenin kullanılmasıyla metal veya alaşımındaki bileşenlerin ortaya çıkarılmasına *elektrolitik dağlama* denir. Uygulanan potansiyel kimyasal çözeltide oksitleyici yerine geçer. Dağlama çözeltileri bileşim yönünden basit olup asidik, bazik veya tuzlu çözeltileredir. Elektrolitik dağlama, süperalaşımlar ve paslanmaz çeliklerin dağlanmasında yaygın olarak kullanılır. Özellikle dislokasyon yapılarını ortaya çıkarmada elektrolitik dağlama tercih edilir. Şekil 2.83'te elektrolitik dağlama ve parlatma işlemindeki akım-gerilim yoğunluğu ve ortaya çıkan işlem aşaması şematik olarak gösterilmiştir. Şekil 2.84'te Ni esaslı süperalaşım malzemenin elektrolitik olarak oksalik asit ile dağlanmış numune yapıları görülmektedir. Şekil 2.85'te ASTM F75 alaşımı olarak bilinen ve medikal implant yapımında kullanılan CoCrMo alaşımının elektrolitik dağlama ile elde edilmiş mikroyapıları görülmektedir.



Şekil 2.83- *Elektrolitik dağlama ve parlatma işlemlerinde akım-gerilim yoğunluğu ve ortaya çıkan işlemlerin şematik olarak gösterilişi [31].*



Şekil 2.84*- Ni esaslı IN 625 ve IN 718'de elektrolitik dağlama ile ortaya çıkarılan tane yapıları ve partiküllerin SEM görünümü. IN 625'te (a) iri taneler ve tane içlerinde partiküller (beyaz) görülürken, IN 718'de (b) daha küçük tane yapısı ve yüksek sıcaklıktan kaynaklanan ikizlemeler görülmektedir. Malzemenin tane içlerinde ve ağırlıklı olarak tane sınırlarında birikmiş Nb'ca zengin partiküller (beyaz noktalar halinde) dikkat çekmektedir. Dağlayıcı: Oksalik asit [32].*



Şekil 2.85- *Vakum altında santrifüj döküm yöntemi ile üretilmiş ASTM F75 alaşımı olarak bilinen Co28Cr6.5Mo alaşımının farklı büyütmelerdeki mikro yapı resimleri. Elektrolitik parlatma yöntemiyle %2 CrO_3, %98 H_2O çözeltisi kullanılarak oda sıcaklığında, 20V DC gerilimde 1 s süre ile parlatılmıştır. Dağlayıcı 1:1 oranındaki [%20 $KMnO_4$, %80 H_2O] ve [%8 NaOH, %92 H_2O] çözeltisi olup, daldırma yöntemi ile yapılmıştır [33].*

Dağlamanın temeli, çok fazlı alaşımlarda uygulanan çözeltinin malzemedeki farklı fazlardan ve kompozisyonlardan dolayı tercihli olarak etkisidir. Malzemenin tane oryantasyonu da, yüzeydeki çözünmeyi etkilemektedir. Saf veya tek fazlı malzemelerde dağlama olayı başlıca tane oryantasyon farkından kaynaklanmaktadır. Dağlamanın amacına göre iki türü vardır: Makro dağlama ve mikro dağlama. Yukarıda mikro dağlama ile ilgili bilgi verilmiş olup makro dağlama kısaca aşağıda açıklanmıştır:

Makro Dağlama: Bu dağlama kaba dağlama olarak da bilinir ve genelde alışılagelmiş kimyasal daldırma metodu ile yapılır. Bunun amacı, malzemeleri çok düşük bir büyütme ile (ABD de X25, Avrupa'da ise X50 olarak kabul edilir) yapıdaki hataları tespit etmek veya mikroskobik olarak incelenemeyen durumları açıklığa kavuşturmaktır. Bunlar; genel olarak katılaşma yapıları, akma çizgileri, dendritik yapı, segregasyonlar, dökümlerde tane boyutu ve tane inceltmesi ve kontrolü, kaynak işleminden dolayı meydana gelen yapı değişiklikleri, inklüzyonların yapıda dağılımı ve büyüklükleri, gözenek yapıları ile kesitteki

dağılımı, döküm hataları ve genel üretim hatalarıdır. Konu ile ilgili daha detaylı bilgi Bölüm 1' de.verilmiştir.

Dağlamada dikkat edilecek husus; yapı düzensizlikleri veya hataların yanlış yorumlanmasına fırsat verecek ve malzemenin genel yapısına ters düşecek bir yaklaşımdan kaçınmaktır. Malzeme makro dağlanacaksa ön hazırlık amaçlı fazla bir işleme gerek yoktur. Malzemeyi uygun büyüklükte kesmek ve yüzeyi yağlardan temizlemek yeterlidir. Böylece yüzeyde oluşan ince oksit tabakası dağlama ile uzaklaştırılır ve yüzeyin hemen altında incelemesi istenen kısım ortaya çıkarılır.

Boyuna kesit incelendiğinde, kesilen yüzeyi kabaca düzeltmek ve güçlü bir dağlayıcı ile dağlamak yeterlidir. Dağlamanın daha kısa sürede ve etkili olabilmesi için bazı alaşımlar için sıcak dağlama da yapılabilir. Fakat güçlü olmayan çözeltiler için yüzey kalitesinin biraz daha iyi olması ve daha ince (320-400'lik SiC) zımpara kullanılmasında yarar vardır. Hassas malzemelerin dağlama sonrası yüzeyde oksit tabakasının oluşmaması için çok ince makina yağı, gliserin veya akrilik vernik ile sprey kaplama yapılmalıdır.

PRATİK BİLGİ

- Dağlama ve hazırlığı mümkünse bir çeker ocak altında yapılmalıdır.
- Dağlayıcının hazırlığı ve dağlama sırasında eldiven, gözlük, maske kullanılmalı ve çözeltinin deri ile temasından kaçınılmalıdır.
- Daldırma yöntemi ile dağlama yapıldığında, numune çözeltiden çıkarılır çıkarılmaz tercihen saf su ile yıkanmalı, alkol veya asetona daldırıldıktan sonra kurutmalıdır.
- Dağlama genelde daldırma yöntemi ile veya numune çözelti içerisindeki yumuşak bir bez veya pamuğa sürülerek yapılır. Yüzeyinde oksit filmi oluşan Al, Ni, Cr, Ti, Nb, Zr ve paslanmaz çelik gibi malzemelerin dağlaması yumuşak bir bez veya pamuğa sürerek yapılır. Şayet dağlayıcı malzeme yüzeyinde bir film oluşturursa (renklendirme dağlaması gibi) bu durumda filmin korunması için daldırma ile dağlama tercih edilmelidir. Keller, Al malzeme yüzeyinde film oluşturarak tane yapısını gösterir. Numune bir beze sürerek dağlandığında tabaka olamayacaktır.
- %4 Pikral kullanıldığında, dağlama zamanını önceden belirlemek için çözelti içerisine 30 g kadar çelik parçası konur. Bu çelik parçası demir iyonları ortaya çıkardığından çözeltinin rengini koyulaştırır. Bu serbest iyonlar metalografik numunenin dağlanmasını hızlandırır.

DAĞLAYICILARLA İLGİLİ GÜVENLİK KURALLARI

Bütün kimyasallar temas durumunda cilde, soluma durumunda ciğerlere ve diğer birçok organ için potansiyel tehlike arz eder. Dağlayıcıların hazırlanması, kullanılması ve daha sonra atık olarak bertaraf edilmesinde gerekli tedbirler alınmalıdır. Çözeltinin deri ve gözle teması mutlaka engellenmeli ve solunum yolu ile zarar vermesine müsaade edilmemelidir. İşlemler havalandırmanın iyi olduğu, mümkünse güçlü bir çeker ocak altında veya uygun bir ortamda yapılmalıdır. Bütün işlemler sırasında koruyucu gözlük, yüz maskesi, asite dayanıklı eldiven, önlük gibi giysiler mutlaka kullanılmalıdır.

Kimyasal maddelerin deri veya gözle temas etmesi durumunda bol su ve sabunla iyice yıkandıktan sonra acil tıbbi müdahale gereklidir. Daha detaylı bilgi Kitabın sonundaki EK 1'de DAĞLAYICILAR kısmında verilmiştir.

BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR

1. German, R. M., *(Editörler: Sarıtaş S., Türker M., Durlu N., Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri,* Uyum Ajans, Ankara, 2007.
2. Türker, M., *The Effect of High Temperature Exposure On The Structure And Properties Of Ferritic ODS Alloys,* Ph.D. Thesis, The University of Leeds School of Materials, UK, 1993.
3. *ASM Handbook, Metallography and Microstructures, Vol 9,* ASM, USA, 1992.
4. Samuels, L. E., *Optical Microscopy of Carbon Steel,* ASM, OH, USA, 1992.
5. Turker, M., *Effect of production parameters on the structure and morphology of Ag nanopowders produced by inert gas condensation.* Materials Science and Engineering: A, 2004. 367(1-2): p. 74-81.
6. Turker, M., Godlinski, D. and Petzoldt, F., *Effect of production parameters on the properties of IN 718 superalloy by three-dimensional printing.* Materials Characterization, 2008. 59(12): p. 1728-1735.
7. Bramfitt, B. L. and Benscoter, A. O., *Metallographer's Guide: Practice and Procedures for Irons and Steels,* ASM International, USA, 2001.
8. Clyne, T. W. and Hull, D., *An Introduction to Composite Materials,* Cambridge University Press, UK, 1990.
9. Evcil, A., *Artefacts in Sample Preparation* in *Buehler an ITW Company*. 2017: Port Elizabeth, South Africa Course.
10. Evcil, A., *Specimen Preparation for EBSD (Electron Backscattered Diffraction), Motor Lamination Steel,* . Büehler Power Point Presentation.
11. *SumMet, The Sum Of Our Experience, A Guide to Materials Preparation & Analysis Solutions for Materials Preparation, Testing and Analysis,* Buehler Publication, Lake Bluff, IL, USA, 2007.
12. Voort, G. V., *Metallography Principles and Practice,* ASM international, USA, 2007.
13. Vander Voort and F, G., *Metallography, Principles And Practice,* ASM international, 2007.
14. Kalpakjian, S. and Schmid, S. R., *Manufacturing Engineering and Technology,* Prentice-Hall, India, 2001.
15. https://www.metkon.com/mobile/en/products-details/1/132/4/micracut-202/. 2023 [Erişim
16. https://en.wikipedia.org/wiki/Desiccator. 2023 [Erişim
17. https://www.emergencysupplynetwork.com/F42400-2021-Bel-Art-Products-B2140505.aspx. 2023 [Erişim
18. Turker, M., *Formation of porosity in ferritic ODS alloys on high temperature exposure.* Journal of Materials Science, 2005. 40(5): p. 1201-1208.
19. Turker, M., *The long-term oxidation behaviour of ferritic ODS alloys at 1100–1200° C in air and nitrogen–2% oxygen.* Corrosion science, 1999. 41(10): p. 1921-1935.
20. Evcil, A., *The Microstructure of Ferrous Alloys, Seminer Notes*. Buehler Ltd. Lake Bluff, IL 60044.
21. Henry, G. R. and Wrighton, H., *Practical Microscopical Metallography,* Chapman & Hall Ltd., 1971.

22. McCall, J. L. and Mueller, W. M., *Microstructural Analysis: Tools and Techniques,* Plenum Press, NY USA, 1973.
23. Bjerregaard, L., Geels, K., Ottesen, B. and Rückert, M., *Metalog Guide Your Guide to the Perfect Metallographic Structure,* Struers, Denmark, 1992.
24. *TSE ISO-TR 14321- Sinterlenmiş metal malzemeler- Sert metaller dışında - Metalografik hazırlama ve muayene*. Nisan 2002.
25. https://pdf.directindustry.com/pdf/atm/jade-700/168746-712412.html. [Erişim yılı: 2021].
26. Tekin, E., *Demir Alaşımlarının Uygulamalı Optik Metalografisi,* SEGEM yayınları, Ankara, 1982.
27. Erdoğan, T., *Çelikler ve Dökme Demirler için Kuramsal ve Uygulamalı Metalografi,* TÜDOKSAD Yayınları, 2013.
28. *Buehler 2023 Products Catalog*. 2023, Buehler
29. Callister, W. D., *Materials Science and Engineering,* John Wiley & Sons,Inc., USA, 2007.
30. Bruce L. Bramfitt, A. O. B., *Metallographer's Guide: Practice and Procedures for Irons and Steels* ASM International, The Material Information Society, 2006.
31. Smithell, C. J. and Brandes, E. A., *Smithells Metals Reference Book,* Butterworths, USA, 1992.
32. Türker, M., Godlinski, D., Pohl, H. and Petzoldt, F., *Rapid Prototyping of Inconel Alloys by Direct Metal Sintering and Three Dimensional Printing.* Proc. of the Euro PM, 2005: p. 2-5.
33. Akar, N. and Çelik, F. D., *Santrifüj Hassas Döküm Yöntemiyle Üretilen Co-Cr-Mo Süperalaşım Dental Blokların Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri Üzerine Atmosfer ve Karbon Miktarının Etkisi.* Politeknik Dergisi, 2022. 25(4): p. 1435-1446.

BÖLÜM 3

OPTİK MİKROSKOP VE UYGULAMALARI

Metal, kompozit, seramik gibi malzemelerin metalografik incelenmesinde gelişmiş taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) yaygın olarak kullanılmasına rağmen, optik mikroskoplar (OM) önemli bir yer teşkil eder. Hemen hemen bütün metalografik görüntü incelemelerine optik mikroskopta düşük büyütme oranı ile başlanır ve daha sonra gerekirse SEM veya TEM ile devam edilir. Mikro yapı incelemesi ve karakterizasyonu için, gerekirse daha detaylı gelişmiş aletler ve teknikler kullanılır. Metalografide kullanılan optik mikroskoplar özellikle parlatılmış veya dağlanmış düzgün yüzeyli numunelerin incelenmesi için uygundur. Kırık yüzeyler gibi çok pürüzü malzemeler ışığı dağıttığı için optik mikroskopta incelenmeleri mümkün değildir.

Optik mikroskop ile fazlar ve dağılımları, tane büyüklüğü ve tane sınırları, kayma bantları, ikizlemeler ve çatlaklar gibi birçok değişik yapılar incelenebilir. Malzeme içerisinde yeterli büyüklükteki kalıntılar (inklizyonlar gibi), nitrürler, karbürler, oksitler, gözenekler ve metallerarası fazlar, dağlama yapılmadan doğrudan parlatılmış yüzeyde incelenebilir. Parlatılarak hazırlanan numunenin optik mikroskop ile incelenmesinde, yüzeyin çok iyi hazırlanmış olması gerekmektedir. Bununla birlikte birçok durumda numunenin dağlanması gerekebilir. Tane yapısı ve faz gibi farklılıkları görebilmek için uygun dağlayıcılar kullanılır. Bu dağlayıcılar ile farklı fazlardan elde edilen değişik renkler veya kontrastları sayesinde yapılar tahlil edilebilir. Optik mikroskop çok farklı uygulamalar için kullanılıyor olmakla beraber genel olarak aşağıdaki özellikleri belirlemede yaygın olarak kullanılır:

- Malzemenin mikro yapısal detaylarını tespit etmek,
- Numunenin görüntüsünü büyüterek göz veya ekrana (mikroskop, TV veya bilgisayar ekranına) aktarmak veya fotoğraflarını kaydetmek,
- Numune içerisindeki uzunlukları, açıları ve bölgeleri ölçmek,
- Analitik bir araç olarak kullanmak. Bu durumda numunenin optik özelliklerini, faz değişimi gibi değişkenlerini incelemek mümkündür.

Metalurjide kullanılan mikroskoplar yansıyan ışıkla çalışan mikroskoplar olup, "*metal mikroskobu"*, "*ışık mikroskobu"* veya "*optik mikroskop"* gibi çeşitli isimlerle anılır. Mikroskop kelimesi Yunanca "*mikros*" (küçük) ve "*skopein*" (görmek) kelimelerinden 1625 yılında Romen bilim adamı Giovanni Faber tarafından türetilmiştir.

Çok değişik metal mikroskopları vardır. Şekil 3.1-3.11'de uzun yıllar önce kullanılmış mikroskoplar ile günümüzde kullanılmakta olan çok değişik metal araştırma mikroskoplarına örnekler verilmiştir. Bu mikroskopların en önemli farklarından birisi, numunenin hareketli tablaya yerleştirilmesi ile ilgilidir. Numune mikroskop tablasının üst tarafına, incelenecek kısım aşağıya gelecek şekilde ters olarak yerleştirilir. Bu şekilde numune yüzeyi, yer düzlemine paralel hazırlanmamış numunelerde görülen farklı bölgelerin odaklanma problemi yaşanmaz. Bu özellik, ters mikroskopların en önemli avantajlarından biridir. Bu tür mikroskopların en önemli dezavantajı, parlatılmış yüzeyin mikroskop tablasının açıklığına yerleştirilmesi veya alınması sırasında tablanın numuneyi çizme ihtimalidir. Yukarıda anlatıldığı şekilde ışığı alttan gelen ve numunenin incelenecek kısmı aşağı gelecek şekilde tablanın üzerine yerleştirilen mikroskoplar "*tepeden ışık yansıtmalı mikroskop*" veya "*ters mikroskop*" şeklinde adlandırılır. Şekil 3.5-3.6 ve 3.9'da numunenin hareketli tablaya ters olarak konulduğu mikroskoplar gösterilmektedir.

Numunenin objektif merceklerin altındaki hareketli tablaya incelenecek kısmı üste gelecek şekilde yerleştirilmesi ve ışığın üstten gelmesi durumunda ise özellikle numunenin tabla ile temas eden alt kısmının düz olmaması halinde odaklamada sıkıntı yaşanacaktır. Bu durumda değişik bölgeler incelenirken her seferinde yeniden odaklama gerekir. Bu tür mikroskoplar *alttan ışık yansıtmalı mikroskop* veya *dikey mikroskop* olarak adlandırılır (Şekil 3.7, 3.8 ve 3.10). Bu durumda numunenin objektif merceğe bakan incelenecek kısmı herhangi bir sert cisimle temas halinde olmadığından, çizilme ve bozulma riski yoktur. Çok farklı özellikte olmakla beraber optik mikroskopların büyütme kapasiteleri genelde 50-2500 arasında değişmektedir. Çizelge 3.1'de dikey ve ters mikroskopların avantaj ve dezavantajları verilmiştir.

Metal mikroskobunun diğer bir ışık mikroskobu olan biyolojik mikroskoptan en önemli farkı; metal mikroskobunda yansıyan ışıkla inceleme yapılırken, biyolojik mikroskopta numune içerisinden geçen ışıkla incelenmesidir. Biyolojik mikroskopta basit içbükey ayna, deliğin altına yerleştirilir ve görüntü için gerekli ışık toplanarak inceleme yapılır. Metal mikroskobu ve biyolojik mikroskobun her ikisi de *optik mikroskop* olarak adlandırılır. Genel olarak mikroskopların ışık kaynağına göre adlandırılması yaygın bir yöntemdir. Eğer ışık kullanılıyorsa "*ışık mikroskobu*" veya "*ışık optik mikroskobu,*" gelen demet elektron ise "*elektron mikroskobu*", şayet gelen ışın demeti iyon ise "*iyon mikroskobu*" şeklinde adlandırılır.

Çizelge 3.1- *Dikey ve ters mikroskobun kullanımındaki avantaj ve dezavantajları [1].*

Dikey mikroskop	***Ters mikroskop***
Gönderilen ışık numune yüzeyinde görülebilir, mikroskop altında incelenecek bölgenin belirlenmesi kolaydır.	*Gönderilen ışığın numune yüzeyinde görülmesi ve mikroskop altında numunenin incelenecek kısmının belirlenmesi zordur.*
Düzgün seviyelenmemiş numune her hareket ettirildiğinde yeniden odaklanması (fokus edilmesi) gerekebilir.	*Numune yüzeyi veya tabanı eğri olsa dahi, numune her hareket ettirildiğinde yeniden odaklanmasına gerek yoktur.*
Numunenin x-y yönünde hareket sınırlaması yoktur. Büyük numunelerde dahi numunenin tamamı incelenebilir.	*Numunenin x-y yönünde hareketi tablanın açıklığı ile sınırlıdır. Ancak tabladaki deliğin çapı kadar bir bölge incelenebilir.*
Parlatılmış numune yüzeyi mikroskop tablası ile temas etmediği için çizilme riski yoktur.	*Parlatılmış numune yüzeyi tabla ile temas edebilir, numunede çizikler oluşabilir.*
Numune yüksekliği objektif mercek ile tabla arasındaki mesafe ile sınırlıdır.	*Numune yüksekliğinde sınırlama yoktur. Büyük boyutlu (yüksek) numuneler için idealdir.*
Numune yüzeyinde inceleme sırasında işaretleme yapılabilir.	*Tabla üzerindeki numuneyi işaretleme imkânı yoktur.*

Optik mikroskoplar, incelenen numune mikro yapısını belirleyebilmek amacıyla çok çeşitli lenslerle (merceklerle) donatılmıştır. Burada temel öğe, yansımış ışığın oluşturduğu görüntünün incelenmesidir. Bu mikroskoplar ile numuneler doğrudan incelenebildiği gibi, mikroskoba bağlanan bir fotoğraf makinası ile görüntünün resmini çekmek de mümkün olmaktadır. Daha yaygın kullanımı ile bazı araştırma mikroskoplarında elde edilen görüntünün bir TV veya bir bilgisayar ekranına aktarılması da mümkündür. Günümüzde mikroskopların birçoğu bir bilgisayarla entegre olarak çalışmaktadır. Özellikle eğitim kurumlarında bir kamera vasıtası ile görüntünün ekrana aktarılması ile çok fazla sayıda öğrencinin aynı anda, aynı görüntüyü incelemesi sağlanmaktadır.

Eskiden kullanılan çok basit monoküler mikroskoplardan hareketle, günümüzde çok farklı özellikleri ortaya çıkaran, yüksek büyütmede oldukça net görüntü elde edebilen gelişmiş mikroskoplar kullanılmaya başlanmıştır. Metal mikroskobuna entegreli nokta sayıcı veya görüntü analiz cihazı yardımı ile numunelerin tane ebadı, faz oranları, kalıntı miktarları, şekli, büyüklüğü, gözenek yapıları gibi birçok özelliği nicel olarak ölçmek ve değerlendirmek mümkün olmaktadır. Şekil 3.1-Şekil 3.10'da basit monoküler mikroskoplardan[1] çok gelişmiş mikroskoplara kadar birçok farklı mikroskobun görüntüleri verilmiştir. Şekil 3.11'de ise metal araştırma mikroskobunu oluşturan parçalar ayrı ayrı gösterilmiştir.

[1] Şekil 3.2-Şekil 3.7 arasındaki mikroskop resimleri Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Metalografi laboratuvarında bulunan koleksiyondan alınmıştır.



Şekil 3.1- *Mikroskopların gelişimde önemli bir yere sahip olan monoküler makroskop.*



Şekil 3.2- *Leitz marka monoküler optik mikroskop.*



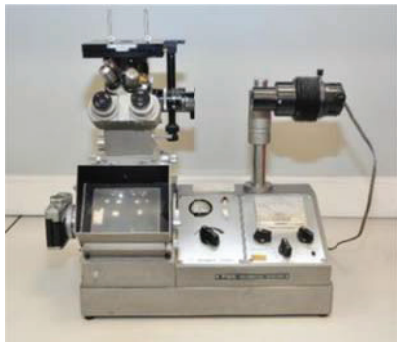
Şekil 3.3- *Olympus monoküler optik mikroskop.*



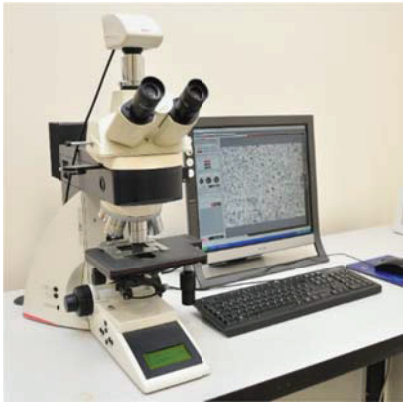
Şekil 3.4- *Monoküler stero mikroskop.*



Şekil 3.5- *Jane marka binoküler projektörlü ters optik mikroskop.*



Şekil 3.6- *Olympus marka binoküler ters optik mikroskop.*

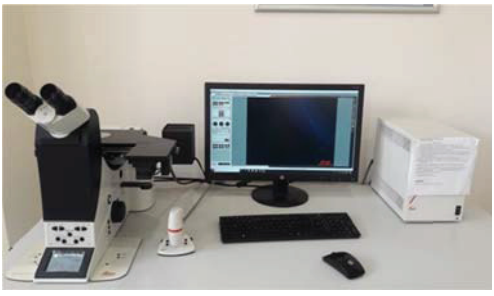


Şekil 3.7- *Görüntü analiz edebilme kapasiteli metal mikroskobu.*



Şekil 3.8- *Eğitim amaçlı düz binoküler öğrenci mikroskobu.*

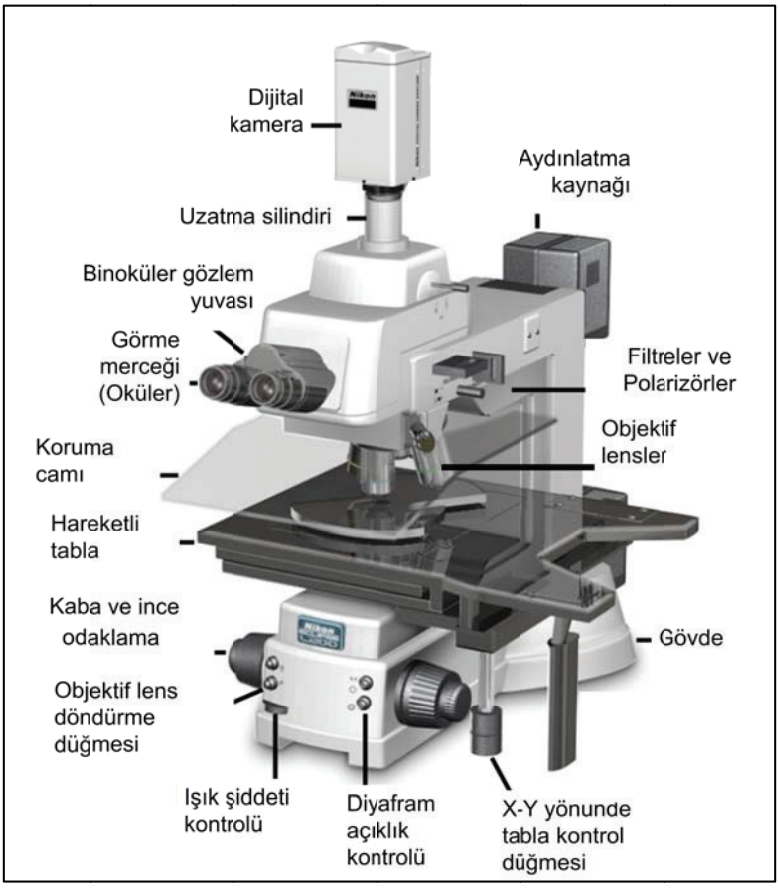
.



Şekil 3.9- *Ters optik mikroskop.*



Şekil 3.10- *Düz trinoküler optik mikroskop.*



Şekil 3.11- *Trinoküler optik araştırma mikroskobunun parçaları [2].*

METAL MİKROSKOBUNUN BAZI ÖNEMLİ PARÇALARI

Işık Kaynağı

Metal mikroskoplarında güçlü bir ışık kaynağına ihtiyaç vardır. Oldukça karmaşık bir ışık yolu düşünüldüğünde ve bu yol boyunca ışık kayıpları da göz önünde bulundurulduğunda ne denli güçlü bir kaynağa ihtiyaç olduğu aşikardır. Özellikle fotomikroskopide daha güçlü bir ışık kaynağına ihtiyaç duyulur. Eski mikroskoplarda karbon ark lambası kullanılırken günümüzde, çok kararlı bir ışık verememesinden dolayı kullanımından vaz geçilmiş ve çok değişik ışık kaynaklarına yönelinmiştir. Bunlar arasında *tungsten flaman lambaları*, *tungsten-halojen lambaları, kuvars–halojen lambaları, ksenon ark lambaları* ve çok yaygın olarak kullanılmayan *cıvalı ark lambaları* sayılabilir. Son yıllarda uzun ömür ve uygun performanslarından dolayı LED lambalar yaygın olarak kullanılmaktadır. Bunlarla ilgili kısa bilgi aşağıda verilmiştir:

Tungsten-flaman lambaları: Tungsten flaman lambalar yüksek ışık kapasitelerinden dolayı ışık mikroskoplarında en yaygın ve uzun süreli kullanılan ışık kaynaklarından biridir. Genelde düşük voltaj, yüksek akım ortamında kullanılmaktadır. Düşük fiyatlarından dolayı da uzun yıllar tercih edilmiştir. Maliyetin düşük olduğu ve kolay kullanımı nedeniyle inceleme maksatlı mikroskoplarda kullanılmaktadır. Tungsten filaman lambalarının *renk sıcaklığı*[2] 2700-3200 K kadardır. Önceleri kullanılan mikroskop lambalarının ışık yoğunluğu düşük olduğundan yüksek ışık yoğunluklu bu lambalar uzun yıllar kullanılan birçok siyah-beyaz mikroskopta mikro yapı incelemelerinde tercih edilmiştir. Yüksek büyütme ve polarize ışık uygulamalarında daha uzun poz süresine ve güçlü ışığa ihtiyaç duyulmaktadır. Uygun film kullanıldığında çok güzel renkli resimler elde edilmektedir.

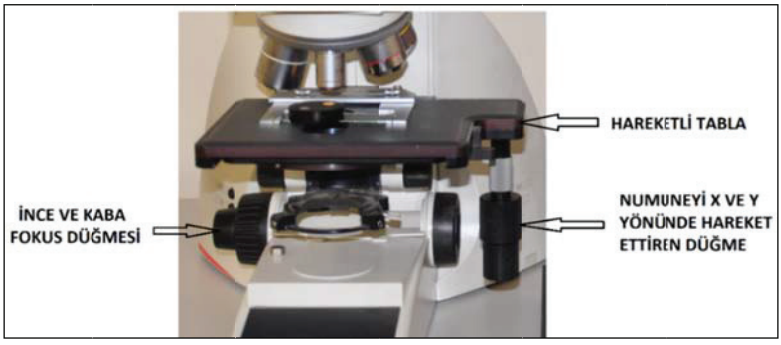
Tungsten halojen lambaları*:* Özellikle tungsten flaman lambalarının yerini almıştır. Oldukça uzun süre kullanılabilen bu lambalar aynı zamanda da kendisini yenileyen (kararmayan) bir yapıya sahiptir. Lamba ömrü uzundur. Bu lambalar yüksek voltajda maksimum kapasite ile çalışabilir. Bazı eski mikroskoplara bu lambalar adapte edilmek suretiyle kullanılmaktadır. Tungsten halojen lambalarında cam yerine quartz kullanılmasından dolayı "*quartz halojen*" veya "*quartz iyodin* " lamba olarak da adlandırılır. Bazı lambalar yüksek silika camından imal edilir ve "*vycor*" olarak isimlendirilir. Gerek quartz gerekse vycor, camdan yapılmış lambalara oranla daha yüksek ergime derecesine sahiptir. Bu özelliğinden dolayı flamana yakın üretilebildiği için diğer lambalara göre daha küçük olarak imal edilmektedir. Bu lambalara elle dokunmak, yüzeydeki parmak izlerinin lamba ömrünü kısalttığı için tavsiye edilmemektedir. Parmak izinden kaynaklanan yağ, quartz yüzeyi ile temas ettiğinde, quartzta kristalizasyona sebep olmakta, bu da lambanın saydam yapısını bozarak yarı saydam hale geçmesine neden olmaktadır. Böylece lamba kısa sürede de kullanılmaz hale gelmektedir. Tungsten halojen lambaların renk sıcaklığı 3200 K kadardır.

Ksenon (Xenon) ark lambaları*:* Çok yüksek yoğunluklu ışık ve homojen spektra verdiklerinden, özellikle renkli fotoğraf almada özellikle istenilen lambalardır. Tek dezavantajları fiyatlarının yüksek oluşudur. İlk ksenon lambaları ozon üretirken, günümüzdekilerde bu problem aşılmış durumdadır. Mikroskopta homojen ve gözü yormayan bir ışık verir. Vermiş olduğu ışık gün ışığı kalitesinde olup renk sıcaklığı 6400 K'dır. Yaymış olduğu gün ışığı rengi, filtre kullanmadan renkli filmlerde ve görüntü almada bir avantaj sağlamaktadır.

---

[2] Renk sıcaklığı, fotografçıların kullandığı bir terim olup 3200 K'nın fotoğraf makinası flaşının verdiği renge eşit olduğu kabul edilir.

Hareketli Tabla: Üzerine numune yerleştirilmesi için kullanılan bu tabla sayesinde incelenecek numunenin x, y ve z yönlerinde hareket ettirilmesi mümkün olmaktadır. X ve y yönlerinde yapılan yatay hareket, numunenin yatay yönde istenilen bölgesinin incelenmesine, z yönünde yapılan hareket de numunenin dikey yönde istenilen bölgesinin odaklanmasına imkân sağlamaktadır. Numunenin soldan sağa doğru veya tersi yönde "*x hareketi*", önden arkaya veya arkadan öne doğru hareketi "*y hareketi*" olarak ifade edilir. X ve y yönündeki hareket, mekanik tablanın genellikle sağı ve arka kısmına monte edilen cetvelle ölçülür. Bazı tablalar numunenin belirli açılarla döndürülmesine imkan verecek şekilde tasarlanmıştır. Bu tasarım, özellikle ters mikroskop tablalarında daha fazla görülür. Tablanın yukarı aşağı hareketi de (z yönünde) numunenin kaba veya ince fokusu için gereklidir. Tablanın üzerindeki cetvel, numunedeki kaplama kalınlığı, çatlak boyu gibi kaba ölçümler için de kullanılmaktadır. Bu cetveller genelde 0.1 mm aralıklarla kalibre edilmiştir. Daha hassas ölçümler, görme merceği üzerindeki bölüntülerden faydalanarak yapılır. Şekil 3.12'de hareketli tabla ayar düğmeleri gösterilmektedir.



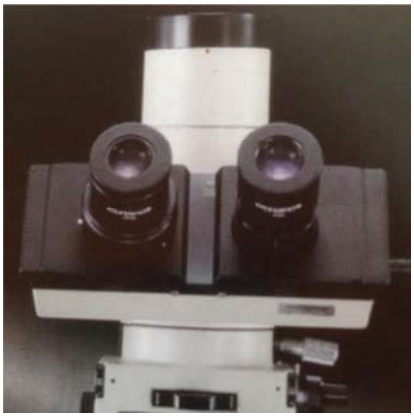
Şekil 3.12- *Mikroskobun numune konulan hareketli tablası ile yatay ve dikey yönde hareketini sağlayan ayar düğmeleri.*

Ters mikroskoplarda kullanılan mekanik tabla, farklı ölçülerde delikler içeren ve kolay değiştirilebilir şekilde tasarlanmıştır. Buraya yerleştirilen numunenin sadece tabladaki delik çapı kadar bir alandaki kısmı incelenebilmektedir. Değişik çaplarda numune inceleme deliği bulunan ve değiştirilebilen metal diskler vardır. Bu tür mikroskopta delik çapından daha büyük boyutlu numunenin tamamını bir seferde incelemek mümkün değildir. Ancak incelenecek numunenin, hareketli tablanın delik çapından daha küçük olması durumunda tamamını incelemek mümkün olmaktadır. Dikey mikroskoplarda ise numunenin parlatılmış yüzeyinin ışık eksenine dik ve düzgün olması gerekmektedir. Bunun için numunenin ya uygun bir yöntemle kalıplanmış veya bakalite alınmış olması, ya da uygun bir şekilde seviyelenmiş olması gerekir. Dairesel ve dönebilen tablalar polarize ışıkla çalışan mikroskoplarda işlemleri daha da kolaylaştırdığı için tercih edilmektedir.

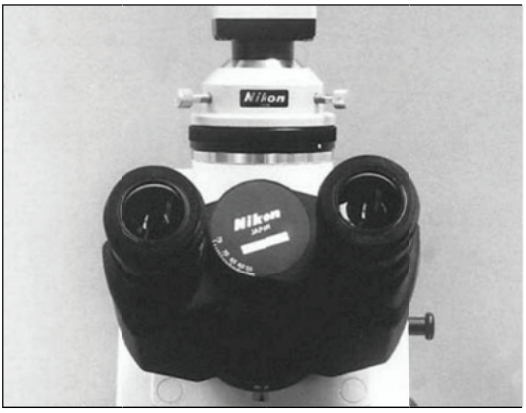
GÖRME MERCEĞİ /OKÜLER

Görme merceği veya oküler, objektif mercek vasıtasıyla büyütülen görüntünün tekrar büyüterek gözümüze aktarılmasını sağlar. Bu şekilde incelenecek numune iki kez büyütülerek gözümüze, fotoğraf makinasına veya bilgisayar ekranına aktarılmış olur. Şayet objektif mercek (M_o) 20X büyütmeli ve görme merceğimizde (M_e) 10X büyütmeli ise, numune toplam 200X büyütme ile gözümüze veya ekrana aktarılmış olur. Bazı mikroskoplarda ara büyütme halkası (A_b) vardır. Bunlar genelde 0.6, 0.8, 1.2, 1.4 ve 1.6 gibi büyütmededir ve ara büyütmeleri sağlar. Ara büyütme halkası devreye girdiğinde büyütme oranı objektif mercek, görme merceği ve ara büyütme halkasının çarpımına eşit olacaktır ($M_o x M_e x A_b$). Ara büyütmeli veya kullanılmıyorsa ara büyütmesi olmaksızın elde edilen bu büyütmeye "*gerçek büyütme"* denir.

Görme merceği birçok mikroskopta genelde 10X büyütmelidir. Ancak bazı görme merceklerinde çok yaygın olmasa da 5, 6.3, 12, 15, 20, 25 ve 30X büyütme kullanılmaktadır. Çoğu mikroskopta görme merceği iki tanedir. Bunların birbirine olan mesafesi kullanıcının göz yapısına göre ayarlanabilir şekildedir. Birçok insanda göz bebekleri arasındaki mesafe 60-70 mm olarak kabul edilir ve mikroskoplarda buna uygun olarak imal edilir (Şekil 3.13). Bazı mikroskoplarda ikili (*binoküler*) görme mercekleri yerine ortada da bir tane daha mercek bulunur ve bu üç mercekli olanlar "*trinoküler*" veya *"üç mercekli*" diye adlandırılır. Bu üçüncü merceğin yerine cam ekran, video kamara, fotoğraf makinası vb. takılarak kullanılır. Şekil 3.14'te ortadaki kapalı olarak gösterilen trinoküler görme merceği verilmiştir.



Şekil 3.13*- Kullanıcı göz bebekleri arasındaki mesafeye göre ayarlanabilen hareketli görme mercekleri [3].*



Şekil 3.14*- Trinoküler mercekli metal mikroskobu. Binoküler merceklere ilave olarak kamera veya başka ekranlara görüntüyü aktarabilen üçüncü bir merceği bulunan metal mikroskobu [4].*

Görme merceği üzerinde büyütme oranı yazılıdır. Bazılarında büyütme oranına ilave olarak ayrıca alan numarası da yazılıdır. Alan numarası inceleme sırasında görünen kısmın alanını belirler. Örneğin; görme merceğinin büyütmesinin yanında "20" yazıyorsa bu alan numarasını gösterir. Numuneyi 100 kat büyüterek inceldiğimizde alan numarası 20 olduğunda numunede incelenen kısmın 0,20 mm çapında olduğunu gösterir. Geniş görme mercekli mikroskoplarda alan numaraları 25-30 arasındadır.

Normal görme merceklerinde genelde iki tane lens bulunur. Göze yakın olan üstteki lens görme merceği, alttaki lens ise alan lensi veya alan merceğidir. Bu lensler planoconvex, yani lensin bir yüzeyi düz diğer yüzeyi konveks yapıdadır. Üç çeşit görme merceği vardır. Bunlar: *Huygenian*, *Ramsden* ve *Compensating görme merceckleridir*. Şekil 3.15'te çeşitli görme merceği örnekleri verilmiştir.

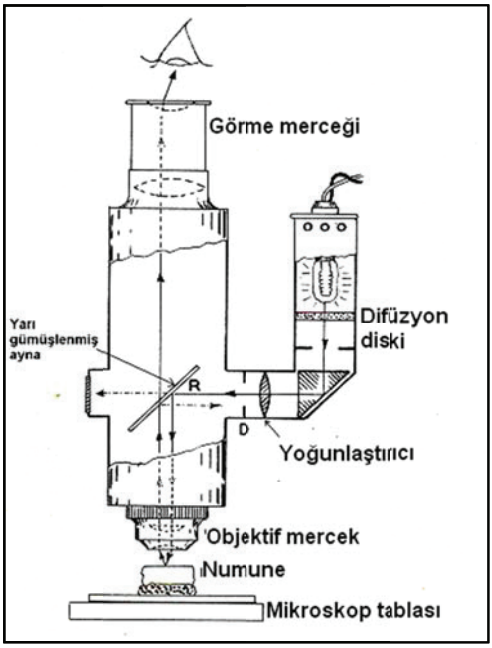


Şekil 3.15- *Mikroskop görme merceği (oküler) örnekleri*

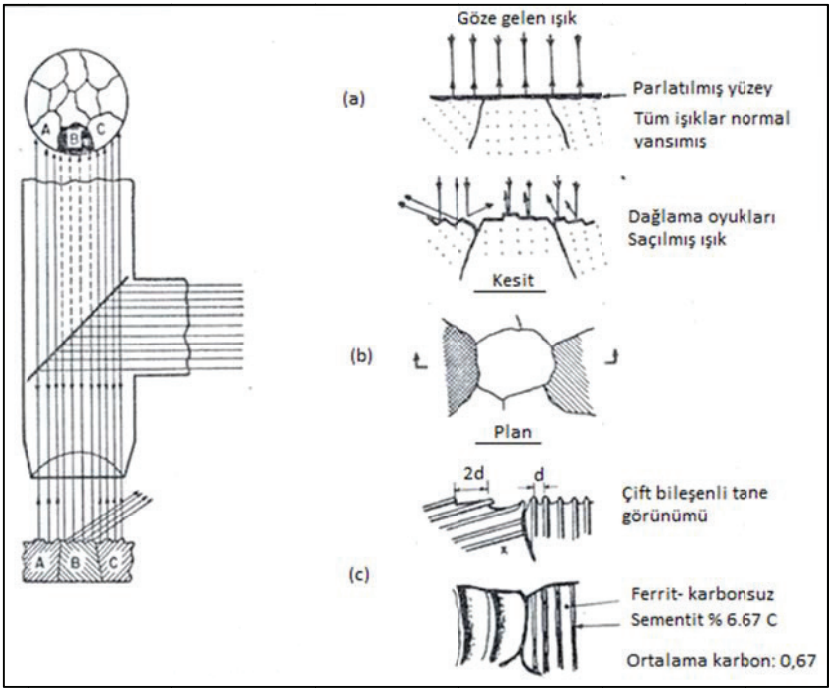
METAL MİKROSKOBUNDA GÖRÜNTÜNÜN ELDE EDİLMESİ

Şekil 3.16'da görüldüğü gibi düz mikroskoplar için hazırlanmış numuneler objektifin altına ve mikroskobun optik eksenine dik olarak yerleştirilir. Işık kaynağından gelen ışık, difüzyon diskinden geçerek yoğunlaştırıcı (D) yardımı ile bir ışık kümesine dönüştürülüp yarı gümüşlenmiş aynaya (R) çarpar. Işık demetinin bir kısmı aynayı geçerken, bir kısmı ayna üzerinden yansıyarak numune üzerine düşer. Numune yüzeyinin değişik ayrıntılarına göre farklı açılarda yansıyarak dönen ışık, yansıma açısına bağlı olarak mikroskobun merceklerinden ve yarı gümüşlenmiş aynadan geçerek (bu sefer de bir kısmı yansıyarak kaybolur) gözümüze görüntü olarak iletilir.

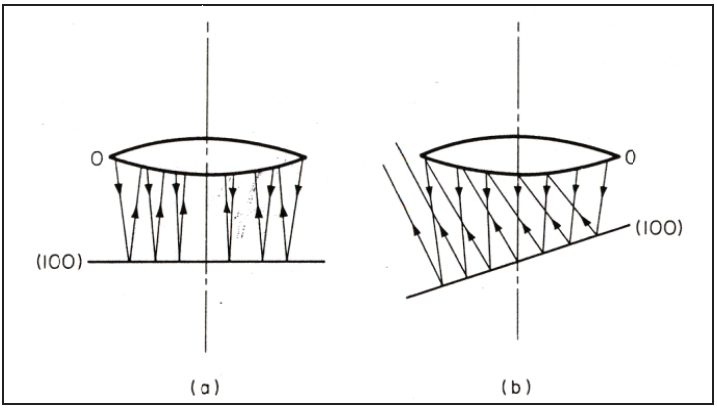
Bilindiği gibi tam yansıyan ışık parlak bir görüntü verirken, yatay düzlemde bir açı yapan eğik yüzeyler eğiklik oranlarına göre daha karanlık görüntü verir. Tane sınırları, kalıntı sınırları, gözenekler ve çizik gibi ana malzeme ile aynı seviyede olamayan bölgeler karanlık görüntü verir. Şekil 3.17-Şekil 3.22'de konum ve tane oryantasyonuna bağlı olarak elde edilmiş görüntüler verilmiştir.



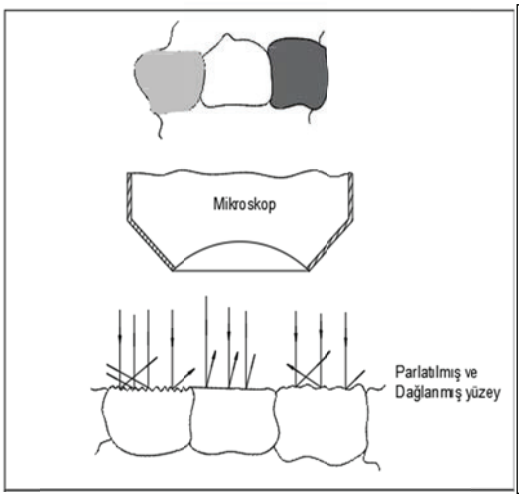
Şekil 3.16- *Standart laboratuvar mikroskobunda görüntünün oluşması için ışık diyagramı [5].*



Şekil 3.17- *Numune konumuna bağlı olarak görüntü oluşumu [6, 7].*



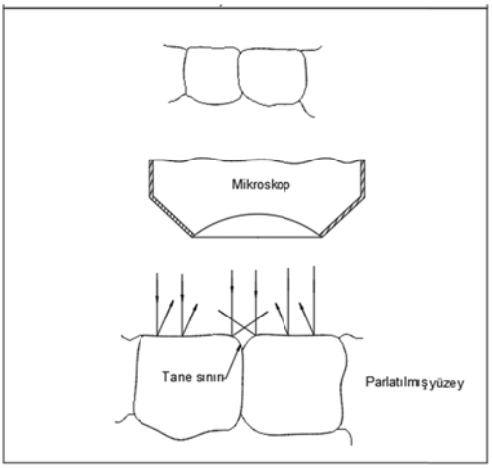
Şekil 3.18- *Tane oryantasyon farkından kaynaklanan renk kontrast değişimi. (a)'daki tanelerden daha fazla ışık objektif lense döndüğünden (b)'ye oranla mikroskopta daha parlak görüntü elde edilir [8].*



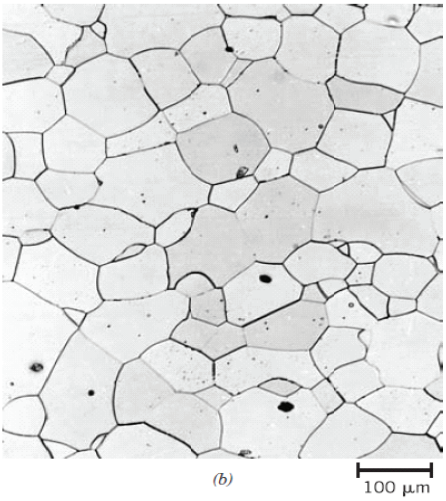
Şekil 3.19- *Parlatılmış ve dağlanmış tanelerin optik mikroskopta görünümü. Farklı tanelerin farklı kristalografik oryantasyonuna veya bileşimine bağlı olarak dağlanmış yüzey düzgünlüğü ve ışığı yansıtma özellikleri [9].*



Şekil 3.20- *Pirinç malzemede farklı oryantasyon ve her bir tanenin dağlamadan farklı şekilde etkileşiminden kaynaklı tane ve ikizlemelerin değişik renk kontrastında görünümü [9].*



Şekil 3.21- *Tane içi ve tane sınır bölgelerinin şematik gösterimi. Tane sınırında dağlamadan kaynaklı oyuklar oluşmuştur. Mikroskop altında bu bölge incelendiğinde, düz olan tane içlerinden yansıyan ışık objektife tekrar dönerken, dağlamadan fazlaca etkilenmiş olan tane sınırlarında ise ışık demeti objektife değil sağa-sola saçılmakta, bunun neticesinde de tane sınırları koyu, tane içleri ise daha açık renkli görülmektedir [9].*

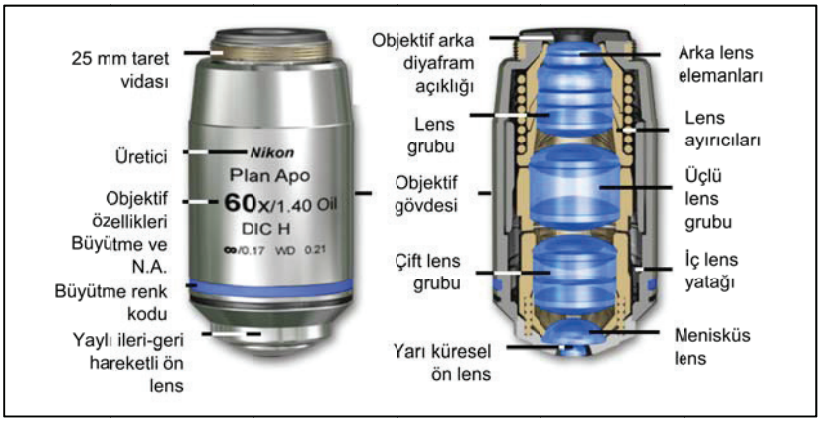


Şekil 3.22- *Tane sınırı ve tane içi renk farkının Fe-Cr alaşımında gerçek bir mikro yapı üzerinde gösterimi. Tane sınırlarındaki dağlama oyukları neticesinde mikroskoptan gelen ve numune yüzeyine çarpan ışık demeti saçılıp objektif merceğe geri dönemediği için bu bölgeler daha koyu, daha düz olan tane içleri ise yansıyan ışığın objektif mercekten görme merceğine ve göze aktarılmasından dolayı daha açık ve parlak görülmektedir [9].*

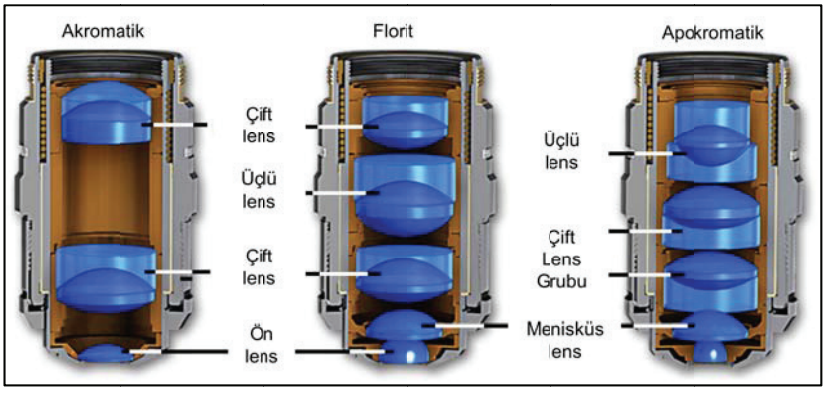
OBJEKTİF MERCEK

Herhangi bir optik mikroskop genelde iki mercekten oluşur. Bunlar, objektif mercek ve görme merceğidir. Objektif mercek, görüntünün kalitesi ve ince detayların görünümünü etkileme açısından mikroskobun en önemli parçalarından biridir. Şekil 3.23'te bir objektif mercek ve kesiti ile merceğe ait lensler, Şekil 3.24'te ise objektif mercek türleri ve buna bağlı olarak kesit görüntüleri verilmiştir. Çizelge 3.2'de optik mikroskopta objektif mercek türü ve sayısal açıklığa bağlı olarak çözünürlüğün değişimi, Çizelge 3.3'te ise sabit bir sayısal açıklıkta ışık dalga boyunun çözünürlük üzerine etkisi verilmiştir. Objektif merceğin işlevleri genel hatları ile aşağıdaki gibi sıralanabilir:

- Büyütme,
- Sayısal açıklık,
- Ayırma gücü,
- Alan derinliğidir. Bunlarla ilgili kısa bilgi aşağıda verilmiştir.



Şekil 3.23-. *Objektif mercek üzerinde bulunan bilgiler [2].*



Şekil 3.24. *Objektif mercek türleri ve kesitleri [2].*

Çizelge 3.2. *Optik mikroskopta objektif mercek türü ve sayısal açıklığa bağlı olarak çözünürlüğün değişimi (SA = sayısal açıklık) [2].*

	Objektif lens türleri					
	Akromatik		Florit		Apokromatik	
Büyütme	SA	Çözünürlük (µm)	SA	Çözünürlük (µm)	SA	Çözünürlük (µm)
X4	0.10	2.75	0.13	2.12	0.20	1.375
X10	0.25	1.10	0.30	0.92	0.45	0.61
X20	0.40	0.69	0.50	0.55	0.75	0.37
X40	0.65	0.42	0.75	0.37	0.95	0.29
X60	0.75	0.37	0.85	0.32	0.95	0.29
X100	1.25	0.22	1.30	0.21	1.40	0.20

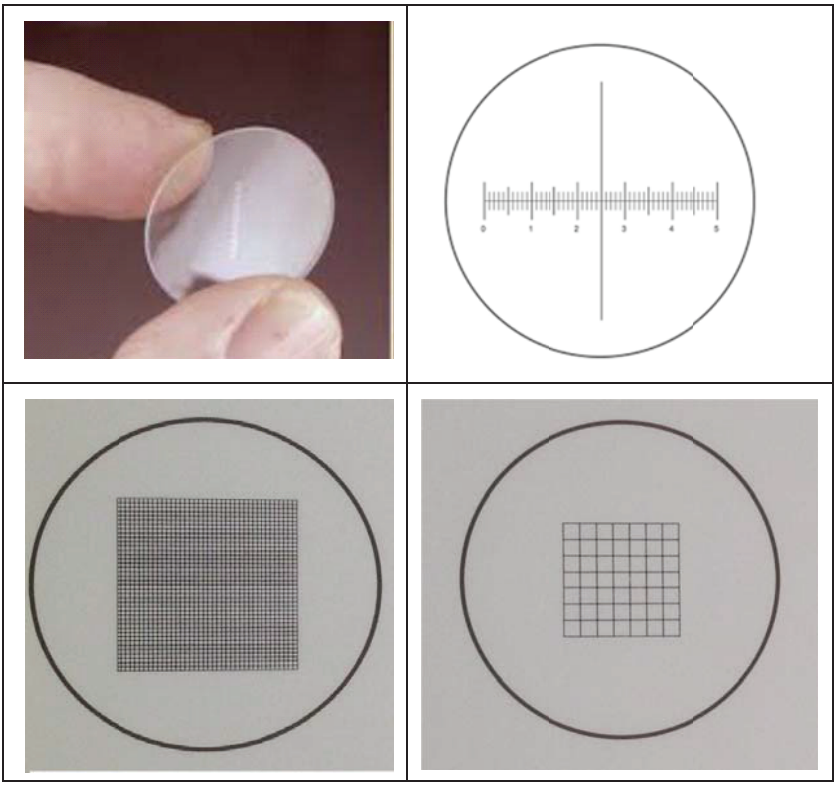
***Çizelge 3.3**-Sabit bir sayısal açıklıkta (SA=0.95) ışık dalga boyunun çözünürlük üzerine etkisi [2].*

Işık dalga boyu (nm)	Çözünürlük (µm)
360	0.19
400	0.21
450	0.24
500	0.26
550	0.29
600	0.32
650	0.34
700	0.37

Büyütme: Mikroskobun esas görevi objektif mercek tarafından oluşturulan görüntüyü görme merceği ile de destekleyerek görüntü kalitesini bozmadan büyüterek göze veya ekrana iletmektir. Mikroskopta istenilen büyütme, merceğin odaklama oranı ile doğrudan ilgilidir. Kısa mesafede büyütme oranı yüksek olacaktır. Burada, büyütmeye ilave olarak merceğin ince detayları çözebilme gücü de önemlidir. Bu, objektif merceğin özelliğine bağlıdır ve kesin hatlarla belirlenmiş net resim ve görüntü almada önem arz eder. Objektif merceğin temel görevi, numune yüzeyinin gerçek büyütülmüş görüntüsünü görme merceğinin görüntü düzlemi üzerinde oluşmasını sağlamaktadır. Bunun için merceğin kesin bir uzaklık aralığına yerleştirilmiş olması gereklidir. Çoğu mikroskopta bu uzaklık 160-250 mm kadardır. Objektif merceğin, görme merceğinin yardımı olmaksızın büyütme kapasitesi vardır. *"Ön büyütme"* olarak bilinen bu büyütme objektif üzerinde yazılıdır (10X, 20X gibi).

Görme merceği de (M_e) ön büyütmeye sahiptir. Objektif (M_o) ve görme merceklerinin büyütme oranları beraberce "*toplam büyütme*" olarak adlandırılır ve mikroskopta yapılan inceleme veya görüntü, toplam büyütme üzerinden değerlendirilir. Bazı mikroskoplarda bulunan ara büyütme halkası (A_b) sayesinde ara büyütmeleri elde etmek mümkün olmaktadır. Görme merceği ve objektif merceğin çarpımı ile elde edilen numune büyüklüğü, ara büyütme ile de çarpılarak gerçek büyütme değeri elde edilir.

Kesin büyütme değeri, bilinen bir uzunluğun mikroskop ile ölçümü neticesinde ortaya çıkar. Bu da üzerine uzunluklar ve ızgaralar işlenmiş görme mercekleri kullanılarak yapılır. Şekil 3.25'te üzerine farklı uzunluklar ve ızgaralar işlenmiş örnekler verilmiştir.



Şekil 3.25- *Gerçek büyüklük ve mesafeleri göstermek için görme merceği üzerine işlenmiş çeşitli kalibrasyon ızgaraları [3, 10].*

Sayısal Açıklık (SA): Numunenin görüntü netliği, kullanılan objektif mercek ile ilgili olmasına karşılık sayısal açıklıkla da doğrudan ilgilidir. Objektifin ince detayları ayırt edebilmesi, objektifen gelen ışık miktarına bağlıdır (Şekil 3.26). Yani birbirine çok yakın olan çizgilerin net bir şekilde ayrı olduklarını gösterebilme özelliğidir. Sayısal açıklık büyüdükçe objektifin ayırt etme gücü de artar. Objektif merceğin "*görüş açısı*" ya da veya tersten bakıldığında "*ışık toplama gücü*" olarak tanımlanan sayısal açıklık, aşağıdaki bağıntı ile verilir:

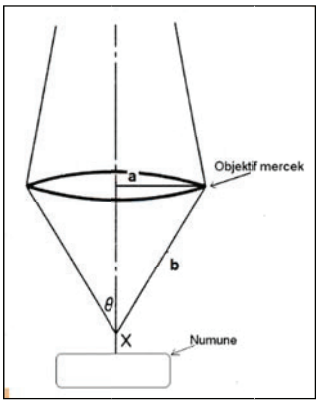
Sayısal Açıklık (SA) = μ.Sin θ veya

(SA) = a/b

Burada;

μ = Işığın geçtiği ortamın kırılma indisi,

θ = objektif merceğin tepe açısının yarısıdır.



Şekil 3.26- *Objektif merceğin ışık toplama gücü [8].*

Sayısal açıklık, ışığın geçtiği ortamın kırılma indisine bağlı olarak da değişir. Objektif mercek normal hava ortamında kullanıldığında havanın kırılma indisi μ_h=1.00 olduğu için sayısal açıklık düşük olacaktır. Oysa yağ lensleri kullanılarak ışığın hava ile temas etmeden doğrudan yağ ortamından geçişi sağlandığından ve yağın kırılma indisi havadan daha büyük (μ_y=1.50) olduğundan sayısal açıklık %50 daha artacaktır. Bu durumda normal lenslerle hava ortamında görülemeyecek detayları daha yüksek büyütmede yağ lensleri ile çok daha net bir şekilde görmek mümkün olacaktır. Ancak yağ lensleri kullandıktan sonra hem numunenin hem de lensin temizlenmesi gerektiğinden bu lensler metalografik incelemelerde pek yaygın kullanılmaz. Yağ lensleri yüksek büyütmede kullanıldığı için inceleme sırasında mercek ile numune arası mesafe oldukça yakındır. Bir damla yağ numuneye, bir damla da yağ lensine döküldüğü zaman ışık hava ile temas etmeden sadece yağ ortamından geçeceğinden, bu da sayısal açıklığın artmasına sebep olacaktır. Konu ile ilgili örnek 3.1'de verilmiştir:

Örnek 3.1. Tepe açısı (θ) = 50^o olan bir objektif mercek hava ortamında kullanıldığında;

μ_h = 1.00 olacağından;

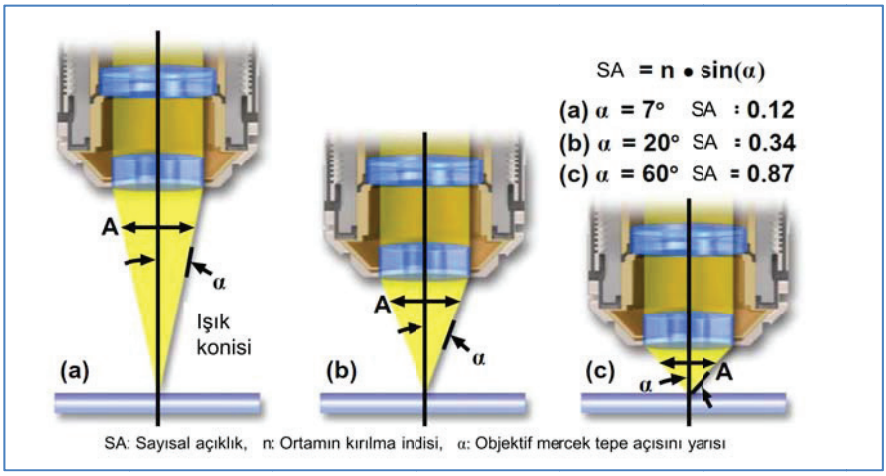
S A = 1.00 x Sin 25 = 0,42'dir.

Halbuki yağ ortamında kullanıldığında μ_y = 1.50 olacağından

S.A = 1.50 x Sin 25 = 0,63'tür.

Bu da sayısal açıklığın ayırma gücünü de ortaya çıkarır.

Şekil 3.27'de ışık toplama gücü ile ilgili başka bir örnek verilmektedir. Şekilde 7^o, 20^o ve 60^o tepe açısının yarısı sahip olan üç farklı lensin çalışma mesafeleri ve sayısal açıklıkları gösterilmektedir. Bu da (c)'nın ışık toplama gücünün dolayısı ile SA'nın (a) ve (b) deki lenslerden çok fazla olduğunu göstermektedir.



***Şekil 3.27**-Sayısal açıklık değeriyle çalışma mesafesinin (W.D.) değişimi [2].*

Çözünürlük: Ayırma Gücü (AG) olarak da bilinen çözünürlük, birbirine çok yakın iki noktanın birbirinden net olarak ayırt edilebilmesini belirtir. Çözünürlük objektifin sayısal açıklığı ve kullanılan ışığın dalga boyuna bağlıdır. Sayısal açıklığın yüksek, kullanılan ışıdığın dalga boyunun düşük olması mikroskobun çözünürlüğünün artmasını sağlar. Yüksek sayısal açıklığa sahip yağ lenslerinin çözünürlüğü 0.2 µm kadardır. Objektifin açıklığı tamamen ışıklandırılmış ise, en büyük çözünürlük elde edilir. Çözünürlük değeri aşağıda gösterildiği şekilde Abbe eşitliği olarak bilinen eşitlikle verilir:

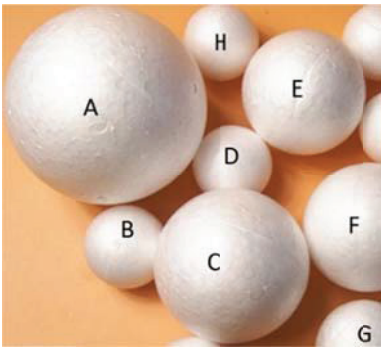
$$\text{Çözünürlük} = \frac{\lambda}{2\,(SA)}$$ bağıntısı ile verilir.

Burada; λ=kullanılan ışığın dalga boyu, SA ise objektif merceğin sayısal açıklık değeridir. Örneğin, mikroyapı resim çekmede kullanılan yeşil ışığın dalga boyu 584 nm'dir.

Bu nicelik, odaklama durumunda birbirinden ayrı olarak görülebilecek en yakın iki nokta arasındaki uzaklık olarak tanımlanır. İnsan gözü 25 cm mesafeden yaklaşık olarak 0.11 mm yakınlıktaki iki nesneyi birbirinden net olarak ayırt edebilir. Daha yakın mesafedeki nesneleri ise birbiri ile temas ediyormuş gibi algılar. Benzer şekilde, demiryolu raylarına bakıldığında, belirli bir mesafe sonunda rayların birbiri ile birleşmiş olduğu görülür (Şekil 3.28). Bu yanılma aslında gözümüzün ayırma gücünden kaynaklanmaktadır. Şekil 3.29'da de görüldüğü gibi birbirine çok yakın nesneler birbiri ile temas halinde görülür. Şekilde A ve B küreleri hariç bütün küreler birbiri ile temas halindedir. A ve B deki küreler birbiri ile temas etmemesine rağmen belli bir mesafeden bakıldığında temas ediyor gibi görülmektedir. Bu durum bizim gözümüzün ayırma gücünün yetersizliğinden kaynaklanmaktadır.



Şekil 3.28- *Demiryolu raylarının ilerde birleşiyor gibi görünmesi göz yanılması olarak bilinir. Aslında bu yanılgı gözümüzün ayırma gücünün yetersiz olmasından kaynaklanmaktadır.*



Şekil 3.29- *Şekildeki kürelerin tamamı birbiriyle temas halinde görünmektedir. Oysa A ile B temas etmemektedir. Bu durum gözümüzün ayırma gücünden kaynaklanmaktadır.*

Mikroskobun ayırma gücünü artırmak için yeşil ışıkla (λ≅584 nm) birlikte özel yağlar kullanılır. Fakat yağ lenslerinin kullanımında pratikte bazı zorluklar nedeni ile kısa dalga boylu ışınlarla çalışan elektron mikroskopları çözünürlüğü artırmada tercih edilir. Yukarıdaki bilgilere ilave olarak optik mikroskoplarda ayırma gücünü artırmak amacıyla farklı renklerde filtreler kullanılır. Kısa dalga boylu ışınlar renk tayfında mor-mavi-yeşil grubunun sonuna kadar, uzun dalga boylu ışınlarda renk tayfında turuncu-kırmızı grubunun sonuna kadar olanlardır. Bu nedenle mikroskopta fotoğraf çekilirken daha net ve hatların keskin olması için genelde yeşil filtre kullanılır.

Örnek 3.2- Çözünürlüğü ve ön büyütmesi X100 olan bir objektif mercek, dalga boyu (λ) 0.00584 mm (=584 nm) olan yeşil ışık kullanıldığında;

$$\text{Çözünürlük} = \frac{\lambda}{2\,(SA)} = \frac{0.00584}{2\,(1)} = 0.000292 \text{ mm} = 0.292\ \mu\text{m'dir.}$$

Bunun anlamı; bu mercek, (0.292 μm) ve daha büyük aralıklardaki çizgileri birbirinden net olarak ayrılabilecek şekilde görüntü verecektir. Bu durumda daha ince ayrıntıları ayırt etmek mümkün olmaz.

Yukarda bahsedilen objektif ile 0.000292 mm aralıklı çizgilerin gözümüzce ayırt edilebilmesi için minimum büyüklük (k);

$$0.000292.(k) = 0.11$$

$$k = \frac{0.11}{0.000292} = 376\text{'dır.}$$

O halde toplam büyütme 376 olmalıdır. Bu durumda ön büyütmesi 100X olan bir objektif mercek kullanıldığında görme merceğinin büyütmesi 5X olmalıdır.

Mikroskopların kalitelerine göre maksimum büyütme kapasiteleri vardır. Bu bazı mikroskoplarda 1000, bazılarında 2000-2500 büyütmeye kadar çıkabilmektedir. Optik mikroskopta bu sınırın üzerindeki büyütmeler "*boş büyütme*" olarak adlandırılır ve bundan sonra detaylarla ilgili ekstra bir bilgi almak mümkün değildir.

Alan Derinliği (AD): Objektif merceğin bir başka önemli görevi alan derinliği veya odaklama derinliğidir. Odaklama yitirilmeden numune yüzeyi üzerindeki değişik yükseklikteki noktaların birlikte görülebilme özelliğidir. Bu da objektifin veya numune konulan tablanın dikey olarak odaklama kaybedilmeden maksimum hareket etme kabiliyetidir. Diğer bir ifade ile görüntünün üçüncü boyutunun netliğidir. Alan derinliği en yüksek ve en düşük noktalar arasındaki dikey uzaklık şeklinde ifade edilir. Alan derinliği eşitlikten de görüleceği üzere sayısal açıklığın tersidir:

AD = $\frac{1}{2\,(SA)^2}$ değeri ile orantılıdır veya,

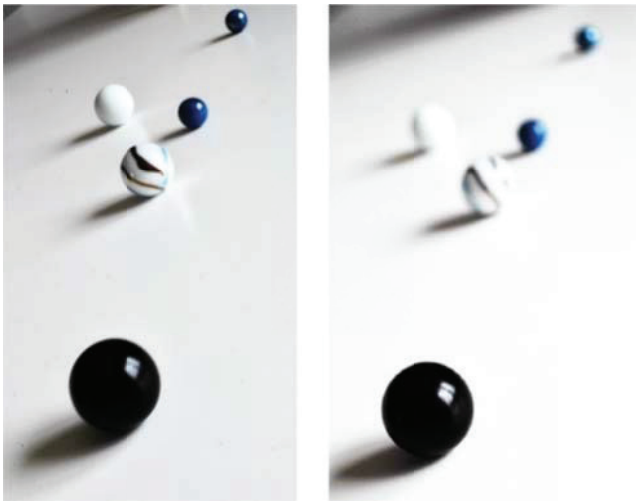
AD = $\frac{\mu\lambda}{2\,(SA)^2}$ şeklinde verilebilir.

Özellikle dağlanmış numunelerde farklı fazlar dağlama çözeltisinden farklı şekilde etkilenir. Alan derinliği iyi olan mikroskoplarda hem dağlanmış (parlatılmış yüzey seviyesinden aşağıdaki yapılar) hem de dağlanmamış veya az dağlanmış fazları (parlatılmış yüzeyle eşit seviyedeki yapılar) ve tane sınırları (yüzey seviyesinden aşağıdaki yapılar) ile diğer düzensizlikleri birlikte net olarak görmek mümkündür.

Düzgün olmayan yüzeyler incelendiğinde SA değeri küçük bir mercek seçilmelidir. Optik mikroskopların alan derinliği yeterli olmadığı için özellikle çok girintili çıkıntılı yapıya sahip olan kırık yüzey görüntüleri SEM ile incelenir ve çok net görüntüler elde edilir. Ancak daha az girinti çıkıntılı yapılarda optik mikroskoplar tercih edilir.

Bir objektif merceğin en önemli özelliği onun büyütme gücü değil, sayısal açıklık değeridir. Çünkü bir kez ayırma sınırı değerine ulaşıldığında bu SA değerine ters orantılı olduğundan büyütmeyi artırmanın hiç bir anlamı ve daha fazla ayrıntı görmenin imkanı yoktur. Bu nedenle SA değerine ilişkin büyütme değerinden yüksek büyütmeye '*boş büyütme*' adı verilir. Aşağıda Şekil 3.30'da alan derinliğine bağlı olarak elde edilen görüntüler verilmiştir. Soldaki resimde hem öndeki büyük bilye net bir şekilde görülürken aynı zamanda en arkadaki küçük bilye de net

olarak görülmektedir. Buna karşın sağdaki resimde öndeki büyük bilye net bir şekilde görülürken arkadaki küçük bilye net olarak görülememektedir. Sağdaki resimde her iki kürenin de net olarak görülememesinin sebebi kullanılan mikroskobun alan derinliğinin yeterli olmamasındandır.



Şekil 3.30- *Farklı alan derinliklerine sahip fotoğraf makinaları ile çekilmiş iki resim arasındaki derinliğe bağlı olarak oluşan netlik farkı açık bir şekilde görülmektedir.*

MERCEK KUSURLARI

Çok özel olarak hazırlanmış mercekler hariç, genel laboratuvarlar mikroskoplarında kullanılan diğer bütün mercekler çeşitli kusurlar içerebilir. Monokromatik ışık kullanımında aşağıda belirtilen hata türleri görülebilir. Bunlar:

a) Sferik (küresel) kusurlar,
b) Koma,
c) Astigmatizm,
d) Görüntünün kavislenmesi,
e) Görüntünün bozulmasıdır.

Yaygın olarak kullanılan beyaz ışıkla yapılan incelemelerde yukarıdakilere ilave olarak aşağıdaki kusurlar da görülebilir:

a) Boyuna kromatik kusurlar,
b) Enine kromatik kusurlar.

Bu nedenle optik mikroskoplarda kusurları giderilmiş özel mercekler kullanılmalıdır. Mercek kusurları hakkındaki kısa açıklamalar aşağıda, bunların şematik gösterimi Şekil 3.31-3.33'de verilmiştir.

Sferik kusurlar

Bu kusur, merceğin farklı bölgelerinden gelen ışınların eksen boyunca farklı bölgelerde odaklanmasından kaynaklanmaktadır (Şekil 3.31.a). Dolayısı ile gelen ışınlar tek bir noktada odaklanma yerine, eksen üzerinde farklı noktalara düşmektedir. Bu kusuru azaltmak için mercek önüne bir diyafram konulmak suretiyle eksene yakın olan ışınlar ile görüntü elde edilir. Ancak ışınların bir kısmının kullanılamaması görüntünün parlaklığını azaltır. Bu da yüksek büyütmede ve özellikle mikro fotografide görüntü kalitesini olumsuz yönde etkiler. Diğer bir alternatif çözüm ise, yüksek büyütme kapasiteli yağ lenslerini kullanmak ve numuneyi sapma olmayacak şekilde bir yere yerleştirmek suretiyle yapılır. Bu durumda diyafram kullanılmasına gerek yoktur, dolayısı ile numune görüntüsündeki parlaklığında herhangi bir azalma meydana gelmeden görüntünün elde edilmesi mümkün olur.

Koma

Sferik kusurlara karşı merceklerde gerekli düzenlemeler yapılmış olsa bile, numunenin eksen üzerinden kayması ile oluşan hatalar da bir tür sferik hatadır ve bunlar *"koma"* olarak adlandırılır (Şekil 3.31.b). Numunedeki küresel veya noktasal görüntülerde kuyruklu yıldız şeklindeki hatalar ve görüntünün arkasında gölgelenmeye neden olur. Eksenin farklı bölgelerinden geçen ışınlar farklı bölgelerde görüntü verir. Şekil 3.31.b'de görüldüğü gibi eksenel olmayan nesnenin görüntüsü I_1'de oluşur. Şekilde A ile gösterilen ışın, mercekten büyük açılı bir bölgeden geçerek I_2'de görüntüyü oluşturur. B ile gösterilen ışın ise merceğin daha dış kısmından geçerek I_3 görüntüsünü meydana getirir. Kısaca 'O' noktasındaki bir nesnenin görüntüsü I_1-I_3 aralığına yayılır. Bunun sonucu olarak da mercek bölgesinin tamamında oluşan A ışınlarının oluşturduğu halkalar I_2'de daireye benzer bir görüntü meydana getirir. Bu halkaların çapı, mercekten geçen ışınların eksene olan uzaklığı ile artar. Elde edilen görüntü, birbiri üzerinde oluşan ve I_1'den uzaklaştıkça artan halkalardan oluşur. Bu durumda ışık şiddeti en fazla I_1 ile gösterilen bölgededir ve halkaların çapına bağlı olarak ışık şiddetinde azalma meydana gelir. Merceğin dış kısmındaki ışınların geçişini engelleyecek bir diyafram kullanılarak sadece iç kısımlardaki ışınların kullanılması ile bu problem azaltılır veya merceğin eğimli kısmının uygun şekilde düzeltilmesi ile (taşlanmasıyla) hatanın giderilmesi mümkün olur.

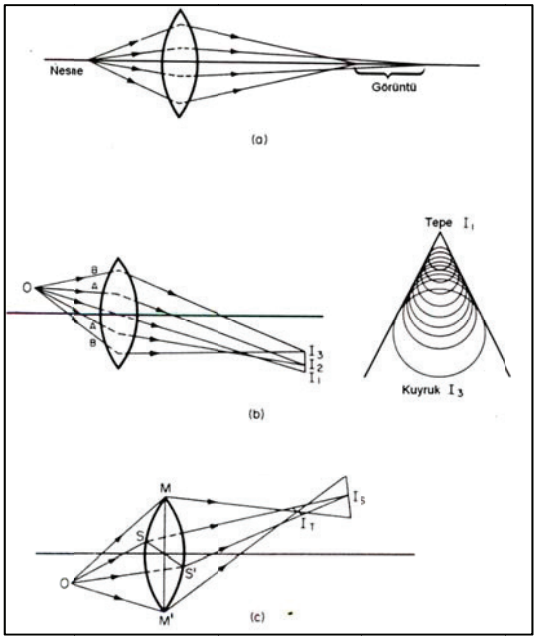
Astigmatizm

Merceğin esas ekseninden uzakta bulunan bir nokta numunenin görüntüsü, merceğe teğet ışınlardan oluşursa Şekil 3.31.c'de gösterilen bir çizgi görüntü ve daire meydana gelir. Bu karmaşık görüntü, astigmatizm olarak bilinir. Lense en

yakın noktada (şekilde I_T ile gösterilmiştir) bir yatay çizgi şeklini alır, odaklama lensten uzaklaştıkça görüntü oval, iki uç arasında da dairesel olarak görülür. Sonunda şekilde I_S ile gösterilen bölgede ters olarak bir çizgi halinde görülür. Burada MM' merceğinin düşey çapı ve SS' ise yatay çap olarak tanımlanır. Bu durumda OM-OM' teğet ışınların görüntüsü I_T bölgesinde ve OS-OS' teğet ışınlarının görüntüsü de I_S bölgesinde oluşur. Optik lenslerdeki astigmatizm (elektron mikroskopların aksine) lens tasarımcısının dış bükey ve iç bükey lens parçalarının uygun kombinasyonu ve doğru seçimi ve bunlara ilave olarak farklı yayınım özelliklerine sahip doğru camların seçimi ile giderilebilir.

Görüntünün kavislenmesi

Bu hata türünde, düz bir yüzeye sahip olan cismin görüntüsü kavisli olarak görülür. Bu kavis, cismin esas eksenden uzaklaşmasına bağlı olarak merceğin odaklama uzaklığının değişmesinden kaynaklanır. Hatanın giderilmesi, mercek yarıçapının değiştirilmesi veya dikkatli tasarım ile ortadan kaldırılabilir.

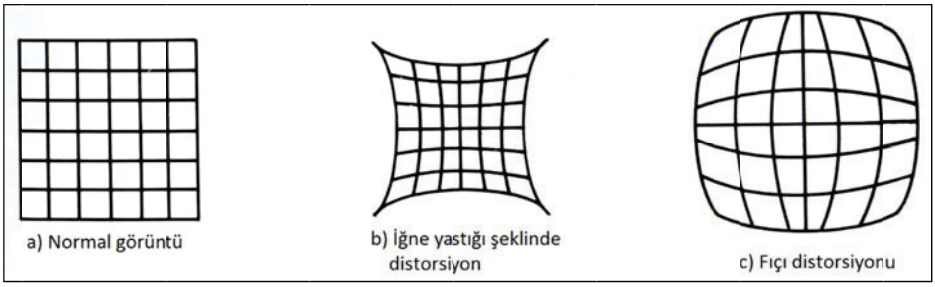


Şekil 3.31- *Mercek kusurları. (a) Sferik kusur, (b) Koma, (c) Astigmatizm [8].*

Görüntünün çarpılması (Distorsiyon)

İncelenmekte olan malzemenin büyütülmesinde kullanılan lensin merkezi ile kenar kısımları arasında büyütme oranı açısından fark olduğunda meydana gelen bir hata türüdür. Başka bir deyişle optik eksenden olan uzaklığı ile büyütmede meydana gelen değişmedir. Merceğin merkezinde daha yüksek büyütme *"fıçı*

distorsiyonu"na sebep olurken kenarlarda daha yüksek büyütme ve merkezde daha düşük büyütme "*iğne yastığı*" şeklinde bozulmaya sebep olur. Optik eksenden uzaklaşıldıkça büyütme oranı arttığında görüntü Şekil 3.32.a'daki normal görüntü yerine Şekil 3.32.b'de gösterildiği gibi dış kısmı daha büyük ve iç kısımları daha dar bir hal alır. Bu görüntü iğne yastığına benzediği için "*iğne yastığı"* şeklinde hata denilmektedir. Eksenden olan uzaklık arttıkça büyütme küçülüyorsa, tabiatıyla görüntünün dış kısımları daha küçük görülür ve fıçıyı andırır bir görüntü ortaya çıkar. Bu nedenle bu tür hataya da "*fıçı distorsiyonu*" denir (Şekil 3.32.c). Distorsiyona sebep olan ışınların eksenden uzaklaşması, bir giriş merceği kullanılmak suretiyle engellenebilir. Ancak günümüzde kullanılmakta olan mikroskoplarda bu tür hatalar çok daha az karşımıza çıkmaktadır.



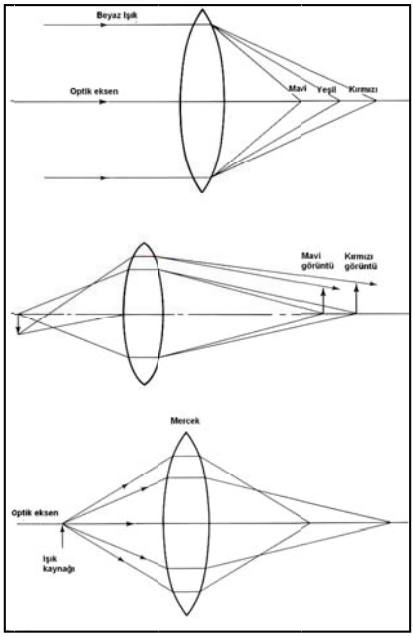
***Şekil 3.32**- Distorsiyonsuz ve distorsiyondan kaynaklanan görüntü bozuklukları. (a) Normal görüntü, (b) iğne yastığı distorsiyonu, (c) fıçı distorsiyonu [11].*

Boyuna kromatik kusurlar

Camın ışığı dağıtma özelliği göstermesinden dolayı, kırılma indisleri ışığın dalga boyuna bağlı olarak farklılık gösterir. Görünür ışık spektrumunda mavi ve morun kırılma indisleri, daha uzun dalga boyuna sahip olan turuncu ve kırmızıdan daha büyüktür. Bunun sonucu olarak dış bükey merceklerde oluşan görüntü Şekil 3.33'te görüldüğü gibi normal odaklama bölgesinde oluşmak yerine dalga boyu uzunluğuna bağlı olarak değişir. Kısa dalga boyunda oluşan görüntü daha içerde yani lense daha yakın bir eksende meydana gelirken, uzun dalga boyunda, lense daha uzak bir noktada meydana gelir. Şekilde de görüldüğü gibi mavi, yeşil ve kırmızı (ışık dalga boyları da kısadan uzuna doğru bu sıralamadadır) renkleri arasında bir karşılaştırma yapılacak olursa en yakın odaklama mavide, daha sonra yeşilde ve lense en uzak odaklama kırmızda olacaktır. Buna "*boyuna kromatik kusur*" denir ve görüntünün odaklanmasına bağlı olarak görüntü etrafında farklı renklerde halkalar oluşur. Bu hata düşük dağılımlı dış bükey merceklerin, yüksek dağılımlı sert ve hafif iç bükey mercekle bir arada kullanılması ile önlenebilir.

Enine kromatik kusurlar

Düzeltilen lenslerde kalan kalıcı hatalar "*enine kromatik kusur*" veya "*büyütmede kromatik fark*" olarak adlandırılır. Enine kromatik kusurda esas eksen dışında kalan bir cisim beyaz ışıkla aydınlatıldığında görüntüde merkeze doğru radyal olarak yönlenmiş lineer spektrum oluşur (Şekil 3.33). Mavi ışıkta oluşan görüntü, kırmızı ışıktaki görüntüden daha büyük olur. Bu etki gönderilen ışının eğimi artıkça daha fazla olur. Bunun sonucu olarak büyütme renge bağlı olarak değişir. Enine kromatik kusurlar merceklerin uygun kombinasyonları ile ortadan kaldırılabilir. Kromatik büyütme farkı özel olarak hazırlanmış düzenleyici görme merceğinin kullanımı ile giderilebilir.



Şekil 3.33- *Boyuna (üstte), yanlamasına (ortada) ve enine (altta) kromatik kusurun ışın diyagramları yardımı ile şematik gösterilişi [8].*

MİKROSKOPTA AYDINLATMA TÜRLERİ

Metal mikroskobu ile en yaygın inceleme şekli klasik inceleme yöntemi olarak bilinen *"aydınlık alan uygulaması"* veya *"aydınlık alan aydınlatması"* olup, numunenin optik eksene dik olarak yerleştirilip, ışığın numune üzerine dik olarak düşürülmesi ile yapılır. Fakat bazı durumlarda, gerek numuneden gerekse metalografik hazırlıktan kaynaklanan bazı problemler oluşur. Bunları ortadan kaldırabilmek ve daha detaylı bir inceleme ve kontrast için *aydınlık alan aydınlatması*na ilave olarak aşağıda belirtilen farklı inceleme yöntemleri de kullanılır:

- Eğik alan aydınlatması,
- Karanlık alan aydınlatması,
- Faz zıtlığı yönetimi,
- Diferansiyel interferens tekniği,
- Polarize ışık yöntemi.

Bu metotlar aşağıda kısaca anlatılmıştır. Ayrıca mikroskoba gerekli ilaveler yapılarak nicel metalografi incelemeleri için;

- Görüntü analiz cihazı ve yüksek sıcaklıkta malzemelerde meydana gelen değişiklikleri incelemek için,
- Yüksek sıcaklık mikroskobu kullanılır. Bunlarla ilgili kısa bilgiler aşağıda verilmiştir:

Aydınlık Alan Aydınlatılması: Metalografik numunelerin incelenmesinde kullanılan en yaygın metottur. Mikro yapı görüntülerinin çoğu bu metot kullanılarak alınır. "*Dikey aydınlatma"* olarak da bilinen bu yöntemde beyaz ışık kullanılır ve incelenen numune yüzeyi mikroskobun optik eksenine dik olarak yerleştirilir. Numune yüzeyine çarparak dönen ışınların çoğu objektif mercekten geçerek gözümüze görüntü olarak iletilir (Şekil 3.34.a) Numune yüzeyi ile aynı seviyede olmayan tane sınırı, çatlak veya gözenek gibi düzensizlikler varsa, çarpan ışınlar saçılıp objektif mercek üzerine düşmeyeceğinden gözümüze ulaşmaz ve bu bölgeler mikroskopta daha karanlık olarak görülür. Dağlanmış bir yapıda tane sınırlarının veya bazı tanelerin koyu renkli görülmesinin sebebi budur.

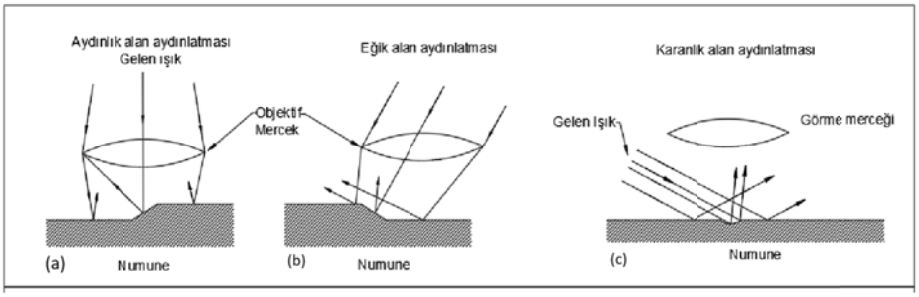
İnceleme yapılacak numunelerde yeterli renk kontrastı varsa, yüksek ayırt edebilme gücüne ulaşmak mümkündür. Uygun dağlama yapılan numunelerde yüksek kontrast elde edilebilir. Şekil 3.34'te aydınlık alan aydınlatılması, eğik alan aydınlatılması ve karanlık alan aydınlatılması ile ilgili ışık akış diyagramı verilmiştir.

Eğik Alan Aydınlatılması: Özellikle yüzey çıkıntıları ve düzensizliklerinin incelenmesinde kullanılır. Uygulamada yoğunlaştırıcı mercek ya da yoğunlaştırıcı deliği optik eksenden hafifçe kaydırılır (Şekil 3.34.b). Kaydırma ile görüntü zıtlığı arasında doğru orantı vardır. Işığın yoğunlaştırma deliğinden gelmesi ve esas eksenden kaymış olması nedeni ile sayısal açıklıkta azalma ve görüntü çözünürlüğünde düşme görülür. Bu metotla yüzey çıkıntıları gibi düzensizlikler diğer bölgelerden daha net, hatta üç boyutlu olarak görülür.

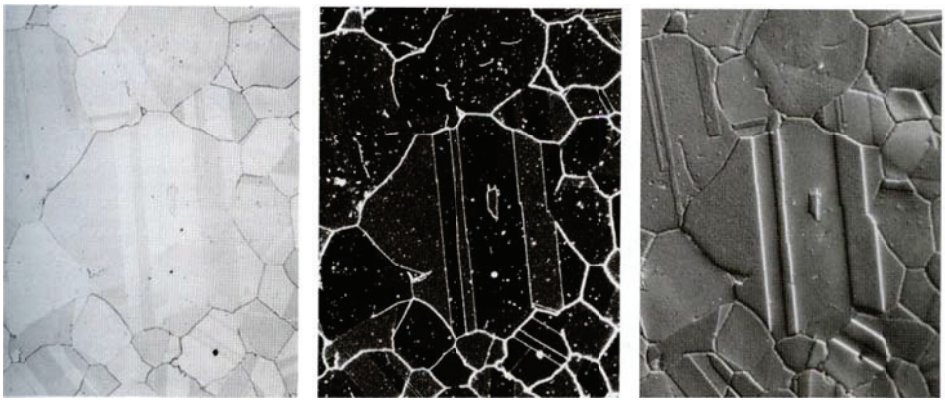
Karanlık Alan Aydınlatılması: Aydınlık alan aydınlatmasının tam tersi olan karanlık alan aydınlatmasında normal şartlarda karanlık görülen bölgeler aydınlık, aydınlık görünen bölgeler de karanlık görülür. Hatta bazen hiç göremeyeceğimiz ayrıntıları da bu yöntemle görmemiz mümkün olur. Aydınlık alan aydınlatması ile

elde edilemeyen renk kontrastını oluşturmak için kullanılan bir metottur. Küçük parçacıkların tespit edilmesi ve yüksek kontrasta sahip olmayan ve aydınlık alan aydınlatmasında tespit edilemeyen görüntülerin incelenmesinde kullanılır. Bu da numune yüzeyinden saçılan ışınların toplanarak objektif mercek üzerinden gözümüze aktarılması ile elde edilir. Ayrıca incelenen numunenin tam yüzey düzlemi üzerinde bulunmayan (gözenek, çatlak gibi) ayrıntıların incelenmesi amacıyla da kullanılır. Karanlık alan aydınlatılmasında görüntü zıtlığı, aydınlık alanın tam tersine dönüşür. Aydınlık alan karanlık, karanlık alan da aydınlık alana dönüşür ve ayrıntılar detaylı bir şekilde görülür. Bu yöntem; tane sınırı, ikizlemeler, korozyon oyukları, çatlaklıklar ve düzensizliklerin incelenmesinde kullanılır.

Karanlık alan aydınlatılmasında ışık demeti objektif merceğinin içerisinden değil, dışından bir yansıtıcı ile yansıtılarak numune yüzeyine gönderilir (Şekil 3.34.c). Bu yüzden karanlık alan aydınlatması ile inceleme yapabilen objektifler farklıdır. Bunu sağlamak için ışık demetinin yolu üzerine küçük bir ışık kesici halkalı perde sürülür. Bunun sonucu olarak objektif merceğe ulaşmayan ışık, bir ışık halkası olarak iş görür. Normalde objektif merceğe düşmeyecek ve o bölgenin karanlık görülmesine sebep olan ışınlar, dışardan belli bir açı ile numune yüzeyine çarptığında, çatlak, gözenek veya çizik gibi normal yüzeyle aynı seviyede bulunmayan kısımlara çarpıp objektif merceğin içerisinden geçerek bu bölgelerin parlak bir görüntü olarak gözümüze iletilmesine sebep olur. Buna karşın hemen yanındaki düzgün yüzeyden yansıyan ışık demeti ise farklı açı ile numune yüzeyine gönderildiği için objektif mercek üzerine düşmeyeceğinden, o bölgeler karanlık olarak görülecektir. Bu nedenle normal şartlarda aydınlık alan aydınlatmasında parlak ve aydınlık olarak görülmesi gereken bölgeler karanlık, karanlık görülmesi gereken alanlar da aydınlık olarak görülecektir. Bunun için özel karanlık alan objektif lensi gereklidir. Şekil 3.35'te karanlık alan aydınlatması yöntemi ve diğer farklı yöntemlerle alınan mikro yapı resimleri görülmektedir.



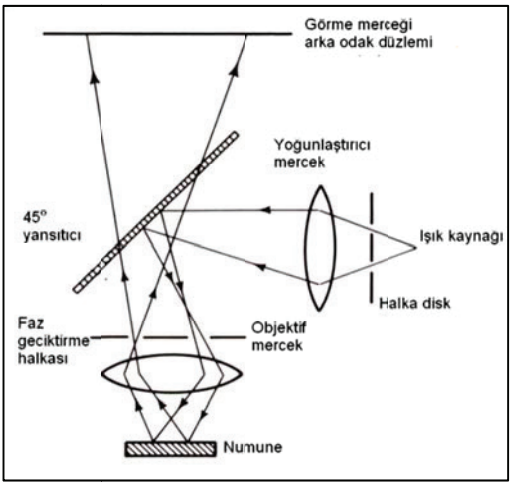
***Şekil 3.34**- Mikroskobun uygulama metotlarını gösterir ışık akış diyagramı. (a) aydınlık alan aydınlatması, (b) eğik alan aydınlatması, (c) karanlık alan aydınlatması [12]. Şekilde (b) ve (c) de bazı düzeltmeler yapılarak yayınlanmıştır.*



Şekil 3.35- *Çözelti ısıl işlemi uygulanmış Waspalloy alaşımı. (a) aydınlık alan aydınlatması, (b) karanlık alan aydınlatması, (c) Girişim (interferens) tekniği kullanılarak elde edilen mikro yapı görüntüleri. Gliserol 200X [11].*

Faz Zıtlığı Yönetimi: Parlatılmış veya çok hafif dağlanmış numunelere uygulanır. Yüzey pürüzlülükleri veya yüzey düzensizliklerinden yansıyarak gelen ışık demeti numune yüzeyini tümüyle aydınlık göstermesine karşın, yansımadan dolayı dalgalar arasında faz farkları taşır. Faz zıtlığı yöntemi ile bu faz farklılıkları ışık şiddeti farkına dönüşür ve bu şekilde gözle görülebilir duruma gelir.

Bunun için yoğunlaştırıcı mercek önüne Şekil 3.36'da görüldüğü gibi *"halka disk",* objektifin önüne de *"faz geciktirme halkaları'* konur. Halkanın bulunduğu pozisyona bağlı olarak halkadan geçen ışık belirli bir süre geciktirilir veya numuneye hemen iletilir. Geciktirme durumunda, numunede bulunan çukur bölgeler daha karanlık, yüksek bölgeler ise daha aydınlık görünür. Eğer faz ilerlemesi uygulanırsa bu durumda kontrast ters olacaktır. Tane sınırları, ikizlemeler, çökeltiler, kayma çizgileri bu yolla daha net olarak incelenebilir.

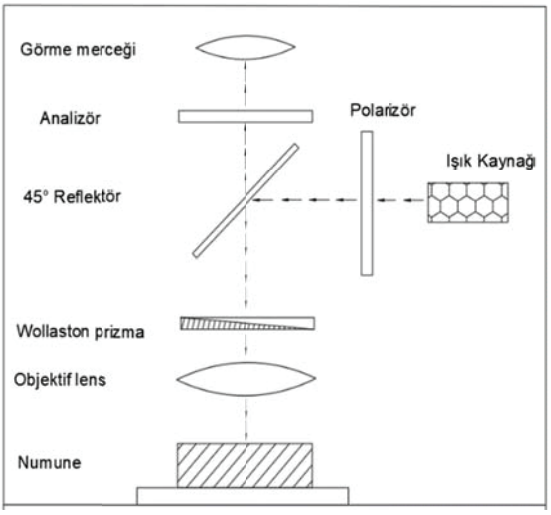


Şekil 3.36- *Faz zıtlığı mikroskobunun çalışma prensibi [12].*

Diferansiyel İnterferens Kontrast Tekniği: *İnterferens tekniği*, *Nomarski tekniği* gibi isimlerle de bilinen bu yöntemde numune üzerindeki yükseklikleri tespit edebilmek için çok farklı girişim (ışığın üst üste binmesi ile elde edilen girişim) teknikleri kullanılır. G. Nomarski'nin bu tekniği 1940'lı yıllarda geliştirmiştir. Özellikle fazla renk kontrast farkı olmayan malzemelerde kullanılan bir tekniktir. Girişim tekniğinde *"fringe modu"* veya *"interferens kontrast modu"* kullanılır. Fringe modunda düz bir numunenin incelenmesi durumunda, kalınlığı ve genişliği aynı olan düzgün çizgiler ortaya çıkar. Yüzeydeki herhangi bir düzensizlik, çizgilerin yerlerinin değişmesine ve eğri veya pürüzlü bir hal almasına sebep olmakla birlikte, çizgi genişliği ve kalınlığında değişmelere neden olur. İnterferens kontrast modunda ise, numunenin görüntüsü normal aydınlık alan aydınlatmasına benzer, ancak daha düşük kontrast elde edilir. Bu yöntem birçok modern mikroskopta kullanılır.

Bu teknikte polarize ışık yönteminde olduğu gibi ışık kaynağı ile ayna arasına bir polarizör, görme merceği ile ayna arasına da bir analizör yerleştirilir. İnterferens kontrast tekniğinde (faz kontrast tekniği olarak da bilinir) polarizör ışığa 90˚ açı ile yerleştirilir. Wollaston prizması olarak bilinen özel bir prizma Şekil 3.37'de gösterildiği gibi ayna ile objektif mercek arasına yerleştirilir. Bu prizma, polarize ışığı iki ışın halinde böler. Bölünen ışık demeti numune yüzeyinde yanlamasına bir görüntü verir. Numune yüzeyinden yansıyan bölünmüş iki ışık demeti, prizma sayesinde bir araya gelir ve analizörden geçerek göze iletilir. Işınların numune yüzeyinde hafif yer değiştirmesi ayrı bir kontrast oluşturur. Farklı girişim kontrastı, düzensiz yüzey durumlarında oluşur.

Tek bir kaynaktan çıkan ışınlar birbiri üzerine binerse, interferens yani girişim oluşur. Şayet ışık farklı kaynaklardan geliyor ise girişim oluşmaz. Bir kaynaktan çıkan ışık, girişim ölçer (interferometre) yardımı ile iki veya daha fazla sayıda ışığa bölünerek belli bir mesafe kat ettikten sonra birbiri üzerine çakışır. Ölçümler temel olarak ışığın dalga boyu ile ilgilidir. İki ışınlıda ölçülebilecek yükseklik farkı $\lambda/20$ iken, çok ışınlıda $\lambda/200$ kadardır. Girişim metodunda ışık açışı Şekil 3.37'de verilmiştir.



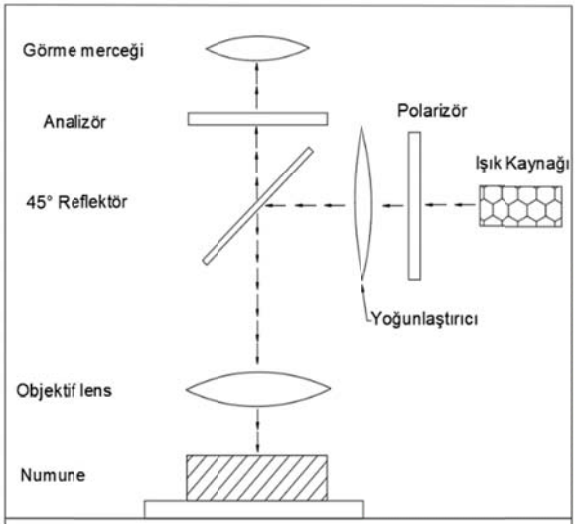
Şekil 3.37- *Metal mikroskopunda girişim tekniği yönteminin ışık diyagramının şematik gösterilişi. Mikroskopta polarize ışık için polarizör ve analizör ve ışığı bölen Wollaston prizması bulunmaktadır.*

Polarize Işık Yöntemi: Özellikle optik olarak anizotropik özellik gösteren ve dağlamanın zor olduğu malzemelerde polarize ışık kullanılarak inceleme yapılır. Elektron mikroskopları ile çalışan EPMA (elektron prop mikro analizi) ve EDS (energy-dispersive spectroscopy) geliştirilmeden önce, malzeme içerisindeki inklüzyon ve benzeri yabancı maddelerin tespitinde polarize ışık daha yaygın kullanılmaktaydı.

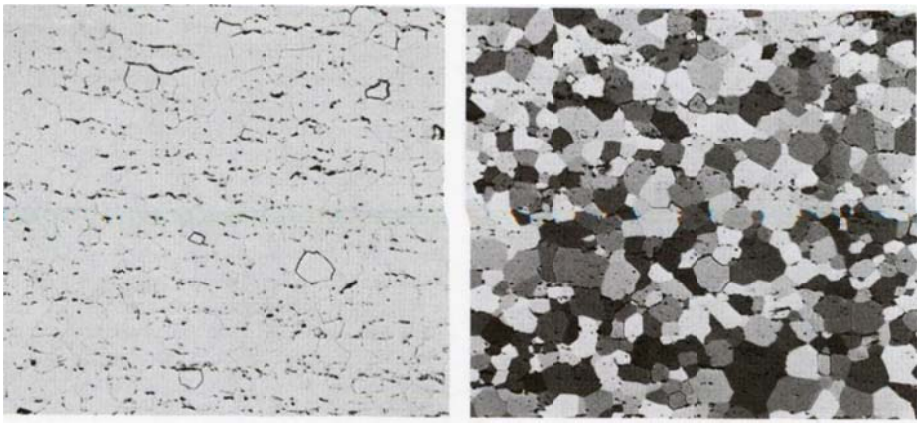
Metal ve metal olmayan fazlar, optik özellikleri bakımından anizotropik olduğundan polarize ışıktan yararlanılarak görülebilir. Polarize ışık için birçok mikroskopta polarizör filtre bulunmaktadır. Polarize ışık, yoğunlaştırıcı merceğin önüne bir polarizör ve mikroskobun görme merceği önüne ve mikroskop içine bir çözümleyici (analizör) yerleştirerek elde edilir. Polarizörden çıkan ışık, numune yüzeyine düşer ve yüzeyden yansıyarak analizörden geçer. Analizör 90°'ye kadar dönebilir. Polarizör ve analizör birbirine dik olduğunda ışık tamamen kaybolur. Şayet ışık izotropik yüzeyden yansıyorsa analizörün döndürülmesi ile tamamen yok olur. Işık anizotropik yüzeyden yansırsa analizörün her 90° döndürüldüğünde görüntü, sırasıyla bir karanlık bir aydınlık görülür.

Anizotropik metaller Mg, Sn, α-Ti, U, Zr, Be ve Cd gibi kübik yapılı olmayan metallerdir. Bunların tane yapıları özellikle polarize ışık altında gayet net olarak görülebilir. İzotropik metallere örnek olarak ise Fe, Al, Cu, Mn verilebilir. Mo, Ni, W, V gibi metaller kübik yapılı metallerdir ve parlatıldıktan sonra karanlık görünürler. Fakat dağlama sonunda yüzey yapısı değişerek ve yüzeyde

anizotropik film oluşarak polarize ışığa karşı duyarlı hale gelirler. Polarize ışık; grafit, kalıntılar ve tane konumu incelemelerinde oldukça yaygın olarak kullanılır. Şekil 3.38'de polarize ışık yönteminde ışık akış diyagramı, Şekil 3.39'da ise zirkonyumun aydınlık alan aydınlatması ve polarize ışık metodu kullanılarak aynı bölgeden alınmış görüntüleri verilmiştir.



Şekil 3.38- *Polarize mikroskopta ışık akış diyagramı.*



Şekil 3. 39- *Çok kristalli zirkonyumun aydınlık alan (solda) ve polarize ışık metodu ile elde edilmiş (sağda) yüzey ve tane yapı görüntüleri [11].*

Görüntü Analiz Cihazı

Nicel metalografinin yoğun kullanımı ile beraber görüntü analiz cihazlarının kullanımında da önemli bir artış olmuştur. Bu cihaz (Şekil 3.40) televizyon prensibi ile çalışmakta ve görüntü mikroskoptan monitöre aktarılmaktadır. Fazlardan

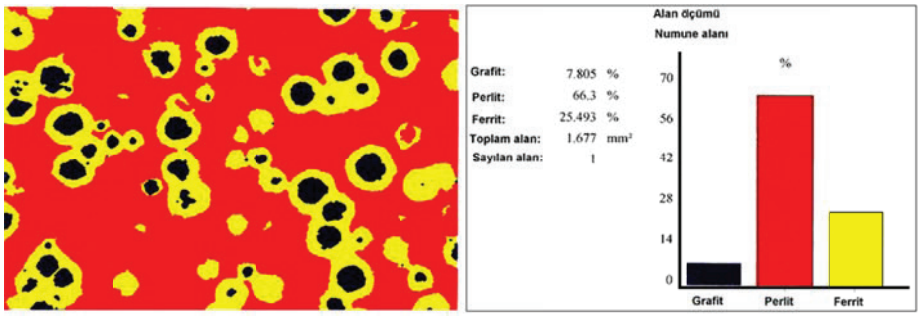
kaynaklanan ışık yansıması ile oluşan renkler, analiz edilerek faz oranları, kalıntı miktarları hızlı bir şekilde sayısal olarak hesaplanmakta, ekranda görüntü, yazıcıdan çıktı, grafik veya tablolar halinde alınabilmektedir. Görüntü analiz cihazı adından da anlaşılacağı üzere herhangi bir kimyasal bileşim analizi özelliğine sahip olmayıp malzemelerdeki fazların hacim oranı, tane boyutu, şekli ve ikinci fazların yapıdaki dağılımı gibi özelliklerini vermektedir. Cihaz hareketli bir numune tablası olan optik bir mikroskop ve bir kameradan oluşur. Numune tablası belirli aralıklarla hareket edebilen özellikte olabilir. Bu durumda belirli aralıklarla hareket ettirilen numuneden alınan görüntüler bir bilgisayara aktarılarak analiz edilir ve isteğe göre sonuçların çıktısı alınabilir.

Örneğin iki fazlı bir malzemede [ferrit (beyaz renkli)+perlit (gri renkli)] ferrit oranını tespit için ekrandaki beyaz fazlara isabet eden pikseller gri renkli olanlarla mukayese edilerek kısa sürede oranlanır. Aynı numunenin tane ebadının hesabında çizgiler esas alınarak ölçme yapılır. Daha kısa sürede daha fazla analiz ve ölçüm için, istatistik programlar da geliştirilmiştir. Parlatılmış veya dağlanmış numuneler bu metotla incelenmektedir. Dağlanmış numunelerde faz oranları ile beraber kalıntıların veya tanelerin boyut ve şeklini de tayin etmek, istendiğinde faz oranlarının grafik halinde çıktısını almak mümkündür. Şekil 3. 41'de perlitik küresel grafitli dökme demir malzemede faz oranları farklı renklerde gösterilmekte, faz oranları hesaplanmakta ve sonuçlar grafik halinde verilmektedir. Şekilde görüldüğü gibi grafitler siyah, ferrit fazı sarı, perlit fazı kırmızı renge dönüştürülmüştür. Ekranda renklere isabet eden pikseller oranlanarak sonuçlar kısa sürede alınmış ve bir grafik halinde verilmiştir. Hesaplamalar sonucunda yapının %7.8 grafit, %66.3 perlit ve %25.4 ferritten oluştuğu görülmektedir.

Hassas hesaplamalarda yüksek büyütme oranı daha iyi sonuç vermektedir. İncelenen numunedeki gri rengin farklı tonları veya tane sınırlarındaki gölgelenmeler yanlış hesaplamalara sebep olabilir. Tam otomatik analiz cihazlarında bu problemin çok daha az olmasına karşın, çok karmaşık yapılarda ve birbirine benzer faz renk kontrastı durumunda hata ihtimali fazladır.



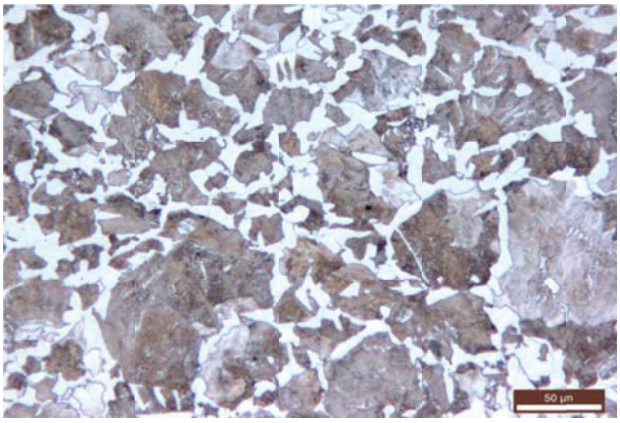
Şekil 3.40- *Optik mikroskopla bağlantılı olarak çalışan otomatik görüntü analiz cihazı [13].*



Şekil 3.41- *Küresel grafitli dökme demirin görüntü analiz cihazı yardımı ile elde edilen farklı renklere dönüştürülmüş mikro yapı görüntüsü (solda) ve faz oranlarını gösterir grafik (sağda).*

Ölçüm, temel olarak fazların veya kalıntıların renk kontrastı esasına dayanır. Bu nedenle genelde farklı fazları ortaya çıkarmak için dağlanmış numuneler kullanılır. Ancak yapıdaki gözenek miktarı hesaplanacaksa dağlayıcının gözenekleri büyüteceği dikkate alınmalıdır. Bazı özel durumlarda dağlama, numune üzerinde değişikliğe sebep olduğunda veya farklı fazlarda birbirine benzer renk oluşumuna neden olduğunda hesaplama, dağlama yapılmadan doğrudan parlatılmış numune üzerinde yapılır. Birçok analiz cihazlarında yukarıdaki örneklerde de gösterildiği gibi farklı fazlar farklı renklere dönüştürülerek hesaplama yapılırken, son zamanlarda numunenin kendi rengini değiştirmeden doğrudan yapılan hesaplamalar da mevcuttur. Bu durumda gri rengin tonları esas alınmakta ve uç renkler olarak da siyah ve beyaz

kullanılmaktadır. Ekrandaki fazların dolayısı ile renklerin isabet ettiği piksel sayısından hareketle faz oranları hesaplanmaktadır. Örneğin, Şekil 3.42'de görülen AISI/SAE 1045 çeliği farklı bölgelerinden analiz edilerek (genelde 100 farklı bölge analiz edilir) aşağıdaki bilgilere ulaşılmış ve sonuçlar Çizelge 3.4'te verilmiştir.



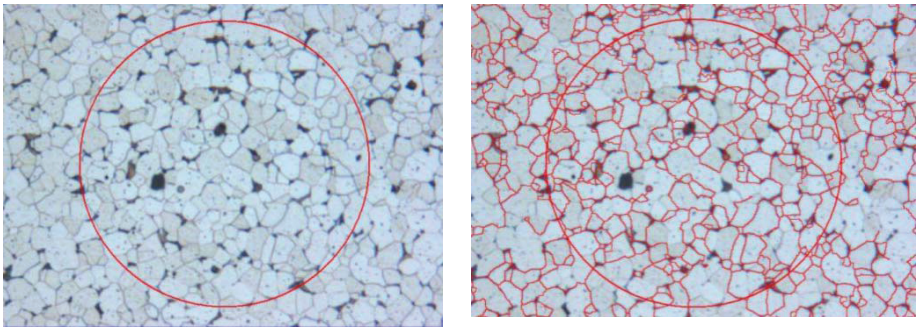
Şekil 3.42- *AISI/SAE 1040 çeliğinin mikro yapısı. Yapıda açık renkli bölgeler ferrit, daha koyu olan bölgeler de perlit fazını göstermektedir. Ferrit-perlit faz oranlarının analizi görüntü analiz cihazı yardımıyla renk kontrastından faydalanarak yapılmıştır.*

Çizelge 3.4- AISI/SAE 1040 çeliğinin analizi sonucu ortaya çıkan sonuçlar.

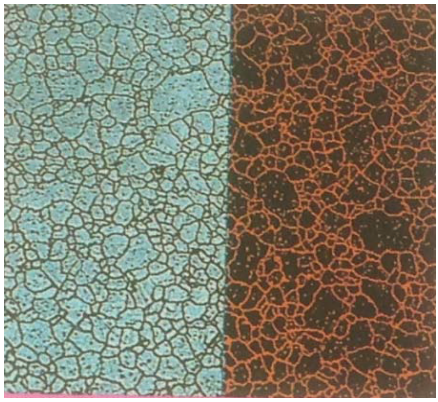
Perlit hacim oranı	% 43
Ferrit hacım oranı	% 57
Ortalama tane boyutu	30 µm
ASTM tane boyutu	7

Şekil 3.43'te de başka bir düşük karbonlu çelik malzemede tane boyutu ölçümü planimetrik yöntemle yapılmaktadır. Bu yöntemde tane sınırları daha belirgin hale getirilmekte ve önceden belirlenen bir çember üzerine düşen tane sayısı belirlenmek suretiyle yapılmaktadır. Bu konu ile ilgili detaylı bilgi Bölüm 4'te *Nicel Metalografi* konusunda verilmiştir.

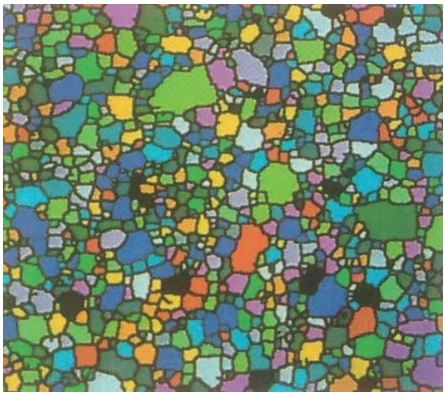
Şekil 3.44-3.46'da görüntü analiz cihazı yardımıyla farklı malzemelerin özellikleri belirlenmiştir. Şekil 3.43'te tane büyüklüğü ölçümü için tane sınırları renklendirilmiş ve belirgin hale getirilmiştir. Şekil 3.44- Şekil 3.45'te ise aynı yapı farklı renklere boyanmış ve tane boyutu dağılımı ölçümü için hazır hale getirilmiştir. Şekil 3.46'da ise görüntü analiz cihazının metalografide çeşitli uygulamaları verilmiştir. Küresel grafitli dökme demirde nodüllerin sayımı ve küresellik ölçümü yapılan bir malzeme ile takım çeliğinde karbür partiküllerinin boyut dağılım ölçümü gösterilmiştir.



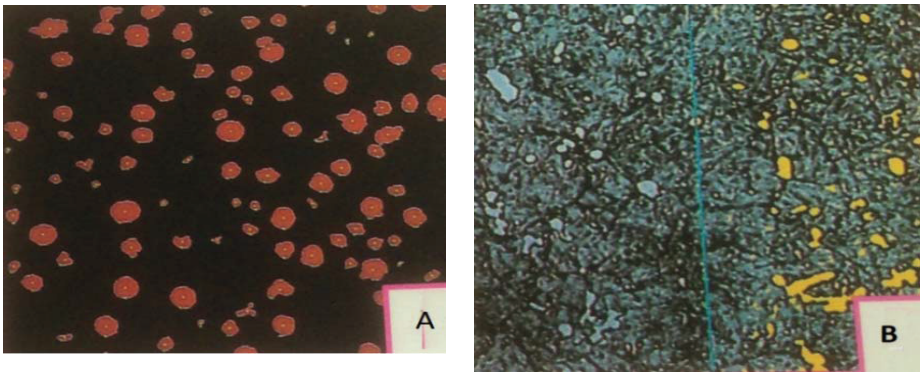
Şekil 3.43- *Tane boyutu ölçümü. Ölçümü yapılacak olan numunenin optik mikroskop görünümü (solda) ve aynı numunenin tane sınırlarını daha belirgin hale getirmek üzere yapılan renklendirme (sağda). Bu şekilde belirli çaptaki çember üzerine düşen tane sayısı bulunarak yapıdaki tane boyutu hesaplanmaktadır.*



Şekil 3.44- *Resimde soldaki mavi kısım orijinal resmi, sağdaki diğer yarısında ise tane sınırlarını daha net ortaya çıkarmak için sınır bölgeleri renklendirmiştir [13].*



Şekil 3.45- *Şekil 3.44'teki taneler farklı renklere boyanmış ve tane boyutu dağılımı ölçümü için hazır hale getirilmiştir [13].*

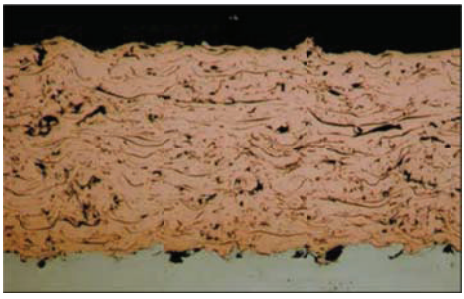


Şekil 3.46- *Görüntü analiz cihazının metalografide çeşitli uygulamaları. (A) dökme demirde nodül sayımı ve küresellik ölçümü, (B) takım çeliğinde karbür partiküllerinin boyut dağılım ölçümü [13].*

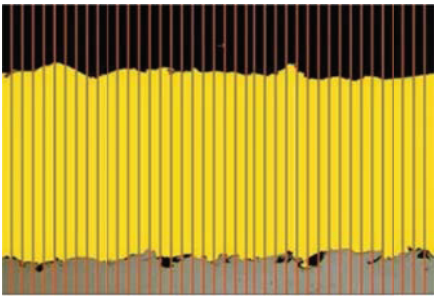
Şekil 3.47'de kaplama yapılmış bir numunede kaplama yapısı ve içerisinde oluşan gözenekler görülmektedir. Bu yapıda görüntü analiz cihazı kullanımı ile kaplama kalınlığı ve gözenek yapı incelemesi yapılmıştır. Kaplama kalınlığı *Binary Commands* olarak bilinen *"Fill and Close"* yöntemi ile yapılmıştır (Şekil 3.48). Bu yöntemde bütün gözenekler göz ardı edilerek kaplama farklı bir renkte boyanmakta, üzerlerine ızgaralar yerleştirilerek tek bir ızgara ölçüm yerine ortalama kaplama kalınlığı renk farkından faydalanarak belirlenmektedir.

Boolen Commond olarak bilinen diğer metotta ise *OR and AND* yöntemi kullanılmıştır. AND'de yeşil hatlarla sınırlanmış kaplama üzeri ızgaralar yerleştirilmiştir (Şekil 3.49'da kaplamanın altında kalan kısım). OR'da ise iki fonksiyon ayrı olarak tanımlanabilme özelliğine sahiptir. Örneğin oksitlerden ve sülfürlerden oluşan iki tür inklizyon varsa bunlar bu yöntemle belirlenebilir. Değerlendirme sonunda bu iki inklizyon toplam olarak bir arada verilebilir. Veya bir gözenek yapısı inceleniyorsa tekli (AND) 5'ten küçük gözenekler (>5 μm) gibi veya çoklu (OR) 2'den büyük 5'ten küçük (>2 ve <5) şeklinde tanımlanabilir. Burada belli bir boyuttan aşağı gözenekler dikkate alınmayacağı gibi belli aralıklar da tanımlanabilir veya tamamı kaplama alanı ile mukayese edilerek gözenek hacım oranı belirlenebilir.

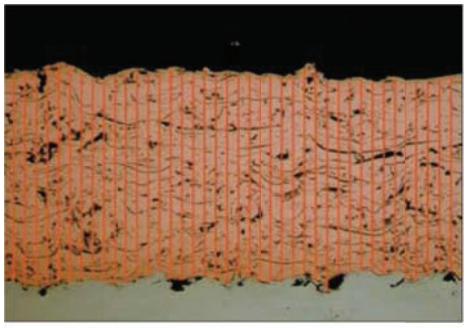
Şekil 3.49'da çizilen paralel çizgilerden elde edilen veriler değerlendirilerek çizilen histogram Şekil 3.50'de verilmiştir. Burada minimum ve maksimum kalınlık veya ortalama kaplama kalınlığı belirlendiği gibi standart sapma veya farklı istatistiki bilgiler de hesaplanabilmektedir. Bu yöntemlerde numunenin görünen toplam alanında hesaplamalar yapılabileceği gibi sınırlandırılırmış belirli bir alanda da hesaplamalar yapılabilir. Burada temel öge hesaplaması yapılacak faz veya görüntünün piksek sayısının toplam piksele oranlanmasıdır. Bu yöntem tane boyutunun belirlenmesi, gözenek miktarı, numune üzerindeki çeşitli uzunluk ve açısal ölçümler, kalıntı ve diğer görüntülerin şekli ve ölçüsü ile faz oranlarının belirlenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır.



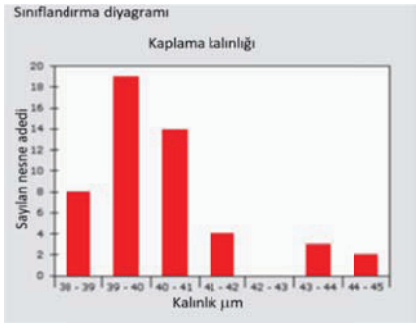
Şekil 3.47- *Yüzey kaplaması yapılmış bir numunede kaplamanın görüntü analiz cihazı ile elde edilen 1200x1600 piksel kalitesinde görüntüsü [14].*



Şekil 3.48- *Şekil 3.47'deki malzemede kaplama kalınlığının tespiti için kaplama üzerinde ızgaraların yerleştirildiği Binary Commands yöntemi [14].*

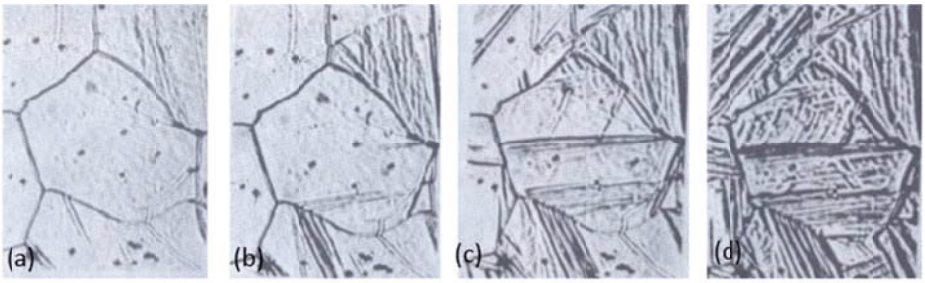


Şekil 3.49- *Kaplama üzerine çizilmiş ızgaralar vasıtası ile kaplama kalınlığı ve gözenek oranın belirlenmesi [14].*



Şekil 3.50- *Şekil 3.49'dan elde edilen veriler ışığında çizilmiş histogram ile kaplama kalınlığının belirlenmesi [14].*

Yüksek Sıcaklık Yöntemi: Tane büyümesi, yeniden kristalleşme, yüzey tepkimeleri ve faz dönüşümlerini incelemek için yüksek sıcaklık mikroskopları kullanılır. Malzemelerin ısıtılması sırasında veya yüksek sıcaklıktan soğutulma aşamasında yapıda meydana gelen değişimleri inceleyebilmek amacıyla yapılır. Numune genelde 200X veya daha yüksek büyütmede incelenir. Numune, özel olarak hazırlanmış kapalı bir hacim içerisine yerleştirilir. Isıtma, radyasyon, rezistans veya elektron bombardımanı ile yapılabilir. Numune ısıtılma ve incelenme sırasında ortamdan etkilenmemesi ve istenmeyen reaksiyonların oluşmaması için, asal gaz ortamı veya vakum altında özel camdan (silika camından) yapılmış bir pencereden incelenir. Yüksek sıcaklıkta objektif merceğin bozulmaması için sürekli soğutma işlemi yapılır. Kullanılan objektif mercek özel olarak yüksek sıcaklık ortamları için imal edilmiş olmalıdır. Yüzey gerilmesi bakımından rahatlama sağlayan östenit-martenzit, östenit-beynit dönüşümleri sırasındaki reaksiyon aydınlık alan aydınlatması ile tespit edilebilir. Daha az yüzeyde rahatlama sağlayan değişim reaksiyonu olan östenit-petlit dönüşümü; faz kontrast yöntemi, interferens tekniği veya polarize ışık yöntemi ile incelenebilir. Kinetik çalışmalarında peş peşe oluşan hareketleri incelemek için hareketli kameralar tercih edilir. Yüksek sıcaklık mikroskobu kullanılmak suretiyle ergitme ve katılaşma, yüzey reaksiyonları, tane büyümesi, kaynak işlemleri, faz dönüşümleri, sinterleme ve grafitleşme gibi değişimler incelenebilir. Şekil 3.51'de düşük alaşımlı çeliğin 550^{o}C'ye ısıtılması sırasında oluşan beynitik yapının oluşum aşamaları görülmektedir.



Şekil 3.51. *Düşük alaşımlı çeliğin 550°C'den oda sıcaklığına 6.2 °C/s soğutma hızında soğutulması sırasında oluşan beynitik yapının oluşum aşamalarının yüksek sıcaklık mikroskobu ile sistematik görüntüleri. (a) 0, (b) 2.58, (c) 6.34, (d) 10 saniyede meydana gelen değişimler görülmektedir, [15].*

PRATİK BİLGİ

- Optik mikroskoplarda incelemeye, daha geniş bir alanın görülebildiği düşük büyütmede (genelde X5) başlanır, daha sonra yüksek büyütmelere geçilir.
- Çok fazla sayıda arayüzey ihtiva eden perlit, beynit ve martenzit gibi yapıların ara yüzeyleri optik mikroskopta tane sınırları gibi koyu renkli olarak görülür.
- Numunenin odaklanmasına tane ortasından değil, odaklanmanın daha kolay yapılacağı herhangi bir ara yüzeyden başlanması işimizi kolaylaştırır. Başlangıç için genelde numune ile kalıplama ara yüzeyi veya benzer bir ara yüzey tercih edilir.
- İkizlemeler ile çizikleri ayırmanın en kolay yolu, ikizlemeler bir sonraki taneye geçmezken, çiziklerde böyle bir sınırlama olmayışına dikkat etmektir.
- Resim çekerken daha yüksek ayırma gücü ve alan derinliğine sahip (dalga boyu 584 nm olan) yeşil ışık (filtre) tercih edilmelidir. Bu şekilde daha net görüntü elde edilebilir.
- Çok yüksek büyütmede görüntü netliği ve kalitesi için yağ lensleri tercih edilmelidir.
- Dikey mikroskoplarda numunenin alt ve üst düzleminin paralel olduğundan emin olunmalıdır.
- Görüntü analiz cihazında gözenek ve çatlak yapısı incelenecekse dağlama yapılmadan incelenmelidir. Zira dağlayıcı, enerjinin yüksek olduğu bu bölgelere kolayca atak ederek bu kusurların daha da büyümesine sebep olur. Ancak parlatmadan kaynaklanan çatlak ve gözenekleri dolduran yüzey filmini ortadan kaldırmak için çok kısa süreli (1-2 s gibi) dağlama yapılabilir.

BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR

1. Bramfitt, B. L. and Benscoter, A. O., *Metallographers Guide, Practices and Procedures for Iron and Steel,* ASM International, USA, 2002.
2. https://www.microscopyu.com/microscopy-basics/basic-microscope-ergonomics. [Erişim yılı: 2023].
3. Olympus, *BHM Universal Series Metallurgical Microscope Catalogue,* , Japan, 1991.
4. Bramfitt, B. L. and Benscoter, A. O., *Metallographer's Guide: Practice and Procedures for Irons and Steels,* ASM International, OH, USA, 2006.
5. R.A., H., *Properties of Engineering Materials,* Hodder and Stougton, UK, 1987.
6. Kehl, G. L., *The Principles of Metallographic Laboratory Practice,* McGraw-Hill, USA, 1949.
7. Tekin, E., *Çelikler ve Dökme Demirler için Kuramsal ve Uygulamalı Metalografi,* TÜDOKSAD yayınları, İstanbul, 2013.
8. Smallman, R. E. and Ashbee, K. H. G., *Modern Metallography,* Pergamon Press, Oxford, UK, 1969.
9. Callister Jr, W. D. and G, R. D., *Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Integrated Approach,* John Wiley & Sons, USA, 2008.
10. https://microscopecentral.com/products/eyepiece-reticle-for-accu-scope-3072-microscope. [Erişim yılı: 2023].
11. *ASM Handbook, Metallography and Microstructures, Vol 9,* ASM, USA, 1992.
12. Tekin, E., *Demir Alaşımlarının Uygulamalı Optik Metalografisi,* SEGEM yayınları, Ankara, 1982.
13. *LECO 2001 Image Analysis System Katalog, Form no: 203-731-001*, Canada, 1989.
14. *SumMet, The Sum Of Our Experience, A Guide to Materials Preparation & Analysis Solutions for Materials Preparation, Testing and Analysis,* Buehler Publication, Lake Bluff, IL, USA, 2007.
15. Abrams, H., *Metallography: A Practical Tool for Correlating the Structure and Properties of Materials,* ASTM International, MD, USA, 1981.

BÖLÜM 4

NİCEL METALOGRAFİ

Nicel metalografi (stereoloji), mikro yapı ve hücre gibi üç boyutlu örneklerin iki boyutlu kesitlerinden elde edilen verilere dayanarak, gerçekteki üç boyutlu özellikleri ile ilgili veriler toplayan ve yorumlar yapılmasını sağlayan bilim dalıdır. Metalografide mikro yapısal parametrelerinin ölçümü için "*kantitatif* (nicel) *metalografi*" terimleri kullanılmaktadır. Metalografinin tanımı yapılırken, malzemelerin yapı ve özellikleri arasında ilişkileri belirlemede kullanılan bir bilim dalı olduğu vurgulanmıştı. Bu tanım bize, malzemelerin genel yapısı, tane ebadı, ikinci faz hacım oranı, ana yapı içerisindeki kalıntı oranı, şekli ve dağılımları, gözenek yapısı ve miktarı gibi bilgilerin önemli olduğunu göstermektedir. Nicel metalografi malzeme içerindeki bu yapıları sayısal olarak vermektedir. Bilindiği gibi normal şartlar altında ince tane yapılı malzemelerin akma dayanımı, iri taneli yapılara göre daha iyidir. Bu durum Hall-Petch eşitliği ile verilmektedir:

$$\sigma_y = \sigma_o + = \frac{k_y}{\sqrt{d}} \qquad (4.1)$$

Burada:

σ_y = alaşımın akma dayanımını,

σ_o = kristalin dislokasyon hareketine gösterdiği direnci; yani dislokasyonları harekete geçirmek için uygulanması gereken gerilme miktarını,

k_y = malzeme ile ilgili mukavemet sabitini,

d = ortalama tane çapını gösterir.

Bu durum tane yapısının belirli büyüklük aralığında olması durumunda geçerlidir. Tane yapısının çok büyük (mm büyüklüğünde) veya çok küçük (birkaç nm) olması durumunda doğru sonuçlar vermemektedir. Yüksek sıcaklıkta ise durum tamamen tersidir. İri ve uzun taneler daha az tane sınırına sahip olduğu için, bu ortamlarda ve gerilme altında tane sınırı kayması daha az olacağından daha iyi sürünme özellikleri gösterir. Bu nedenle yüksek sıcaklık uygulamalarında korozyon özelliklerinin yanısıra sürünme dayanımının da yüksek olması istendiğinde iri, uzun (tane boy en oranının 10:1'den fazla olması istenir) ve girintili çıkıntılı tane sınırları olan yapılar tercih edilir. Malzemenin yüksek sıcaklık tavrı Eşitlik 4.2'de gösterilmektedir.

$$\sigma_y = \sigma_o + k_y \cdot \left(\frac{L}{l} 1\right) \qquad (4.2)$$

Burada; Eşitlik 4.1'e ilave olarak; L = tane boyu

l = tane enidir.

Dökme demir malzemelerde yumru şeklindeki grafitlerin büyüklüğü ve lamel boyutu, malzeme dayanımı hakkında bilgi vermektedir. Perlitik çelikte lameller arası mesafe, malzemenin çekme dayanımını önemli ölçüde etkiler. Dendritik yapıda dendrit büyüklüğü ve dendrit kolları arası mesafe de malzeme dayanımı üzerine etkilidir. Özellikle ortam sıcaklığında küçük dendritlerden oluşan ve dendrit kolları arası mesafesi az olan numuneler daha iyi mekanik özellikler sergiler. Benzer şekilde matris içerisindeki çökelti parçacıklarının yapısı, büyüklüğü ve dağılımı, malzeme özellikleri üzerinde önemli etkiye sahiptir. Matris içeresindeki partiküllerin küçük (10-20 nm gibi), partiküller arası mesafenin de az olması (100-150 nm gibi) dislokasyonlara daha iyi bariyer oluşturduğu için tercih edilmektedir. Bu ayrıntıların incelemesi bize malzeme hakkında genel bir bilgi verir. Ancak daha net ve sağlıklı bilgi elde edebilmek için bu değerlerin sayısal veya oransal olarak tespit edilmesi gerekmektedir. Bu değerleri, sayısal olarak veren ve metalografinin bir alt dalı olarak kabul edilen *nicel metalografi* ile elde etmek mümkündür. Bu bilim dalı, katı malzemelerin geometrik yapıları ile ilgili olduğundan "*nicel steroloji*" olarak da adlandırılmaktadır.

Malzemeler geometrik olarak ele alındığında mikro yapılar; alanlardan (fazlar, taneler), çizgilerden (faz sınırları, tane sınırları) ve noktalardan (üçlü tane sınır kesim noktaları, tane merkezleri gibi) meydana gelir. Bu geometrik özellikler, temsili üç boyutlu numunelerden basit ölçme yöntemleri kullanılarak rahatlıkla tespit edilebilir.

Nicel metalografinin amacı, metal ve alaşımlarının üç boyutlu gerçek yapıları hakkında nicel bilgi toplamaktır. Bu işlem genelde üç boyutlu numunelerden elde edilen iki boyutlu görüntülerin (mikro fotoğraf, mikro yapı görüntüleri vb.) ayrıntılı olarak çözümlenip ölçülmesi ile elde edilen değerlerden yine üç boyutlu gerçek yapılara özgü değerler çıkarmaktır. Tane büyüklüğü, ikinci faz hacim oranı, çökelti parçacıkların ana yapı içerisindeki dağılımı gibi nicelikler, hep iki boyutlu görüntüler üzerinde yapılan ölçüm ya da sayımlardan, üç boyutlu nesnel değerlere geçilerek bulunur.

Nicel metalografide keyfi seçilen numuneler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen bilgiler kullanılır. Birden fazla numune üzerinde ölçümler yapılır ve genelde elde edilen değerlerin ortalaması alınır. O nedenle genel metalografik incelemelerde olduğu gibi, ölçümü yapılacak numunelerin ana malzemeyi temsil etmesi gereklidir.

Nicel metalografi uygulamalarında optik mikroskoplar yaygın olarak kullanılır. Mikroskoptan elde edilen görüntülerin bir ekrana aktarılması ile elde edilen ayrıntılar üzerinden doğrudan hesaplamalar yapılabileceği gibi, numunenin farklı bölgelerinden alınan mikro yapı fotoğrafları üzerinde de hesaplamalar yapılabilir.

Nicel metalografide optik mikroskobun yanısıra elektron mikroskoplarından da yararlanılır. Bunların en yaygın kullanıldığı alanlara örnek olarak, dislokasyon yoğunluğunun belirlenmesi, partikül boyutunun tespiti ve partiküller arası mesafenin belirlenmesi verilebilir.

Nicel metalografinin uygulanmasında hangi parametrelerin ölçüleceğine ve değerlendirileceğine karar verilmesi gereklidir. İmalat aşamasındaki rutin kalite kontrol işlemlerinde parametreler genelde sabittir. Bu nedenle standart üretim metodundan sapma olup olmadığı belirlenmeye çalışılır. İmalat aşamasında tane büyüklüğü, faz, kalıntı veya gözenek hacim oranları, lameller arası mesafe, dendrit kol boyutu ve dendrit kollar arasındaki mesafe, küreleşme oranı ve karbürizasyon derinliği, malzeme kesit alanı boyunca sertlik dağılımı gibi değerler belirlenir. Araştırma çalışmalarında daha geniş ve detaylı incelemelere ihtiyaç duyulduğundan, üretim aşamasındaki incelemelerden daha pahalıdır. Bunun için üretimin yapıldığı fabrikalarda veya eğitimin gerçekleştirildiği birimlerde ihtiyaca uygun metalografi laboratuvarların bulunması gereklidir. Bu tür araştırmalarda, araştırmacının aşağıda belirtilen hususlara dikkat etmesi gereklidir:

- Beklenilen servis şartlarına uygun olarak ne tür bir mikro yapı istendiği,
- En uygun ölçme metodunun hangisi olduğu,
- Bu özelliklerin nasıl ölçülmesi gerektiği,
- Ölçme ve analizler yapılırken hangi otomatik ya da manuel tekniklerin kullanılması gerektiği,
- Ölçmenin kaç numune üzerinde yapılacağı,
- Numunelerin, malzemenin hangi bölgesinden ve hangi yönlerinden alınacağı,
- Numunelerin nasıl hazırlanacağı,
- Kaç farklı bölgeden ölçüm yapılacağı,
- Verilerin nasıl analiz ve ifade edileceği,
- Sonuçların ne şekilde verileceği.

Yukarda sıralanan maddelere uygun cevap verildiğinde anlamlı veri ve sonuçları elde etmek mümkündür. Bu maddeleri yapılan işleme bağlı olarak artırmak veya azaltmak mümkündür.

NİCEL METALOGRAFİ UYGULAMA ALANLARI

FAZ ORANLARININ BELİRLENMESİ

Malzeme içerisindeki faz ya da kalıntı oranlarının belirlenmesi için Uluslararası Steroloji Derneği tarafından kabul edilmiş basit sembol ve kurallardan faydalanılır. Temel olarak kabul edilen ve yaygın olarak kullanılan beş sembol aşağıda verilmiştir. Bunlar:

V = Hacim,

S = Yüzey alanı (düzgün olmayan),

A = Yüzey alanı (düzgün geometrik şekilli),

L = Çizgi uzunluğu,

P = Nokta sayısıdır.

Bu temel semboller alt ve üst indislerle zenginleştirilerek yaygın kullanım alanı bulmuştur. Çizelge 4.1'de sterolojide kullanılan semboller daha geniş olarak verilmiştir. Nicel metalografide doğru sonuç elde edebilmek için uygun ölçme metodunun seçilmesi gerekmektedir. Kullanılan metodun uygun olması durumunda, aynı malzeme için birbirinden farklı ölçme yöntemleri kullanılması durumunda dahi sonuçlar birbirine yakın çıkar.

Ölçüm yöntemine uygun olmak kaydıyla, herhangi bir malzeme içerisindeki faz ya da ayrıntılar için bulunan hacim oranının (V_f) alan oranına (A_f), onun da çizgisel orana (L_f) ve çizgisel oran ile elde edilen değerin de nokta sayım metodu (P_f) ile bulunan değere eşit olduğu kabul edilir (Şekil 4.1). Bunların matematiksel olarak formülleri Eşitlik 4.3'te verilmiştir ve oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır.

$$V_f = \frac{V_\alpha}{V} = A_f = \frac{A_\alpha}{A} = L_f = \frac{L_\alpha}{L} = P_f = \frac{P_\alpha}{P} \qquad (4.3)$$

Burada;

V_f = α fazının toplam hacme oranı,

V_α = Numunedeki α fazının hacmi,

V = Numunenin toplam hacmi,

A_f = α fazının alansal oranı,

A_α = Seçilen düzlemde α fazının alanı,

A = Seçilen toplam alan,

L_f = α fazının çizgisel oranı,

L_α = Seçilen doğru üzerinde α fazına isabet eden doğru uzunluğu,

L = Seçilen toplam doğru uzunluğu,

P_f = α fazının noktasal oranı,

P_α = α fazına isabet eden nokta sayısı,

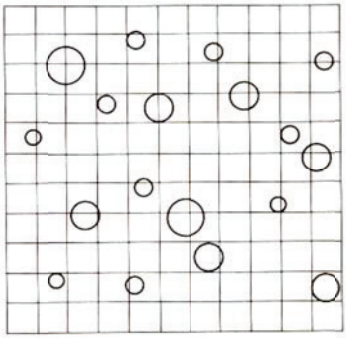
P = Toplam noktaların sayısı.

Aşağıda Şekil 4.1'de özel olarak hazırlanmış şematik olarak ideal küreselleştirilmiş mikro yapı oluşturulmuş bir numune görülmektedir. Numunede ana yapı içerisinde küresel ikinci faz partikülleri mevcuttur. Bu numune içerisindeki ikinci fazları değişik ölçme yöntemleri olan alan çözümleme (A_f) çizgisel yöntem (L_f) ve nokta sayım metodu (P_f) kullanarak ölçtüğümüzde birbirine

yakın değerler elde ettiğimiz görülecektir. Ölçülen alan ne kadar artırılırsa farklı yöntemlerle dahi yapılan hesaplamalarda çıkacak sonuçlar da o denli birbirine yakın çıkacaktır. Bu da yukarıda verilen Eşitlik 4.3'ü doğrulamaktadır.

Çizelge 4.1- *Uluslararası kabul görmüş nicel metalografi sembolleri ve açıklamaları (**Not**: Bu semboller ülke standartlarına göre değişiklik gösterebilmektedir) [1].*

Sembol	**Birimi**	**Açıklamalar**	**Kullanımı**
P		Toplam deney noktaları sayısı	
P_f		Noktasal oran / Toplam deney noktalarına isabet eden α faz oranı	Nokta sayımı
P_α	mm^{-1}	Deney çizgisine isabet eden toplam nokta sayısı	
L	mm	Toplam deney çizgilerinin uzunluğu	
L_f	mm/mm	Çizgisel oran / Toplam deney çizgisine isabet eden α faz oranı	Çizgi metodu
A	mm^2	Düzgün geometrik şekilli toplam deney alanı	
S	mm^2	Düzgün olmayan geometrik şekilli toplamdeney alanı	
V	mm^3	Deney bölgesi hacmi veya üç boyutlu nesne	
A_f	mm^2/mm^2	Alansal oran / Birim deney alanına isabet eden α faz oranı	Alan metodu
S_V	mm^2/mm^3	Toplam deney alanına isabet eden yüzey veya ara yüzey /Yüzey-hacim oranı	
V_f	mm^3/mm^3	Hacimsel oran / Toplam deney hacmine isabet eden α faz oranı	Hacim oranı
N		Ayrıntı sayısı (tane, partikül, gözenek vb.)	
N_L	mm^{-1}	Toplam deney çizgisi boyunca isabet eden çizgi sayısı	Çizgisel yoğunluk
P_A	mm^{-2}	Toplam deney alanına isabet eden nokta sayısı	
L_A	mm/mm^2	Toplam deney alanına isabet eden çizgi uzunluğu	
N_A	mm^{-2}	Toplam deney alanına isabet eden ayrıntı noktası sayısı	Alansal yoğunluk
P_V	mm^{-3}	Deney bölgesindeki nokta sayısı	
L_V	mm/mm^3	Deney bölgesindeki ayrıntı uzunluğu	
N_V	mm^{-3}	Deney bölgesindeki ayrıntı sayısı	Hacimsel yoğunluk
$\overline{L}$	mm	Ortalama doğrusal kesit uzunluğu L_L / L_N	
$\overline{A}$	mm^2	Ortalama alan kesintisi, A_A / N_A	
$\overline{S}$	mm^2	Ortalama partikül yüzey alanı, S_V / N_V	
$\overline{V}$	mm^3	Ortalama partikül hacmi, V_f / N_V	



Şekilde;
Toplam alan (A) = 12100 mm^2
Toplam çizgi uzunluğu (L) = 2200 mm
Toplam nokta sayısı (P) = 100 adet

***Şekil 4.1**- İdeal küreselleştirilmiş mikro yapı ile farklı ölçme yöntemleri kullanılarak hacim oranının hesaplanması [2].*

Alan Çözümleme

$$A_f = \frac{\sum A_\alpha}{A} = \frac{\text{Dairelerin toplam alanı}}{\text{Toplam alan}} = \frac{884.75}{12.100} = 0.073$$

Doğrusal Çözümleme

$$L_f = \frac{\sum L_\alpha}{L} = \frac{\text{Toplam kesişen çizgi uzunluğu}}{\text{Toplam çizgi uzunluğu}} = \frac{152.3}{2200} = 0.069$$

Nokta Sayımı

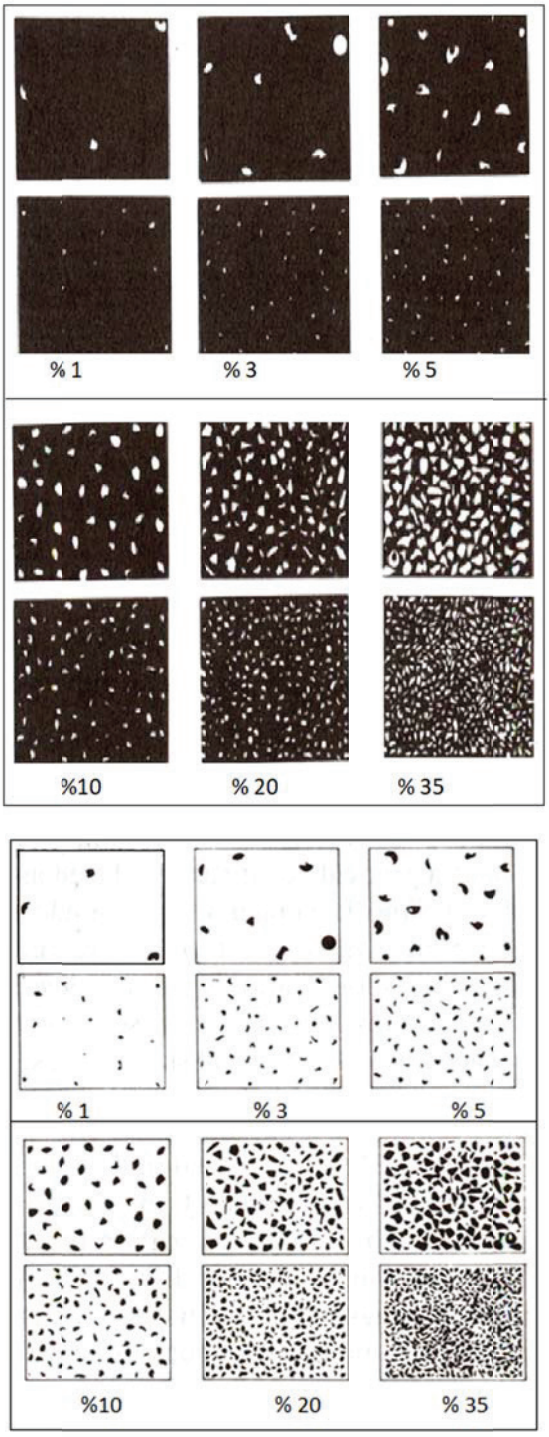
$$P_f = \frac{\sum P_\alpha}{P} = \frac{\text{Dairelere isabet eden toplam nokta sayısı}}{\text{Toplam nokta sayısı}} = \frac{5 + 2(1/2)^*}{100} = 0.06$$

* Ağın köşe noktalarına teğet daireler ½ kabul edilmiştir.

Yukarıdaki sonuçlara bakıldığında alan çözümleme ile elde edilen sonucun 0.073, doğrusal çözümleme ile 0.069, nokta sayım yöntemiyle elde edilen sonucun da 0.060 gibi birbirlerine yakın olduğu görülmektedir. Teorik olarak uygun metotlar kullanmak şartıyla bu değerlerin birbirine eşit olması gerekmektedir. İncelenen alanın çok küçük olduğu da göz önünde bulundurulursa bu kadar sapmanın normal olduğu düşünülebilir.

Karşılaştırma Kartları

Nicel metalografide yapı içerisindeki faz ya da ayrıntıların hacim oranlarının belirlenmesi önemlidir. Yapı ve ayrıntılarının hacim oranının belirlenmesinde kullanılan en basit yol, bunların tahmin edilmesidir. Bu yöntemde hata payı yüksektir. Fakat önceden hazırlanmış ve farklı oranlarda ikinci faz partikülleri ihtiva eden karşılaştırma kartları kullanımı hata oranını düşürmektedir. Karşılaştırma kartları, özellikle üretim aşamasında yaygın olarak kullanılır. Bu yöntemle elde edilecek sonuçların doğruluğu, incelenecek malzeme ile karşılaştırma kartları arasındaki benzerliğe bağlıdır. Yapı ve ayrıntıların büyüklüğü, dağılımı ve partiküller arasındaki mesafedeki benzerlik, sonuçları önemli ölçüde etkiler. Şekil 4.2'de Nelson tarafından geliştirilmiş karşılaştırma kartları örneği verilmiştir. Fakat daha yaklaşık sonuç elde etmek için aşağıda verilen ölçme yöntemlerinden uygun olanın kullanılması gereklidir.



Şekil 4.2- *Hacim oranlarının tahmininde kullanılan karşılaştırma kartları [3].*

ÖLÇME YÖNTEMLERİ

Numune içerisindeki faz ya da ayrıntıların oranlarını belirlemek amacıyla nicel metalografide kullanılan yaygın ölçme yöntemleri aşağıda verilmiştir. Bunlar:

- Alan çözümleme,
- Doğrusal çözümleme,
- Nokta sayım metodudur.

Alan Çözümleme

Numunelerin alan ve dolayısı ile hacim oranlarının belirlenmesinde alan çözümlemesinden yararlanılır. Bunun için ölçülen faz ya da tane geometrisinin bu yönteme uygun olması gereklidir. Ancak günümüzde ekrana aktarılan görüntüde ikinci fazların renk farkından sonuca gidilebildiği için manuel olarak yapılan hesaplamaları için gerekli olan şekil uygunluğunun fazla önemi kalmamıştır. Hesaplamalar aşağıda verilen Eşitlik (4.4) kullanılarak yapılır:

$$A_f = \frac{\sum A_\alpha}{A} \qquad (4.4)$$

Burada;

A_f = α fazının toplam alana oranı,
A_α = Seçilen düzlemde α fazının toplam alanı,
A = Seçilen toplam alandır.

Temelde incelenen numunenin tane, partikül, gözenek, kalıntı, inklüzyon veya ayrıntıların kapladığı alan, tüm ağın alanına oranlanır (Şekil 4.3). Değişik ölçme yöntemleri kullanılır. Bunlarla ilgili bazı örnekler aşağıda verilmiştir:

a) Kare ölçüm ağı mikro yapı üzerine yerleştirilir ve α fazına (oranı belirlenecek faz, kalıntı, gözenek vb.) isabet edenler sayılar. Bu işlem, mikroskop ekranından doğrudan ölçülebildiği gibi çok tercih edilmese de mikrofilmler üzerinde de yapılabilir. Ölçümü yapılan mikro yapının numunenin her tarafını temsil etmemesi durumunda hata payı yüksek olabilir.

b) Numune yüzeyindeki α fazının tamamının alanı ölçülerek, toplam alanla mukayese edilir. Özellikle küresel şekilli ikinci faz partiküllerinin ölçümü için üzerine mikro resimlerin konduğu ve partikül büyüklüklerine göre istenilen büyüklükte küresel şekillerin ışıkla oluşturulduğu tabla, yarı otomatik faz ölçümleri için kullanılmaktadır.

c) Fotoğrafik tekniğin direkt olarak uygulanmasıyla da α faz oranı bulunabilir. Dağlama tekniği ve malzeme yapısı önemlidir. Koyu renkli kalıntıların veya fazların oranı da bu yöntemlerle rahatlıkla bulunabilir.

Bu teknik, üç veya daha fazla faz içeren malzemelerde farklı dağlama renklerinin oluşması nedeniyle uygun değildir.

d) Karşılaştırma kartları kullanılabilir. Standart olarak hazırlanmış kartlarla malzeme içerisindeki metal olmayan kalıntılar veya α fazı mukayese edilir. Özellikle karşılaştırma kartlarındaki mikro yapı veya kalıntılar ile faz oranı belirlenecek malzemenin yapısı farklı olduğunda hata payı yüksek olur. Alan çözümlemenin güvenirliliği Çizelge 4.2'de, toplam oransal hata payı aşağıdaki eşitlikle verilir:

$$\left(\frac{\sigma_{Vf}}{Vf}\right)^2 = \frac{1}{N_\alpha}\left[1 + \left(\frac{\sigma_\alpha}{\bar{a}_\alpha}\right)^2\right] \qquad (4.5)$$

Burada;

N_α = Ölçülen α faz partikül sayısı,

σ_α = Tek bir α faz partikül alanının standart sapması,

$\bar{a}_\alpha$ = Bir α fazı partikülünün ortalama alanı.

İncelenen numunelerde α faz partiküllerinin küresel şekilli olduğu kabul edilirse, standart sapma aşağıdaki eşitlikle belirlenir:

$$\left(\frac{\sigma_\alpha}{\bar{a}_\alpha}\right)^2 \cong 0.2 \qquad (4.6)$$

Bu durumda Eşitlik 4.5 aşağıdaki Eşitlik 4.7 gibi sadeleşir.

$$\frac{\sigma_{Vf}}{V_f} \cong \frac{1.1}{\sqrt{N_\alpha}} \qquad (4.7)$$

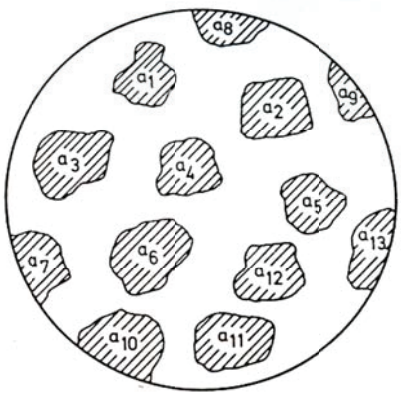
Burada;

σ_{Vf} = Standart sapma,

V_f = Hacim oranı,

N_α = Ölçülen α fazı adedi.

Alanı ölçülen α faz adedine bağlı olarak hata payı belirlenebilir (Çizelge 4.2).



Toplam alan = A

$A_\alpha = a_1+a_2+a_3+....a_n$

$A_f = A_\alpha/A$

Şekil 4.3- *Alan çözümleme prensibi [4].*

Çizelge 4.2- *Alan çözümlemenin güvenirliliği.*

Nisbi hata %	Sayım için gerekli partikül sayısı	
	% 67 Güven	% 95 Güven
± 1.0	12.000	48000
± 2.0	3000	12000
± 4.0	750	3000
± 5.0	480	1920
± 10.0	120	480

Doğrusal Çözümleme

Çizgisel yöntem olarak da bilinen doğrusal çözümlemede, alan çözümlemesine benzer bir yöntem kullanılır. Yapı içerisindeki hacim oranları doğrusal çözümleme kullanılarak belirlenebilir. Rastgele çizilmiş deney doğruları kullanılır. Deney doğrularının incelenen numune, tane, ya da diğer yapı, ayrıntı sınırları arasında kalan toplam uzunlukları ölçülür. Şekil 4.4'te doğrusal çözümlemenin prensibi şematik olarak verilmiştir Bulunan değer, deney doğruların toplam uzunluğuna bölünür (Eşitlik 4.8). Ancak çizilen çizgilerin yön ve paralel çizgilerin birbiri arasındaki mesafesi, belirlenecek faz şekli ve görüntüsüne bağlı olarak değişir (Şekil 4.5). Çizgiler dikey, çapraz veya başka uygun şekillerde olabilir.

$$L_f = \frac{\sum L_\alpha}{L} = V_f \qquad (4.8)$$

Burada:

L_f = α fazının çizgisel oranı,

L_α = Seçilen doğru üzerinde α fazına isabet eden çizgi uzunluğu,

L = Seçilen toplam çizgi uzunluğudur.

Alan çözümlemede olduğu gibi aşağıda belirtilen değişik yöntemlerden biri kullanarak ölçüm yapılır.

a) α fazına isabet eden uzunluklar mikroskop üzerinden doğrudan veya mikrofilm üzerinden ölçülür. Hata payı yüksektir.

b) Mikroskop tablasının sistematik bir şekilde hareket ettirilmesi ile ölçümler yapılır. X ve Y yönlerinde çapraz hareket edebilen ve birden fazla mikrometrenin bağlı bulunduğu mikroskop tablasının hareket ettirilmesi ile ölçümler yapılır. Birden fazla mikrometre kullanılması durumunda mikrometrelerden birisi bir faz ya da ayrıntının ölçümünü yaparken, diğer mikrometre ile matris malzeme veya diğer fazın ölçümü yapılabilir.

c) Çok farklı cihazlar tasarımlanarak partiküller arası mesafenin otomatik olarak ölçülmesi mümkündür. Mikroskobun hareketli tablasına elektrik motoru yardımı ile çapraz yönde hareket ettirilerek ölçüm yapılabilir.

Hata payı aşağıdaki eşitlikle belirlenebilir:

$$\frac{\sigma_{vf}}{V_f} = \sqrt{\left(\frac{2}{N_i}\right)}(1 - V_f) \qquad (4.9)$$

veya

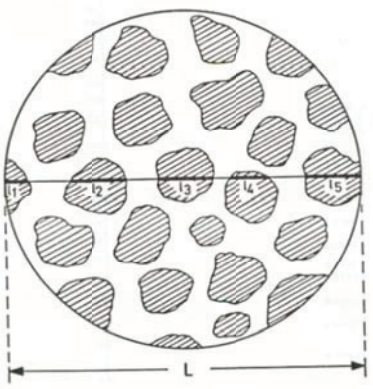
$$L = \frac{N_i - i_\alpha}{V_f} \qquad (4.10)$$

Burada;

σ_{Vf} = standart sapma,

N_i = α faz partiküllerine isabet eden çizgi sayısı,

i_α = α fazını ortalama kesme boyu.



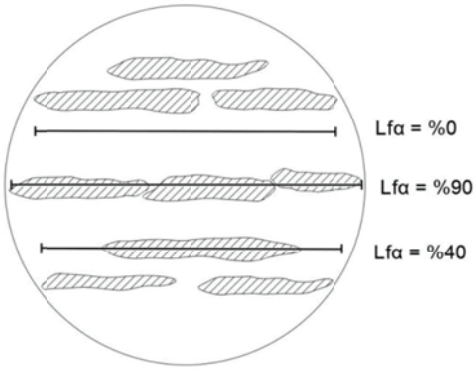
Toplam uzunluk = L

$L_\alpha = l_1+l_2+l_3+...l_n$

$$L_f = \frac{L_\alpha}{L}$$

$$L_f = \frac{\sum_1^n l_n}{L}$$

***Şekil 4.4**- Doğrusal çözümlemenin prensibi [4].*



***Şekil 4.5**- Uygun olmayan ölçme metodundan kaynaklanan hatanın şematik gösterimi. Tek bir çizgi ile ölçüm yapıldığında üstteki çizgiye hiç α fazı isabet etmezken, ortadaki çizgiye %90, en alttaki çizgiye ise %40 oranında bir isabet söz konusudur [4].*

Nokta Sayım Metodu

En yaygın kullanılan manuel ölçme metodudur. Düzensiz şekilli fazlar veya çok küçük ikinci fazların ölçümünde kullanılır. Uygun bir deney ağı alınır, görme merceğine, mikroskop ekranına veya mikrofotoğraf üzerine yerleştirilir. Ağın kesişme noktasından, incelenen faz ya da yapı ayrıntılarının üzerine düşenleri sayılır ve tüm ağ noktalarına oranlanır. (Eşitlik 4.11). Şekil 4.6'da nokta sayım yöntemi şematik olarak verilmiştir. Bu yöntemde kare veya dikdörtgen ağ kullanılabilir (Şekil 4.7). Ölçmenin, mikroskop üzerinden doğrudan yapılması durumunda uygun bir büyütme oranı seçilir. Daha geniş bir alanın incelenmesi için yapıdaki ayrıntıları net olarak gösteren düşük büyütme oranı tercih edilir. Faz veya tane sınırlarına isabet eden noktalar ½ olarak sayılırken, faz veya tanelere tam isabet eden noktalar 1 sayılır. Ağın kesişme noktaları dışındaki çizgilere isabet eden faz veya ayrıntılar sayılmaz. Nokta sayımı metodunda aşağıdaki eşitlik kullanılır:

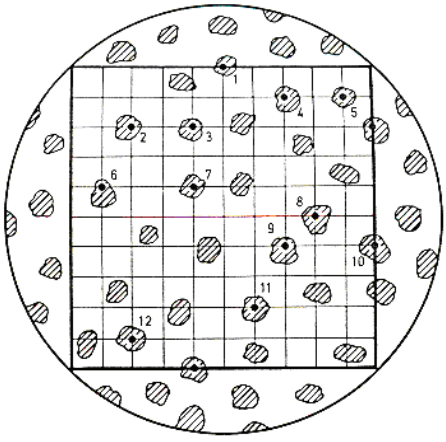
$$P_f = \frac{\sum P\alpha}{P} \qquad (4.11)$$

Burada;

P_f = α fazının noktasal oranı,

P_α = α fazına isabet eden nokta sayısı,

P = toplam noktaların sayısıdır.



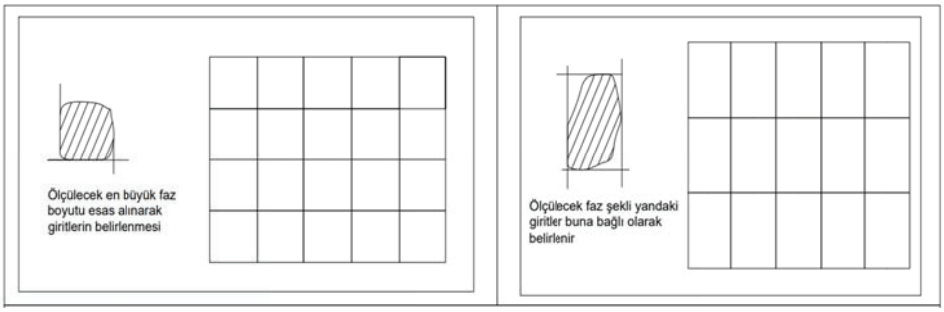
$$P_f = \frac{P_\alpha}{P}$$

P = Toplam nokta sayısı,

P_α = α fazına isabet eden toplam nokta sayısı.

Şekil 4.6- *İki boyutlu nokta sayım metodunun prensibi [4].*

Nokta sayım metodunda dikkat edilecek en önemli hususlardan bir tanesi uygun ağ seçimidir. Ağ ebadı seçimi, incelenecek faz ya da ayrıntıların büyüklüğü göz önünde bulundurularak, bir faz ya da ayrıntı üzerine birden fazla ağ kesim noktasının düşmeyecek şekilde yapılmalıdır. Şekil 4.7'de ölçülecek parçacık boyutuna bağlı olarak uygun ağ seçimi gösterilmiştir.



Şekil 4.7. *Şekilde gösterilen parçacıklar esas alınarak numuneye uygulanacak ağ aralıklarının belirlenmesi.*

Noktaların sayımı, düşük hacimli fazlar üzerinde yapılır. Yapının homojen olmadığı durumlarda daha doğru sonuç alabilmek amacıyla daha geniş bir alan taranır. Bu durumda sık aralıklı ağlarla dar bir alanın taranması yerine, daha geniş aralıklı ağlarla daha büyük bir alan taranır. Aksi halde ölçme hatasına ve istatistiki değerlendirmelerde yanlışlıklara sebep olur.

Nokta sayım metodunda da diğer yöntemlerde olduğu gibi farklı ölçme teknikleri kullanılabilir. Bunlar genel hatları ile aşağıda verilmiştir:

a) Kare veya dikdörtgen ağlar mikroskop projeksiyon ekranına veya mikrofilm üzerine yerleştirilir. Ağ köşegenlerine isabet eden faz ya da ayrıntılar (P_α) sayılır ve toplam ağ kesişme sayısına (P) oranlanır.

b) Mikroskop tablasına bağlanan bir cihaz yardımı ile numune belli mesafelerde hareket ettirilir ve α fazına isabet eden noktalar sayılır. Mikroskop tablasını X ve Y yönünde hareket ettirmek mümkündür. Yarı otomatik ölçüm amacıyla geliştirilmiş nokta sayıcılar mevcuttur. Hata payını tespit etmek için aşağıdaki Eşitlik 4.12'den yaralanılabilir.

$$\frac{\sigma_{Vf}}{V_f} = \sqrt{\frac{1}{P_\alpha}}(1 - V_f) \qquad (4.12)$$

Bunlardan başka numunelerin hacim oranlarının tespitinde kullanılan yöntemden kaynaklanan hatalar da mevcuttur. Bunlar genel hatları ile aşağıda sıralanmıştır.

YÖNTEMDEN KAYNAKLANAN HATALAR

a) ***Numune hazırlamadan kaynaklanan hatalar:*** Metalografik inceleme için üç boyutlu yapıyı temsil eden, keyfi olarak seçilmiş ve düzgün bir yüzeye sahip olan numuneler tercih edilir. Pratikte bu her zaman mümkün

olmayabilir. Numunelerin hazırlanması ve dağlanmasında ortaya çıkabilecek etkiler de göz önünde bulundurulmalıdır. Zımparalama ve parlatma sırasında uygun keçe kullanılmaması veya numunede matrisle partiküller arasında sağlam ara yüzey olmamasından dolayı partiküllerin ana malzemeden koparak uzaklaşacağı dikkate alınmalıdır. Dağlamadan kaynaklı etki ve renk değişikliklerin de yanlış hesaplamalara neden olacağından işlem sırasında bu durumun dikkate alınarak ölçümlerin yapılması ve uygun dağlayıcı kullanılması gerekmektedir.

b) ***Mikroskobun çözünürlülüğünden kaynaklanan hatalar:*** Mikroskobun çözünürlülüğünün iyi olmaması, tane veya faz sınırlarının net olarak ayırt edilmesini zorlaştırır. Çözünürlülüğün iyi olmaması ve mikroskobun ayırma gücünün yeterli olmaması, sınırların net bir şekilde birbirinden ayrışması yerine, birbirine geçmiş veya bir biri ile temas ediyormuş gibi görüntüye sebep olur. Bu da ölçmede tereddütlere ve hataya neden olur. Bu hataları istatistiki olarak belirlemek mümkündür.

c) ***Kullanılan cihazdan kaynaklanan hatalar:*** Kullanılan metoda uygun cihazın seçilmemesi veya bu cihazların kullanım amacına uygun olarak kalibre ve bakımlarının yaptırılmaması, ölçme hatalarına sebep olur. Uygun olmayan cihaz kullanımından kaynaklanan hataların başında, mikroskop tablasındaki boşluğun salınımdan kaynaklanan hata gelmektedir. Bu hata, özellikle iki farklı doğrultuda ölçme yapıldığında daha ciddi boyutlara ulaşır. Bu tür hatalar bazı özel cihazlara mahsustur ve düzeltilmesi gereklidir. Sayım, uygun bir nokta sayım cihazı kullanılarak yapıldığında bu tür hatalara rastlanmamaktadır.

d) ***İstatistiki yöntemlerden kaynaklanan hatalar:*** Kullanılan istatistiki teknikten kaynaklanan hatalar da sonuçlar üzerine etkili olmaktadır. Örneğin; *doğrusal çözümleme metodunda*, ölçme işlemine numunenin herhangi bir noktasından başlanarak, çapraz hareketle, gerekli hassasiyet elde edecek toplam uzunluğa ulaşıncaya kadar devam edilmelidir. Benzer şekilde *nokta sayım metodu* kullanıldığında α fazına yeterli sayıda kesişme isabet edilinceye kadar işlem devam ettirilmelidir.

YÖNTEMİN SEÇİMİ

Yöntemin seçimini etkileyen faktörler ana hatları ile aşağıda verilmiştir:

a) ***Güvenirlilik****:* Genel olarak ince dağılmış ikinci faz partiküllerinin hacim oranlarının belirlenmesinde *nokta sayım metodu* uygun bir yöntem olarak kabul edilir. Biraz kabaca ve poligonal fazlar, taneler ile hacim oranı düşük

fazların tespitinde *doğrusal çözümleme metodunun* daha uygun olduğu kabul edilir. Büyük küresel veya düzgün geometrik şekillerin bulunduğu numunelerde *alan çözümleme* daha iyi sonuç verir. Bazı durumlarda birden fazla metodun aynı numune üzerinde uygulanması ile elde edilecek değerlerden yararlanılır. Yapının birden fazla yönteme uygun olması ve bu yöntemlerle yapılan çözümlemelerde daha hassas sonuçlar alınır.

b) ***Hassasiyet:*** Faz oranlarının belirlenmesinde kullanılan yöntemler hata ihtiva ettiğinden, ölçülen faz ya da ayrıntı sayısının artırılması hassasiyeti artıracaktır. Bu nedenle, ölçme metodu ve numunenin durumuna göre ölçüm alanını, nokta sayısını veya çizgi uzunluğunu artırmak ölçülen alanı artıracağından sonuçların daha gerçeğe yakın çıkmasına neden olacaktır.

c) ***Zaman:*** İşlemlerin herhangi bir otomatik veya yarı otomatik cihaz yardımı ile yapılmayıp manuel yöntemlerle yapılması durumunda, gerekli hassasiyeti elde etmek için kullanılan tekniklerden daha çok, ölçüm ve dolayısı ile hassasiyet için harcanan zaman daha etkili olacaktır. Manuel olarak ikinci fazın büyüklük ve dağılımlarının belirlenmesi, kullanılan cihazla ilgili olmakla birlikte genelde kullanıcının dikkati ve hassasiyetine bağlıdır.

d) ***Yeterlilik:*** En az çaba ve emek harcanarak en düşük hata oranı ile ölçme yapabilmek için kullanılacak metodun iyi bilinmesi gereklidir. Farklı yöntemler kullanılarak relatif hata tespit edilebilir. Yapılan bir çalışmada kullanılan ölçme metoduna bağlı olarak 100 ayrıntının sayımı ile ortaya çıkan hata payı topluca Çizelge 4.3'te verilmiştir.

Çizelge 4.3*- Ölçme yöntemine bağlı olarak ortaya çıkan relatif hata [4].*

Yöntem	Relatif hata (σ_{Vf} /V_f)
Sistematik iki yönlü nokta sayımı	% 10.5
Doğrusal çözümleme	% 12.5
Alan çözümlemesi	% 12.5
Keyfi iki yönlü nokta sayımı	% 16.0

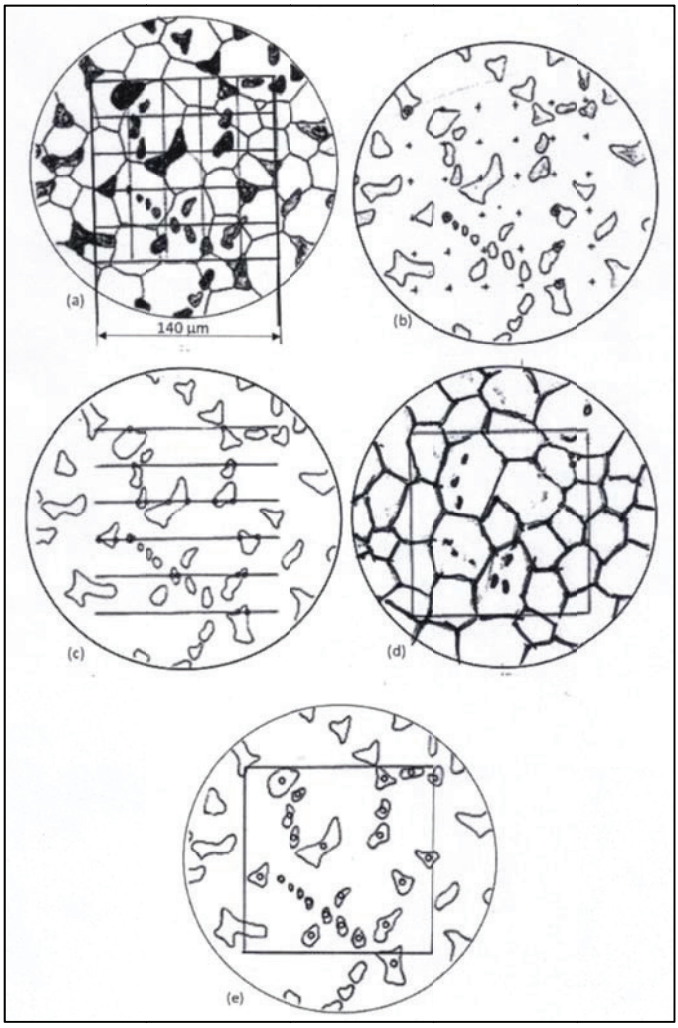
HACIM ORANI HESAPLAMALARI İLE İLGİLİ ÖRNEKLER

1) ***Nokta Sayım Metodu (P_A):*** Örnekteki mikro yapı üzerine 36 kesim noktası bulunan bir ağ çizilmiştir (Şekil 4.8.a). Faz oranı belirlenecek yapı üzerine düşen nokta sayısı belirlenir (Şekil 4.8.b). Faz sınırlarına isabet eden noktalar ½ olarak sayılır. Bulunan değer, toplam kesim noktasına oranlanır. Elde edilen değer birimsizdir. Bu örnekte $P_{A,}$ 5/36 = 0.14 olarak bulunmuştur.

2) ***Doğrusal Kesişme Metodu (P_L):*** Şekil 4.8.c'de görüldüğü gibi numune üzerine 6 yatay çizgi çizilmiştir. Toplam çizgi uzunluğu (6 x 140 μm = 840 μm = 8,4 x 10^{-4} m) olarak belirlenir. Bu doğrulardan incelenen faz ya da ayrıntı sınırlarına isabet edenler işaretlenir. Çizgi kesim noktaları (P_L) deney doğrusu üzerinde α fazına isabet eden noktaların toplam çizgi uzunluğuna oranlanması ile bulunur. Bu örnekte P_L = 23/8.4 x 10^{-4} = 2.7 x 10^{-4} adet/m dir.

3) ***Alan Nokta Sayım Metodu (P_A):*** Üç boyutlu yapılar çizgi ihtiva ediyorsa, kesitleri alındığında temas bölgeleri nokta şeklinde görülür. Özellikle tane sınırlarının üçlü birleşim bölgeleri iki boyutlu görüntü üzerinde incelendiğinde tek bir nokta şeklinde görünür. Dislokasyonlar ise dağlama oyukları şeklinde görünür. Aşağıda (Şekil 4.8.d) ölçülecek bölge 140x140 = 19,600 μm^2 veya 1,96x$10^{-8}$$m^{2}$'dir. Burada alan nokta sayım yöntemi kullınıldığında sonuç, (P_A) 21/(1.4x10^{-4}m)^2 = 1.1x10^{-9} adet/metre olarak bulunur.

4) ***Görüntü Sayımı (N_A):*** Kare çizgilerle sınırlandırılmış ölçülecek bölge içerisindeki ayrıntılar dikkate alınır (Şekil 4.8.1.e). Bu bölgeye isabet eden ve oranlanması istenilen faz ya da ayrıntılar sayılır. Faz oranı belirlenecek bölgenin alanı bilinmektedir. Görüntü sayım metodunda, sınırları belirlenmiş bölgeye isabet eden faz ya da görüntüler sayılır ve oranlanır. Örnekte, N_A=24/(1.4x10^{-4} m)^2 = 1.2x10^{9} adet m^2 olarak bulunur.



Şekil 4.8. *Sterolojik ölçme yöntemlerinin çift fazlı bir yapı üzerinde toplu halde gösterilişi. (a) 6x6 ızgaranın yapı üzerine yerleştirilmesi, (b) nokta sayım metodu, (c) doğrusal kesişme metodu, (d) alan nokta sayım metodu ve (e) görüntü sayım metodu [5].*

TANE BOYUTU TESPİTİ

Tane boyutunun belirlenmesi, metalografik ölçümler arasında tek başına değerlendirildiğinde belki de malzeme özelliklerini etkileme açısından en önemli yere sahiptir. Bilindiği gibi tane büyüklüğü ile mekanik özellikler arasında doğrudan bir ilişki vardır. Demir esaslı bir malzemede tane boyu 10 kat küçültüldüğünde mekanik özellikler yaklaşık iki kat artmaktadır. Fakat tane boyunun hesaplanması, yapı içerisindeki düzensiz tanelerden dolayı kolay değildir. Bu nedenle tane büyüklüğü hesaplanırken genelde gerçek tane şekli yerine, tanelerin küresel olduğu kabul edilir ve ölçmelerde çap esas alınır. Taneler eş eksenli ise, keyfi bir düzlemde yapılan ölçmeler doğru sonuç verir. Fakat tane boyut oranı ve dağılımı hakkında bilgi vermez. Oysa bu özellik yüksek sıcaklık malzemeleri için önemlidir. Tane boyutunun belirlenmesi için farklı ölçme yöntemleri kullanılır. Aşağıda bu yöntemler ve numune hazırlama ile ilgili genel bilgi verilmiştir.

Deney Numunelerinin Alımı ve Hazırlanması

Numuneler herhangi bir deney partisinden, ısıl işlem partisinden veya blok numuneden deneyin amacına uygun olarak ana malzemeyi temsil edecek şekilde alınmalıdır. Numune bölgesi, yönü ve adedi, deneye uygun olarak belirlenmelidir. Numune seçiminde deformasyon, yüksek sıcaklık veya başka bir sebeple yapıda oluşan bozulmuş bölgelerden kaçınılmalıdır.

Eş eksenli tanelerden oluşan malzemelerin herhangi bir yerinden numune alınabilir. İşlem görmüş fakat hala eş eksenli tanelerden oluşan malzemelerde değerlendirme, deformasyon eksenine paralel düzlemde yapılmalıdır. Boyuna eksende eş eksenli tanelerin ölçümünde hassas sonuçlar elde edilebilir. Taneler eş eksenli değil de sütunsal yapıdaysa farklı yönlerde farklı sonuçlar alınır. Bu durumda tane boyu ölçümü en az iki veya üç farklı yönden (boyuna, enine veya *planar düzlem* olarak bilinen yer düzlemine paralel yönde) yapılarak elde edilen sonuçların ortalaması alınır. Doğrusal çizgiler kullanılarak yapılan ölçmelerde, sac veya plaka numuneler üzerinde eş eksenli olmayan tane büyüklüklerinin belirlenmesinde sadece iki farklı yönde yapılan ölçme yeterli olacaktır.

Ölçme için parlatılan veya dağlama yapılan numunelerin, istenilen büyütmede en az üç, tercihen beş bölgesinden ölçüm yapılabilecek büyüklükte olmalıdır. İnce sac levha veya tel halindeki numuneler dışında çoğu malzemede en küçük parlatılmış yüzey alanı 160 mm^2 olmalıdır. Numuneler, gerektiğinde uygun şekilde kesilmeli, bakalite alınmalı ve parlatılmalıdır. Numunenin dağlamasında tanelerin çoğunun, mümkünse tamamının görünebileceği şekilde uygun bir dağlayıcı kullanılmalıdır.

TANE BOYUTU ÖLÇME YÖNTEMLERİ

Düzgün ve belirlenmiş bir bölge üzerinde tane büyüklüğünü tespit etmek amacıyla genellikle kesiti alınmış, parlatılmış ve dağlanmış numuneler kullanılır. Tane boyutunu belirlemede farklı parametreler kullanılır. Bunlar:

- Ortalama çap , $\overline{d}$,
- Ortalama tane alanı, $\overline{A}$,
- Belirli bir bölgedeki ortalama tane sayısı, N_A,
- Ortalama kesişme uzunluğu, $\overline{L}_3$ veya *MLI,*
- Belirli uzunlukta kesişen ortalama tane sayısı, $\overline{N}$,
- Birim hacimde ortalama tane sayısı, $\overline{N}_V$,
- Ortalama tane hacmi, $\overline{V}$.

Tane boyutunun tahmini olarak belirlenmesinde farklı yöntemler kullanılır. Aşağıda yaygın kullanılan yöntemlerden bazıları verilmiştir:

- Standart karşılaştırma kart yöntemi,
- Kırık yüzey karşılaştırma kart Yöntemi,
- Metalik olmayan kalıntıların standart diyagramlarla belirlenmesi,
- Meneviş kırılganlık deney yöntemi,
- Dökme demirlerde grafit mikro yapısının tayini,
- Jeffries alan ölçme yöntemi,
- Doğrusal kesişme yöntemleri,
- Dairesel kesişme yöntemleri,
- Üçlü kesişim nokta sayım yöntemi.

Standart Karşılaştırma Kart Yöntemi

Mikro yapı karakterizasyonu için standart hazırlanmış karşılaştırma kartları kullanılır. Bu kartlar, mikro yapı şeklinde hazırlanmış olabileceği gibi, aynı boyutta çizilmiş altıgenlerden veya benzer geometrik şekillerden oluşan yapılar da olabilir. Bu yöntemle tane büyüklüğü, dağlanmış veya kırık yüzeyde tahmin edilebildiği gibi, inklüzyonlar ve grafit büyüklükleri de tespit edilmektedir.

Standart karşılaştırma kart yöntemi ile malzeme içerisindeki *metalik olmayan kalıntıların hacim oranları* da tahmin edilebilir. Kullanım kolaylığı nedeni ile imalat aşamasında yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Karşılaştırma kart yöntemi, uluslararası standart olarak birçok ülke tarafından kabul edildiği gibi, bazı ülkeler tarafından da milli standart olarak kullanılmaktadır. Farklı metal ve alaşımlarına ait kullanılan ASTM kart numaraları ve uygun büyütme oranları Çizelge 4.4'te verilmiştir.

Bu yöntemle numuneler belli bir büyütme oranında incelenirken, önceden hazırlanmış karşılaştırma kartları ile mukayese edilir. Büyütme oranı, demir esaslı malzemeler için 100X iken, bakır esaslı malzemelerde 75X'tir. Karşılaştırma işlemi, uygun kart ile numune arasında benzerlik sağlanıncaya kadar devam eder. Saydam kağıtlara hazırlanmış standart mikro yapıların ekran üzerine aktarılmış gerçek mikro yapılar ile çakıştırılması suretiyle yapılan karşılaştırmalar daha iyi sonuç verir. Bu metodun dezavantajı, sadece eşeksenli tane yapısına uygun olmasıdır. Tane boy/en oranının fazla olduğu sütunsal veya düzensiz şekilli tane yapıları için pek uygun değildir. Kitabın sonunda EK 3'te çeşitli çelik yapılara ait görünür tane büyüklüğü için standart karşılaştırma kart örnekleri verilmiştir. Çizelge 4.4'te farklı metal ve alaşımlarına uygulanan kart numaraları ve büyütme oranları, Çizelge 4.5'te çeşitli karşılaştırma kartlarının da bulunduğu tane, gözenek ve kalıntıların karşılaştırmaları ve ölçüm yöntemleri ile ilgili standart numaraları ve isimleri verilmiştir. Kitabın sonunda verilen EK 3'teki standartta ikiz olmayan tane yapısı karşılaştırma kart örnekleri gösterilmektedir. Bu standartta 00'dan başlayıp, 0.5 puan artarak 10'a kadar toplam 22 adet karşılaştırma kartı bulunmaktadır. Bu kartlar 100X büyütme ile çekilmiş karşılaştırma kartlarıdır. .

ASTM tarafından hazırlanan karşılaştırma kartları 4 bölüm olarak hazırlanmış, bunlarla ilgili kısa bilgiler aşağıda verilmiştir. Şekil 4.9-4.12'de ASTM standart kartlardan I, II, III ve IV için örnek verilmiştir.

ASTM KART I: Düşük karbonlu çeliklerde ortalama ferrit tane büyüklüğünü belirleme kullanılır. Bu kartta 00'dan başlayıp 0.5 artarak 10'a kadar hazırlanmış ferrit tane yapıları bulunmaktadır. Bunlarla ilgili örnek EK 3'te verilmiştir. Karşılaştırma ile oldukça hassas netice alınabilmekle beraber 2, 4 ve 5 nolu kartlar ile gerçek yapıdan biraz daha yüksek değerler elde edilmektedir. Tane sınırlarını belirlemede %2 Nital dağlayıcısı (2 ml HNO_3, 98 ml etanol) veya uygun başka bir dağlayıcı kullanılmaktadır. Fakat iyi dağlanmamış veya dağlayıcının etki etmediği bölgeler bulunabilmektedir. 1961 yılında modifiye edilen ve ASTM E-112'de belirtilen yöntemle, ikiz tane yapısı içermeyen numunelerin büyüklükleri de belirlenmektedir. Büyütme oranı 100X'dir.

ASTM KART II: 1947 yılında ASTM tarafından uygulanan E-91 metodu, demir dışı alaşımların (Cu dışında) ikizlenmiş ve ikizlenmemiş yapıların tane boyutunun tespiti için iki kart halinde uygulanmaktaydı. E-91 iptal edilip yerine E-112'nin adapte edilmesiyle, Kart I ikizlenmemiş tane boyutunun, Kart II'de ikizlenmiş tane boyutunun belirlenmesinde kullanılmaya başlanmıştır. Her iki kartta da tane sınırı etkisi dikkate alınarak uygulama yapılmaktadır. ASTM Kart II, 100X büyütme ile 1'den başlayıp 8'e kadar olan tane büyüklüklerini kapsamaktadır.

ASTM KART III: Biçimlendirilebilen bakır ve bakır alaşımlarının tane boyut karşılaştırmasında kullanılmaktadır. 75X büyütmede hazırlanmış 14 adet karttan oluşmaktadır. Bu kartlar tek fazdan oluşan bakır ve bakır alaşımlarının ortalama tane büyüklüğünü tayin amaçlı kullanılmaktadır.

ASTM KART IV: Östenit tane büyüklüğünü belirlemede kullanılır. *McQuaid-Ehn metodu* olarak da bilinir. 100X büyütmeli 8 mikro yapı fotoğrafından oluşmaktadır. 1933 yılında hazırlanan kartlarda tane büyüklüğü numarası (G) bulunmazken 1938 yılında hazırlanan kartlarda (ASTM Sınıf E-19) tane büyüklüğü kartı ilave edilmiştir. Önceki kartlarla elde edilen değer, gerçeğinden daha düşük olarak bulunmaktaydı. 1961 yılındaki E-19'un yerini ASTM E-112 almıştır.

Standartta geçen McQuaid-Ehn yönteminde numunelerinde Nital ile derin dağlama yapılarak dağlanmamış sementit tane sınırları ve aşırı dağlanmış perlitik tane yapısı elde edilir. Fakat bu dağlama ile tane sınırları tam olarak görünmediği için ilave dağlayıcılar (kaynar veya elektrolitik alkali sodyum pikral) ile daha net tane sınırı görüntüsü elde etmek ve bu numuneler üzerinden karşılaştırma yapmak mümkün olmaktadır.

Çeliğin oda sıcaklığında tek veya çift fazlı östenitik (δ ferrit adaları) yapıda olması durumunda tane, dağlama ile ortaya çıkarılmalıdır. Tek fazlı östenitik paslanmaz çelikler için kullanılan en yaygın kimyasal dağlayıcılar gliserin, kalling çözeltisi ve marble çözeltisidir. Tek veya çift fazlı paslanmaz çelikler için en iyi elektrolitik dağlayıcı, nitrik asit olup, taneleri görünür hale getirir. Ayrıca %10'luk oksalik asit yaygın olarak kullanılan bir elektrolittir, ancak %60'lık nitrik asitten daha az etkilidir.

Çizelge 4.4- *Farklı metal ve alaşımlarına uygulanan kart numaraları ve büyütme oranları [6].*

Metal ve Alaşımı	**ASTM Kart No**	**Büyütme oranı**
Alüminyum	I	100X
Bakır ve alaşımları	III veya IV	75X, 100X
Çinko ve alaşımları	I veya II	100X
Demir ve alaşımları		
Ferritik	I	100X
Östenitik	II, IV	100X
Karbürize	IV	100X
Paslanmaz	II	100X
Mg ve alaşımları	I veya II	100X
Nikel ve alaşımları	II	100X
Yüksek dayanımlı alaşımlar	I veya II	100X

Çizelge 4.5. *Tane veya kalıntıların belirlenmesinde kullanılan metalografi ile ilgili çeşitli standartlar.*

Standart No	**Adı**
TS EN ISO 945 (1994)	Dökme demir- Grafit mikro yapısının gösterilmesi
TS EN ISO 643 (2008) (önceki 882)	Çelikler - Görünür tane büyüklüğünün mikrografik tayini
TS 4566 EN ISO 945 (1975)	Dökme demir - Grafitin mikro yapısının gösterilmesi
TS 1695 EN ISO 2624 (1998)	Bakır ve bakır alaşımları - Ortalama tane büyüklüğü tayini
TS 3868 ISO 4967 (2005)	Çelik - Metalik olmayan kalıntı içeriğinin tayini - Standard diyagramlar kullanılarak uygulanan mikrografik yöntem
TS 3088 ISO 3763	Biçimlenebilir çelikler - Metalik olmayan inklüzyon miktarı tayini için makroskopik yöntemler
Ts 4250 En 24499 (2001)	Sert metaller; Mikro yapının metalografik tayini
TS ISO/Tr 14321 (2002)	Sinterlenmiş metal malzemeler - Sert metaller dışında - Metalografik hazırlama ve muayene
TS 4250 EN 24499 (2001)	Sert metaller; Mikro yapının metalografik tayini
ASTM E 112-2013	Standard test methods for determining avarage grain size
ASTM E-3-2017	Guide for preperation of metallographic specimen
ASTM E-7-2017	Terminology relating to metallography
ASTM E-407-2007	Practice for microething metals and alloys
ASTM E 562-2019	Test method for determining volume fraction by systematic manuel point count
ASTM E-930-2018	Test method for estimating the largest grain observed in a metallographic section (ALA grain size)
ASTM E-1181-2015	Test methods for characterizing dublex grain size
ASTM E 1382-2015	Test methods for determining avarage grain size using semi automatic and automatic image analysis

Karşılaştırma kart metodu kullanımı için parlatılmış ve dağlanmış numuneler üzerinde tesadüfü olarak seçilen en az beş bölgede tane büyüklüğü belirlenir. Bu değerlerin ortalaması alınır ve gerekirse yuvarlatılır. İşlem, mikroskop ekranından alınan görüntü veya mikro yapı resimleri ile karşılaştırma kartlarının mukayesesi ile yapılır. Karşılaştırma işleminde ilk karar önemlidir ve genellikle anlamlı sonuçlar verir.

ASTM standart kart kullanımında en sağlıklı sonuçlar, uygun bir yere asılmış ASTM kartlarındaki fotoğraflar ya da çizimler ile mikro yapı görüntülerinin karşılaştırılmasıyla değil, saydam üzerine çizilmiş standart mikro yapıların bir ekrana aktarılan görüntüleri üzerine yerleştirilmesi ile yapılan karşılaştırma ile elde edilir. ASTM KART I için hazır saydamlar mevcuttur. Karşılaştırma kartlarından, incelenmekte olan yapıya en uygun olanı seçilir ve gösterilen büyütmedeki görüntü ile doğrudan karşılaştırma yapılarak mikro yapı büyüklüğü belirlenir. Karşılaştırma için mikrofotograflar veya ekran görüntüsünden yararlanılır.

Mikro yapı ve karşılaştırma kartları genellikle aynı büyütme oranında incelenir. İnce tane yapılı malzemelerin tane boyutunun belirlenmesinde yüksek büyütme oranı daha avantajlıdır. Tane yapısı "M" büyütme ile incelendiğinde ve bu büyütme oranı karşılaştırma kartı büyütme oranı "Mb"den fazla ise, gerçek tane ebadı görünen tane ebadından "Q" kadar büyük çıkacaktır. İri taneli malzemeler için karşılaştırma kartı kullanıldığında "M"nin "Mb"den büyük olması durumunda yukarda bahsedilen durumun tersi olur.

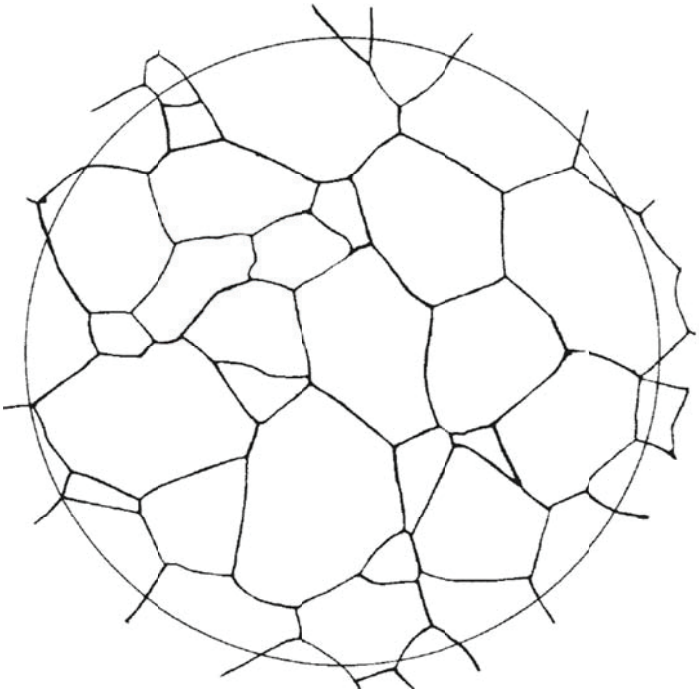
Yukarda anlatılanlar bir örnekle açıklanacak olursa:

Yapı 500X büyütme ile incelendiğinde ASTM görünür tane ebadı 5 ise, gerçek tane boyutunu belirlemek için aşağıdaki formül kullanılır:

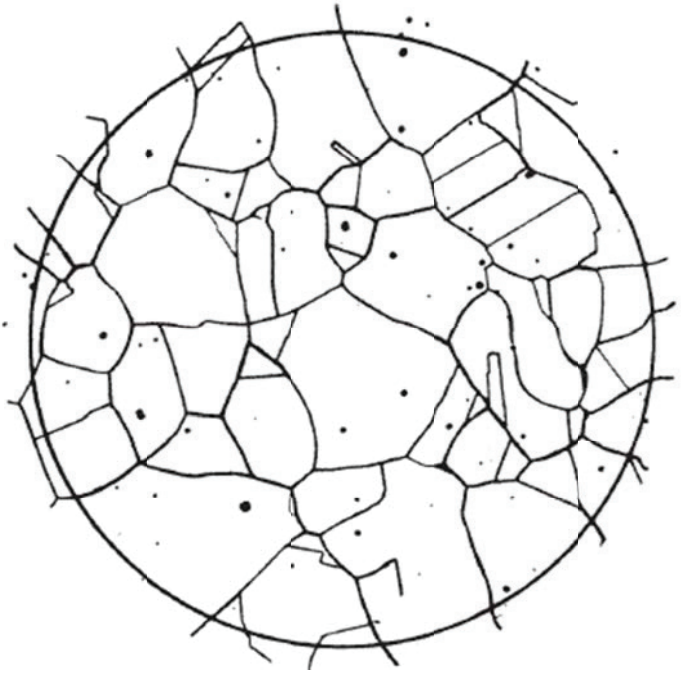
$$G = G_{tahmin} + Q = G_{tahmin} + 6.64 \log M / Mb \qquad (4.13)$$

Örnekte M = 500X ve Mb = 100X (çoğu kart 100 büyütmededir)
Böylece Q = 4.64 ve
ASTM tane ebadı: 5 + 4,64 = 9,64 (yuvarlatılarak 9,5 veya 10) olur.

NOT: Şekil 4.9-4.12'deki resimlerden ikisinin bir sayfaya sığdırabilmesi için %10 kadar küçültülmüştür.



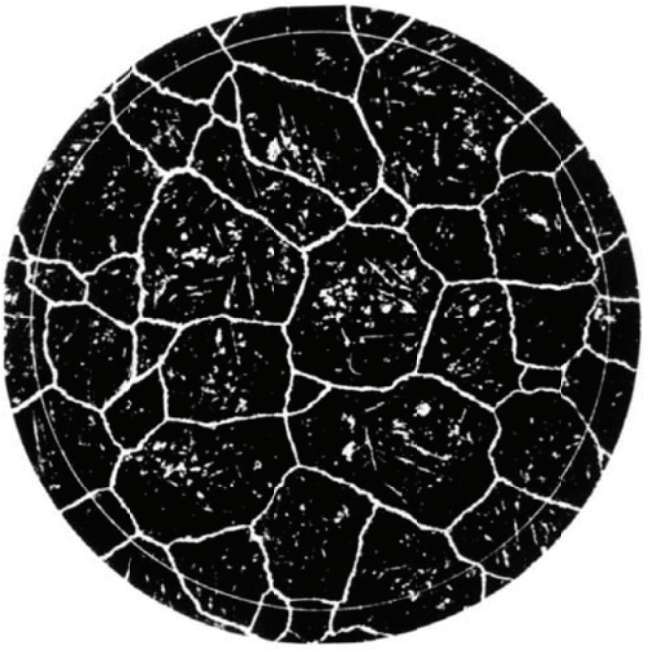
Şekil 4.9. *İkiz tane bulunmayan dağlanmış yapı. Kart I, 100X'te tane büyüklük No 3 [6].*



Şekil 4.10. *İkiz taneli dağlanmış yapı. Kart II, 10OX'te tane büyüklük No 3 [6].*



Şekil 4.11. *İkiz taneli kontrast dağlaması yapılmış yapı. Kart III, 75X büyütmede tane boyutu 0.090 mm [6].*



Şekil 4.12. *Östenitik tane örneği. Kart IV, 100 X'te tane büyüklük No 3 [6].*

Kırık Yüzey Karşılaştırma Kart Yöntemi

Yüksek sertlikteki gevrek martenzitik çeliklerde ve özellikle takım çeliklerinde birincil östenit tane büyüklüğünü belirlemede *Shepherd kırık yüzey karşılaştırma metodu* kullanılır. Bu yöntemde kırık yüzeyli numuneler, ASTM tane ebadı 1-10 olan set halinde hazırlanmış kırık yüzey numuneleri ile karşılaştırılır.

Literatüre göre setteki bütün kırık yüzeyler tanelerarası kırılma gösteriyor olmasına rağmen, ASTM standardında sadece 1-6 nolu numunelerin tanelerarası kırılma gösterdiği kabul edilir. İnce taneli malzemelerde tane ebadı küçüldükçe tanelerarası kırılma azalır ve *klivaj kırılm*a görülür. Bu kırılma düzgün yüzeylerin ortaya çıktığı çok gevrek kırılma türüdür. Tane ebadı ASTM 10'dan daha ince olan malzemelerde sağlıklı ölçümler yapmak zordur. Benzer şekilde tane ebadı ASTM 1'den daha büyük olan malzemelerde kırık yüzey incelemesi ile tane ebadı tespiti enterpolasyonla mümkün olur. Sağlıklı bir sonuç için düzgün kırılmış yüzeylere ihtiyaç duyulur. Bu nedenle kırık yüzey karşılaştırma metodu için kırılgan malzemeler tercih edilir. Sünek malzemelerde tane yapısı olduğundan daha kaba görünür ve aynı zamanda deformasyona uğradığı için gerçek yapının tespiti zordur. Benzer şekilde temperlenmiş martenzit yapı da sünekliği artıracağından yanlış değerlendirmelere neden olabilir.

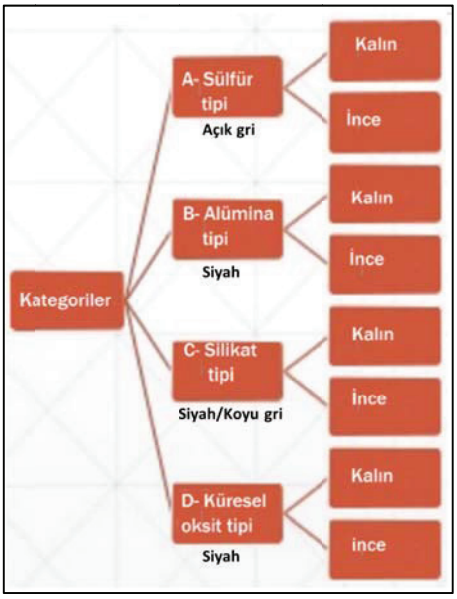
Kırık yüzey karşılaştırma metodunda su verilmiş veya temperlenmiş yaklaşık 7.5 cm uzunluğunda ve 2.5 cm kalınlığında enine yönde kırılmış numuneler tercih edilir. Boyuna yönde kırılmış numuneler, inklüzyon, karbürler, alaşım bantları ve malzemenin normal kırılma görünümünü etkilemediği için tercih edilir. Hafif temperlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinde düzgün gevrek kırılma görünümü için numunelere önceden çentik açılır veya numune soğutulduktan sonra kırılır. Temperlenmiş numunelere kırma deneyi uygulandığında, temperleme işleminin sünekliği önemli ölçüde artırmasından dolayı kırık yüzey tane oranının (ASTM No) azaldığı görülür. Çoğu takım çelikleri 200°C'de temperlendiğinde tane boyutunda değişime görülmezken, daha yüksek sıcaklıklardaki temperleme işlemlerinde tane boyutunda değişim görülür. Yüksek alaşımlı çeliklerde ise tane boyutundaki değişim daha yüksek temperleme sıcaklıklarında görülür.

Metalik Olmayan Kalıntıların Standart Diyagramlarla Belirlenmesi

Çeşitli metallerin metal olmayan elementlerle bir araya gelmesiyle yapı ile uyuşmayan ve özellikleri değiştiren kalıntılılar oluşur. Bunlara örnek olarak SiO_2, MnS, FeS_2, MnO, MgS, Ce_2Se_3, AlN verilebilir. Malzeme içerisindeki kalıntılar "*ekzogenetik*" veya "*endogenetik*" olarak bulunurlar. Ekzogenetik inklüzyonlar yapıya dışarıdan giren kum, cüruf, ön alaşımlama malzemeleri gibi istenmeyen malzemelerdir. Endogenetik inklüzyonlar ise, metalik malzemelerin metalurjik reaksiyonları sırasında ortaya çıkan kalıntılardır. Her iki tür kalıntı da malzeme sertliği, dayanımı, plastik deformasyon kapasitesi gibi özelliklerinde istenmeyen değişikliklere sebep olur ve malzemenin deformasyon özelliklerini olumsuz yönde etkileyerek kırılmasında önemli katkıda bulunur. Bu nedenle malzemelerin gerek imalatı sırasında, gerekse sonrasında zaman zaman kalıntı ve kimyasal bileşim kontrolü yapılır. Bu şekilde daha saf ve yüksek dayanım sergileyen malzeme üretimi için gayret gösterilir. Bu kalıntılar yapıda sülfür, oksit, nitrür, slikat vb. şekilde bulunur ve bunları makro inceleme ile birbirinden ayırt etmek mümkün değildir. Bunun için sistematik bir şekilde yapıdaki kalıntıların cinsi, büyüklüğü, dağılımı ve kimyasal bileşimi belirlenmelidir. Kalıntıların miktarlarının belirlenmesi için mikro yapı fotoğraflarından veya standart olarak hazırlanmış olan karşılaştırma kartlarından faydalanılır. Her ne kadar karşılaştırma kartları ile malzemenin kimyasal bileşimi hakkında bilgi sahibi olunmasa da diğer özellikleri belirlemede yaygın olarak kullanılır. Son yıllarda görüntü analiz yazılımları aracılığıyla çeliklerde inklüzyon analizleri yapılarak otomatik rapor ouşturulabilmektedir.

Standart karşılaştırma kartları ile kalıntılara (inklüzyon) ait boyut, tip, parçacık adedi gibi bilgiler elde edilir ve kısa sürede gerçek yapı ile karşılaştırma imkânı sağlanır. Şekil 4.13'te görüldüğü gibi ASTM E-45'te kalıntılar dört grupta

kategorize edilmekte, bunlar da kendi aralarına kalın ve ince şeklinde ayrılmaktadır. Uluslararası standart organizasyonu ISO (**I**nternational **S**tandard **O**rganisation) ve **T**ürk **S**tandardı (TS 3868) en sık karşılaşılan kalıntı tiplerini 5 grupta sınıflamaktadır. Bunlar; Grup A, Grup B, Grup C, Grup D ve Grup DS olarak verilmiştir. Şekil 4.14'te TS 3868'de belirtien kalıntı ölçümünde kullanılan deney şablonu, gruplar ve özellikleri ile ilgili kısa açıklama ise aşağıda verilmiştir:



Şekil 4.13. *İnklüzyonların ASTM E 45'e göre sınıflandırılmasının şematik gösterimi [7].*

- **Grup A (sülfür tipi):** Aşırı yumuşak, geniş en-boy aralığında, gri parçacıklar halinde ve genellikle yuvarlak uçlu bir görünümdedirler (Şekil 4.14). Demir içerisinde sülfür kalıntıları FeS veya MnS formunda bulunur. Özellikle FeS, sıcak plastik şekillendirmeyi olumsuz yönde etkileyerek sıcak kırılganlığı artırır. Düşük Mn ihtiva eden ve dökümü sırasında söndürme işlemine tabi tutulmayan kaynar dökülmüş çeliklerde FeS oluşur. Çelik içerisinde yeterli miktarda Mn bulunması durumunda (%0.27'den fazla) ve düşük kükürt oranında (%0.03'ten az) MnS veya kompleks sülfür yapıları oluşur. Bu tür sülfür kalıntıları yüksek ergime derecesine sahip olduğundan ve plastik tavır sergilediğinden çeliğin deformasyonuna olumsuz etki etmez.

- **Grup B (alümina tipi):** Fazla deforme olmamış, köşeli, düşük en-boy oranına sahip genellikle 3 µm'den küçük, siyah veya mavimsi, rastgele dağılmış parçacıklardır (Şekil 4.15). Bunlar sert partiküllerdir ve yapıda sıralı halde birbirlerinden ayrı küçük parçacıklar halinde bulunur.

- **Grup C (silikat tipi):** Aşırı yumuşak, geniş en-boy aralığında, genellikle mikron veya daha büyük boyutta, siyah veya koyu gri renkte parçacıklar halinde bulunur ve çoğunlukla sivri uçludur. Bu tür silikat inklüzyonları kırılgan veya sünektir (Şekil 4.16). SiO_2 ile doygun olanları kırılgan türüne örnek olup, oksitlerle benzer özellikler göstererek deformasyon sırasında kırılarak yapıda bir dizi halinde bulunur. Camsı silikatlar ise özellikle yüksek sıcaklıklarda oldukça sünek bir tavır sergiler. Plastik tavırları sıcaklık düşüşü ile azalır ve büyük, deforme olmamış bir görünüm sergiler. Malzemenin reddine sebep olan önemli partiküllerdendir.

- **Grup D (küresel oksit tipi):** Deforme olmamış, köşeli veya dairesel, düşük en-boy oranılı, genellikle mikronaltı boyutta, siyah veya mavimsi, keyfi dağılmış parçacıklardan oluşur (Şekil 4.17). Yapıda kırılgan oksit şeklinde bulunurlar. Mikroskop altında bir dizi halinde, küresel veya elips şeklinde görülebilir. Deformasyon sırasında kırılarak bir dizi halinde olabileceği gibi, hiç etkilenmeden ilk halini de koruyabilir. Sıvı çelik içerisinde yüksek ergime derecesine sahip olmasından dolayı katı haldeki yapısını muhafaza eder.

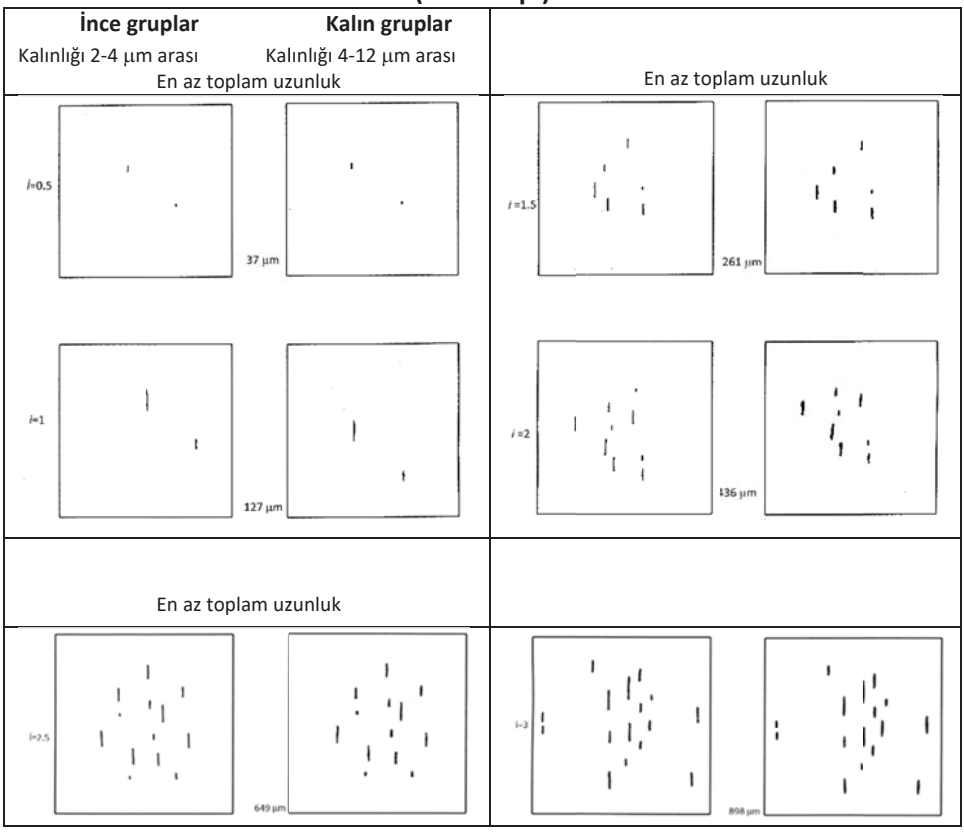
- **Grup DS (tek küre tipi):** Dairesel veya benzer görünümlü, çapı 13 µm veya daha büyük olan tek bir parçacıktan oluşur. Şekil 4.18'de yapı ile ilgili karşılaştırma kart örneği verilmiştir.

Bunlardan başka malzemenin kimyasal bileşimi ve ortama bağlı olarak farklı fazlarda çeşitli kalıntılar oluşur. En yaygını nitrürlerdir ve yapıda çok küçük partiküller şeklinde bulunur. Özellikle azot ihtiva eden ortam veya malzemelerin azota karşı ilgisi fazla olan Ti ve Al gibi malzemelerle birlikte yaptığı fazlardır. Serttir, tane sınırlarında veya bir bant halinde tane içinde görülebilir. Kare, dikdörtgen ve üçgen gibi düzenli geometrik şekilleri sayesinde kolayca tespit edilebilir. Çeliğin kırılganlığını artırır.

Bu kalıntılar incelenirken ya görüntü ekran üzerine alınır veya görüntü görme merceğinden 100X büyütme ile izlenir. Ekranın önüne veya arkasına, kenarı 71 mm olan kare şeklinde (görüntünün izlendiği aktif alan 0.50 mm^2 olmak üzere) şeffaf plâstik bir levha (Şekil 4.19) yerleştirilir. Bu kare içerisinde kalan görüntü Şekil 4.14-Şekil 4.18'de gösterilen standart resimlerle karşılaştırılır.

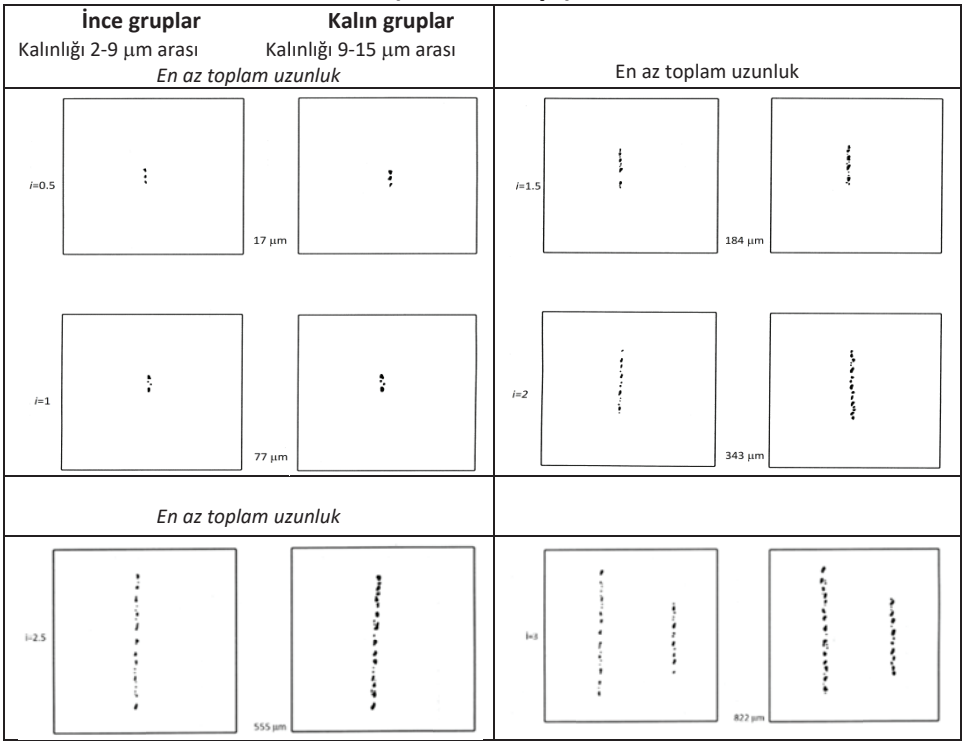
A, B, C, D ve DS kalıntı grupları ile ilgili ISO diyagramları

A
(Sülfür tipi)

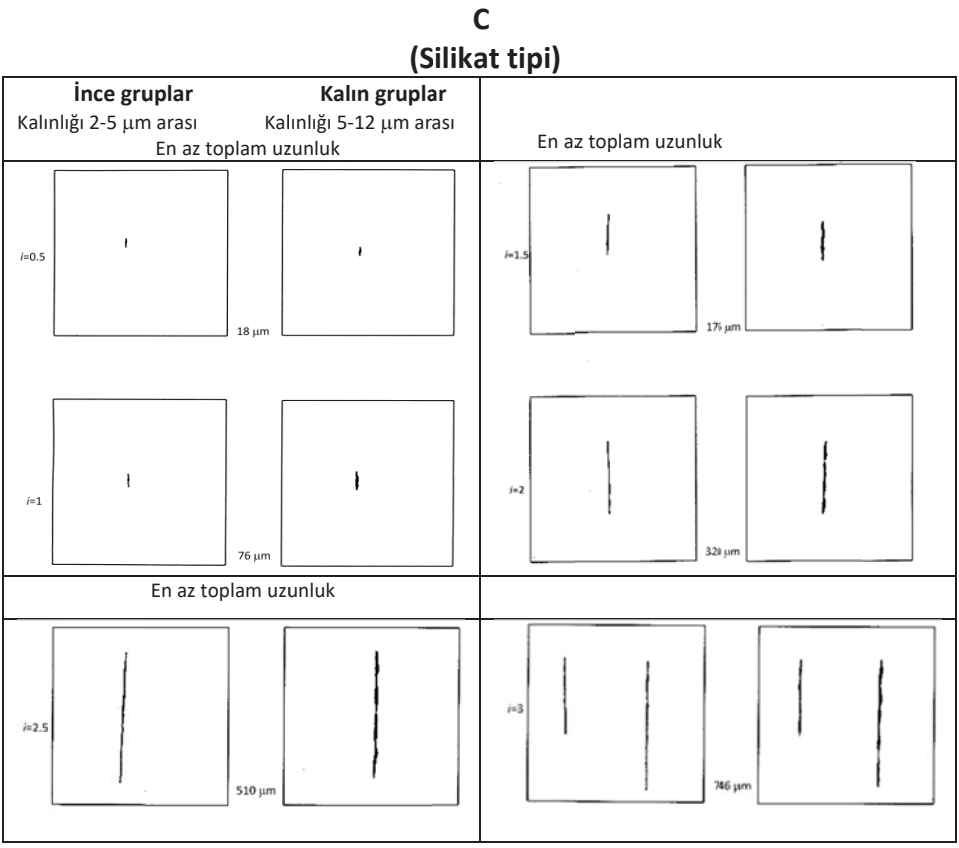


Şekil 4.14- *A (Sülfür tipi) kalıntı diyagramı (100X) [8].* ***Not:*** *Resimler %40 küçültülmüştür.*

B
(Alümina tipi)



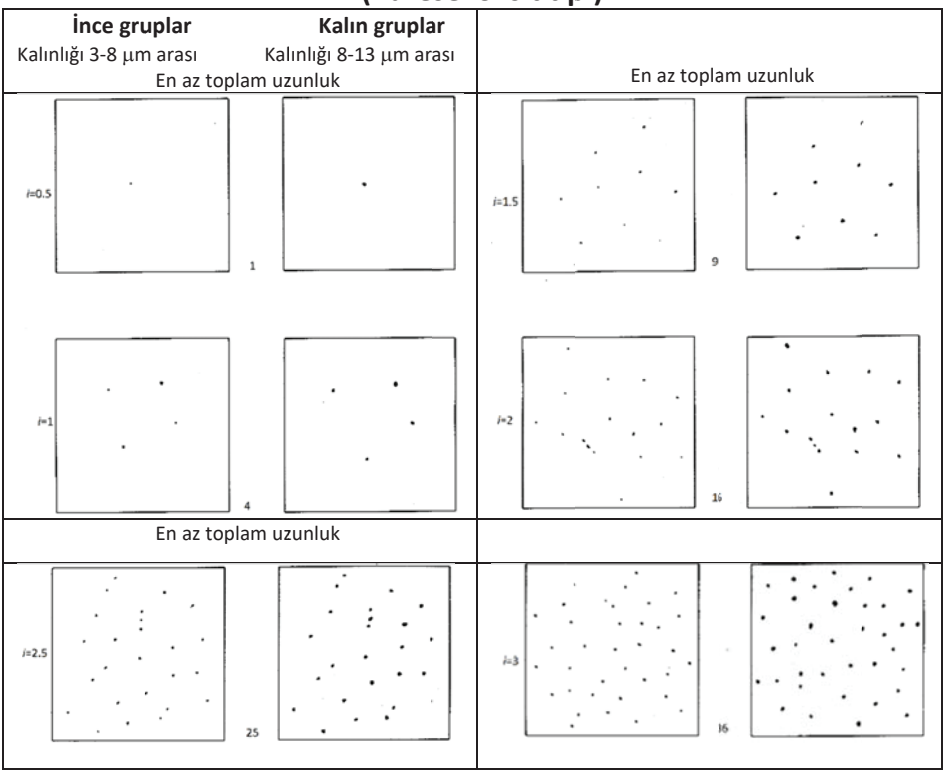
Şekil 4.15- B (Alümina tipi) kalıntı diyagramı (100X) [8]. **Not:** *Resimler* %40 küçültülmüştür.



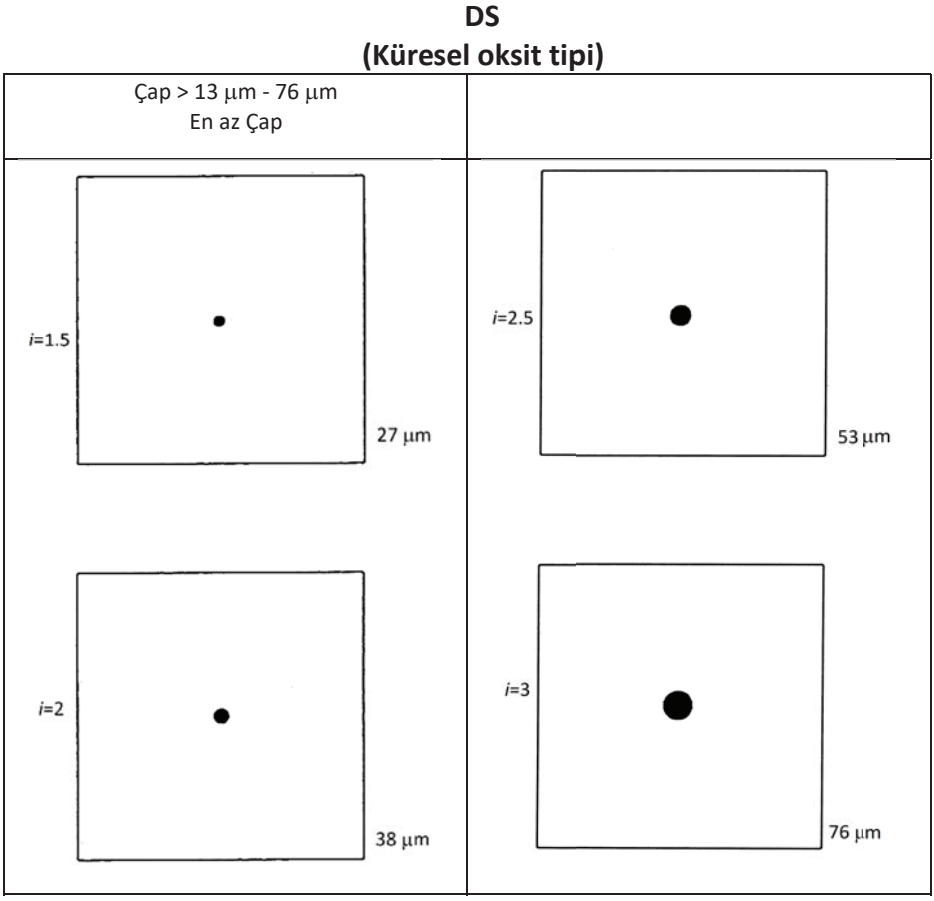
Şekil 4.16- C (Silikat tipi) kalıntı diyagramı (100X) [8]. **Not:** Resimler %40 küçültülmüştür.

D

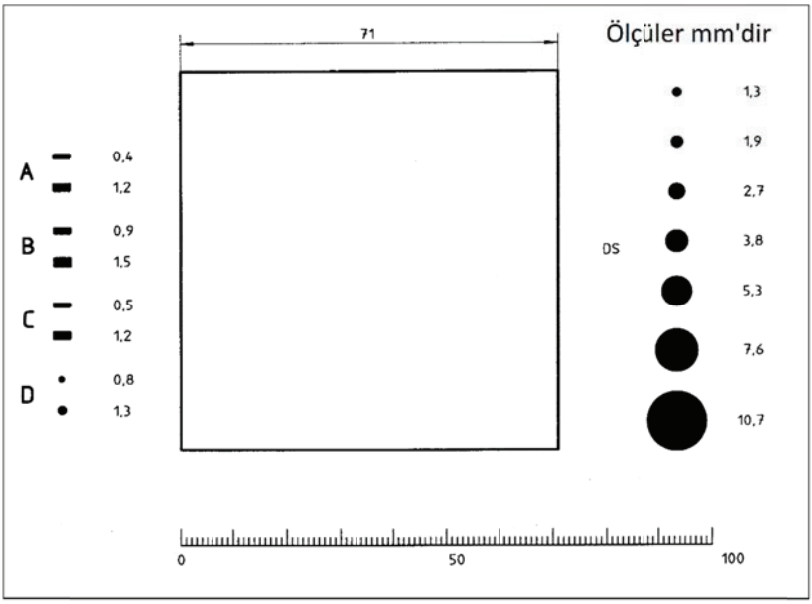
(Küresel oksit tipi)



Şekil Ek 4.17- D (Küresel oksit tipi) kalıntı diyagramı (100X) [8]. **Not:** Resimler %40 küçültülmüştür



Şekil 4.18- *DS (tek küre oksit tipi) kalıntı diyagramı (100X) [8].* ***Not:*** *%30 küçültülmüştür [9].*

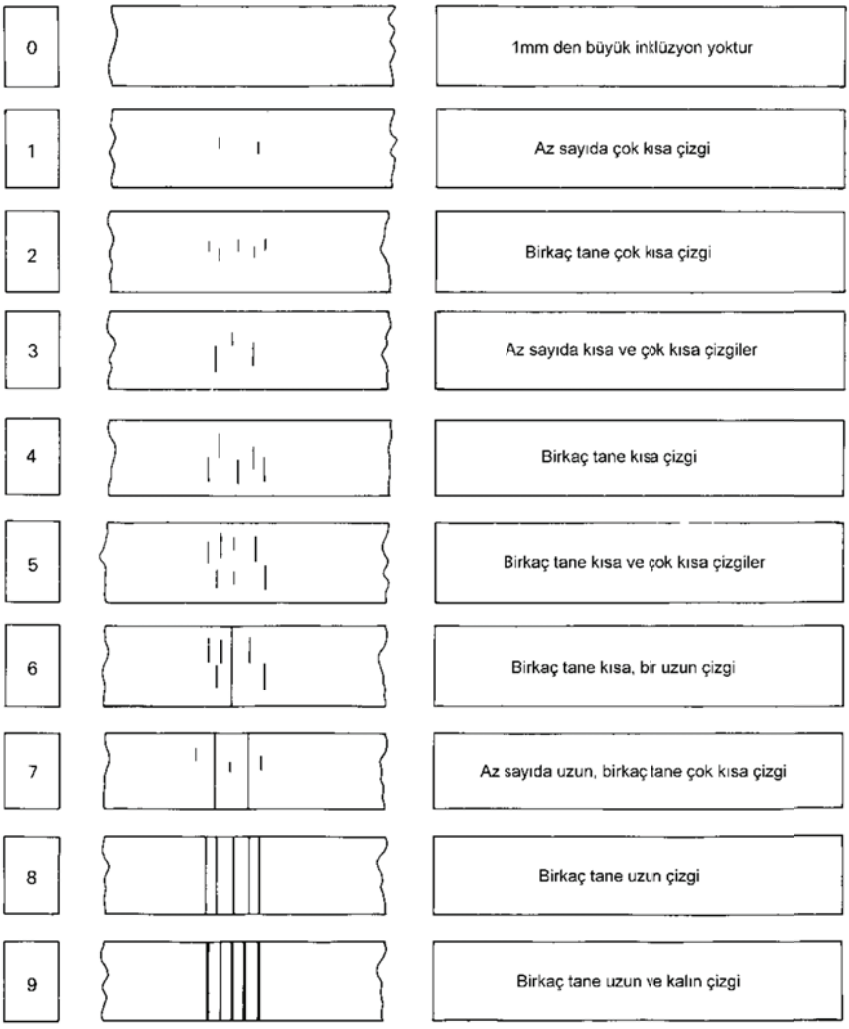


Şekil 4.19- *Kalıntı ölçümünde kullanılan deney şablonu [9].*

Meneviş Kırılganlık Deneyi Yöntemi

Dövme veya haddelemeye uygun çelik malzemelerde metalik olmayan inklüzyon miktarının tayini için kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem çıplak gözle veya büyütmesi 10X'dan daha fazla olmayan büyüteçlerle görülebilen metalik olmayan inklüzyonların miktarının tayininde kullanılır. Menevişleme işleminden sonra kırılan yüzeyde görülen inklüzyonların toplam sayılarını ve dağılımlarını belirlerleme amaçlıdır. Kırma işlemi ve muayene, dövme veya hadde malzemenin boyuna ekseni yönünde yaklaşık 10 mm kalınlığında numune üzerinde yapılır. İnklüzyonlar genellikle beyaz çizgiler halinde görünür.

İşlem gerektiğinde deney parçasına normalleştirme ısıl işlemi uygulandıktan sonra yapılabileceği gibi, deneye başlamadan hemen önce deney parçası menevişleme sıcaklığına (300°C-350°C) havada ısıtılarak da yapılabilir. Ayrıca deney parçası ortam sıcaklığında kırılır ve daha sonra kırılan bu parçalar menevişleme sıcaklığına ısıtılarak yapılır. Kırılan deney parçalarının iki parçasından birinin yüzeyi, çıplak gözle veya 10X ve daha düşük büyütmeli büyüteçle muayene edilir. Sonuçlar ya Şekil 4.20'de verilen diyagramlarla karşılaştırılarak veya inklüzyonlar sayılarak yapılır.



Terimlerin açıklaması

Çok kısa çizgi : 1 - 2,5 mm
Kısa çizgi : > 2,5 mm, ≤ 5 mm
Uzun çizgi : > 5 mm
Az sayıda : ≤ 3
Birkaç tane : > 3
Kalın : > 0,5 mm

***Şekil 4.20**- Meneviş kırılganlığı deneyi yöntemi için standart diyagramlar [8].*

DÖKME DEMİRLERDE GRAFİT MİKRO YAPISININ TAYİNİ

Dökme demir içerisindeki grafitin mikro yapısı; biçim, dağılım ve büyüklüğüne göre farklı şekillerde gösterilir. Bunlarla ilgili kısa açıklama ve örnek yapılar aşağıda verilmiştir:

Biçimine göre: Dökme demir içerisindeki grafit biçimleri Romen rakamıyla gösterilir. Grafit biçimi için referans diyagramlar I'den VI'ya kadar numaralandırılan altı karakteristik biçimi gösterir (Şekil 4.21). Bunlar yapıdaki grafitin ana tiplerini temsil eder. Ancak çok fazla olmamakla birlikte grafitler bu altı şeklin haricinde başka biçimlerde de görülebilir.

Dağılımına göre: Grafit dağılımını belirlemek için referans yapılar büyük harflerle A'dan E' ye kadar beş farklı yapı olarak verilir. A tipi, homojen dağılımlı grafitlerin keyfi yönlendiğini gösterirken, B tipi belirli bölgede yoğunlaşmış rozet veya çiçek biçimli olarak tanımlanır ve bunlar rastgele konumludur. C tipi grafitler değişik büyüklükte ve keyfi dağılım sergiler. D tipinde ise dendritler arası segregasyon şeklindedir ve yine rastgele konumludur. E tipi grafit yapılarında ise dendiritler arası segregasyon şeklinde bulunur ve tercihli yönlenme gösterir. Bu yapılarla ilgili örnek resimler Şekil 4.22'de verilmiştir.

Büyüklüğüne göre: Mikro yapı içeresindeki grafit büyüklüğünü belirlemede kullanılan referans yapılar, normal rakamlarla gösterilir. Şekil 4.23'ten Şekil 4.26'ya kadar olan çizimler ve Çizelge 4.6 grafit büyüklüğünü belirlemede kullanılır. 100X büyütme için grafit büyüklükleri, 100 mm üzeri (Büyüklük 1) boyuttan 1,5 mm'nin altına (Büyüklük 8) kadar değişiklikler göstermektedir.

Bu yöntemde incelenmek üzere hazırlanan dökme demir malzemede gözlemlenen grafitlerin biçim, dağılım ve büyüklükleri standart diyagramlarla karşılaştırılarak belirlenir ve standart diyagrama en fazla benzeyen diyagramla aynı sınıfa dahil edilir. İşlem hızlı, istatistiksel analizi kolaydır. Yapılar genelde uygun bir şekilde parlatılmış ancak dağlanmamış yüzeyde incelenir. Bununla birlikte yüksek silisyumlu dökme demirler gibi bazı özel alaşımlarda parlatmadan sonra dağlama yapılması yapının daha net olarak ortaya çıkmasından dolayı tercih edilir. İncelemeler için hazırlanan numune boyutu, grafit dağılımını doğru olarak temsil edecek yeterli büyüklükte olmalıdır.

Hazırlanan numunenin mümkünse tamamı mikroskop altında incelenmelidir. Yüzey önce grafit biçim ve dağılımını veren referans diyagramlarla (Şekil 4.21 ve Şekil 4.22) karşılaştırılır ve gözlemlenen mikro yapılar kendisine en yakın referans diyagrama göre tanımlanır. Daha sonra grafit parçacıklarının büyüklüğü çap olarak 100X büyütmede (Şekil 4.23-Şekil 4.26 ve/veya Çizelge 4.6 ile) karşılaştırılarak belirlenir.

Mikroskopta inceleme ya doğrudan karşılaştırma ile veya görüntünün mikroskobun buzlu ekranına yansıtılmasıyla yapılır. Parçacıkların büyüklüğü görme merceği üzerine çizilmiş ölçü çizgileri ile de yapılabilir. Görüntü alanı yaklaşık olarak referans diyagramlarla aynı büyüklükte olmalıdır (~80 mm çapında). Bunlardan başka referans diyagramlar da kullanılır. Grafitlerin biçim, dağılım ve büyüklükleri için bir seri referans diyagram verilmiştir. Referans diyagramlar gerçek foto mikro yapılar yerine ideal nitelikte mikro yapıları göstererek, gözlem sonuçlarını etkileyebilecek küçük etkilerden kaçınılmasını sağlamak amaçlıdır.

Grafitin biçim, dağılım ve büyüklükle gösterilmesi

Yapıdaki grafitlerin biçim, dağılım ve büyüklüğünü göstermek için yukarıda belirtilen rakam ve harfler kullanılır. Romen rakamları grafit biçimi, büyük harfler dağılımını, rakamlar da büyüklüklerini belirlemede kullanılır.

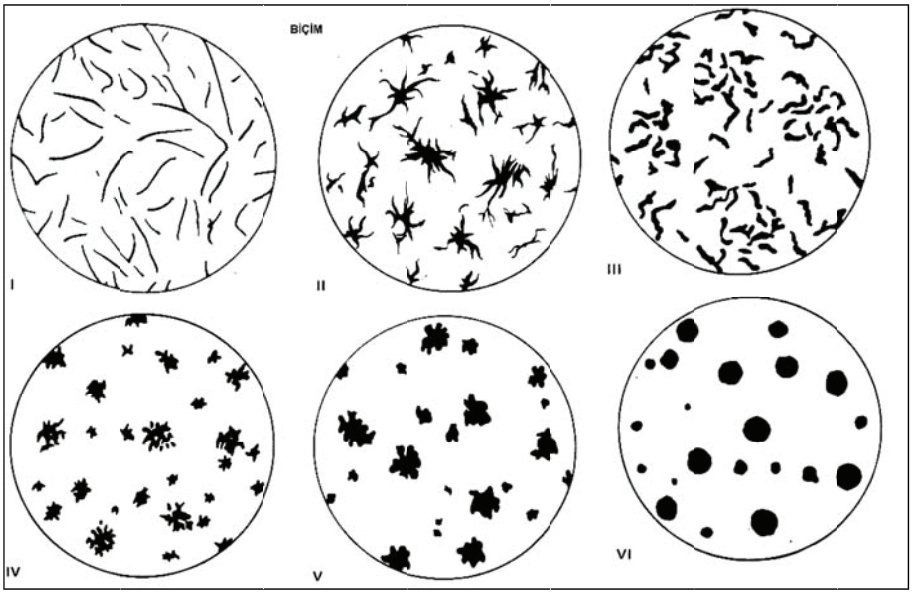
Örnek 1: IV B 3 tip grafit denildiğinde, 100 büyütmeyle Biçim IV (düzensiz şekilli grafitlerden-vermiküler) olan, B tipi dağılım gösteren (rozet veya çiçek biçimli) ve parçacık büyüklüğü 25-50 mm arasındaki grafit parçacıkları anlamına gelir.

Örnek 2: %70 IV B 3 + %30 IV E 5, şeklinde gösterildiğinde: Yapıda bulunan grafitin %70'inin biçim IV, dağılım B ve büyüklük 3'te, %30'unun ise biçim IV, dağılım E ve büyüklük 5'te olduğu anlamına gelir.

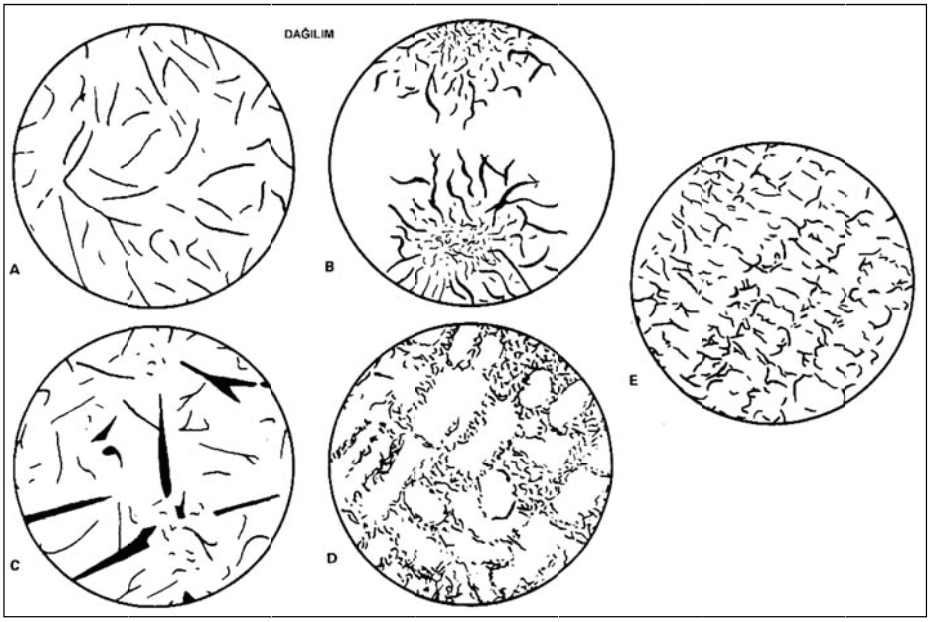
Çizelge 4.6- *Biçim I'den VI'ya kadar grafit parçacıklarının boyutları [10].*

Referans numarası	100X büyütmeyle gözlemlenen parçacıkların boyutları (mm)	Gerçek boyut (mm)
1	> 100	> 1
2	50-100	0.5-1
3	25-50	0.25-0.5
4	12-25	0.12-0.25
5	6-12	0.06-0.12
6	3-6	0.03-0.06
7	1.5-3	0.015-0.03
8	< 1.5	< 0.015

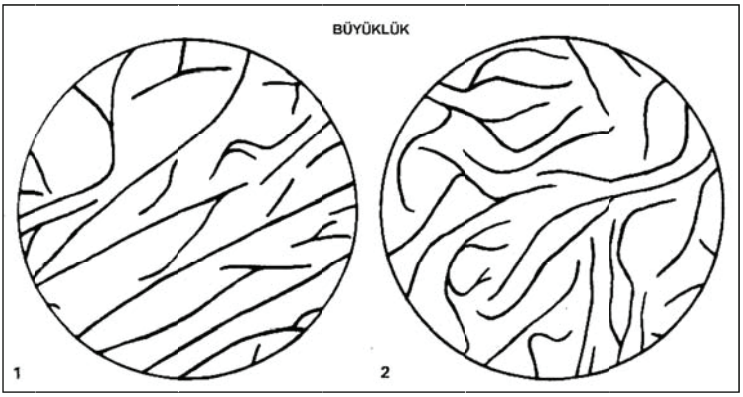
Not- *Değişik tiplerdeki grafitlerin bulunduğu karışık yapılar; grafitin değişik tiplerinin yüzde miktarlarının hesaplanmasıyla tanımlanabilir.*



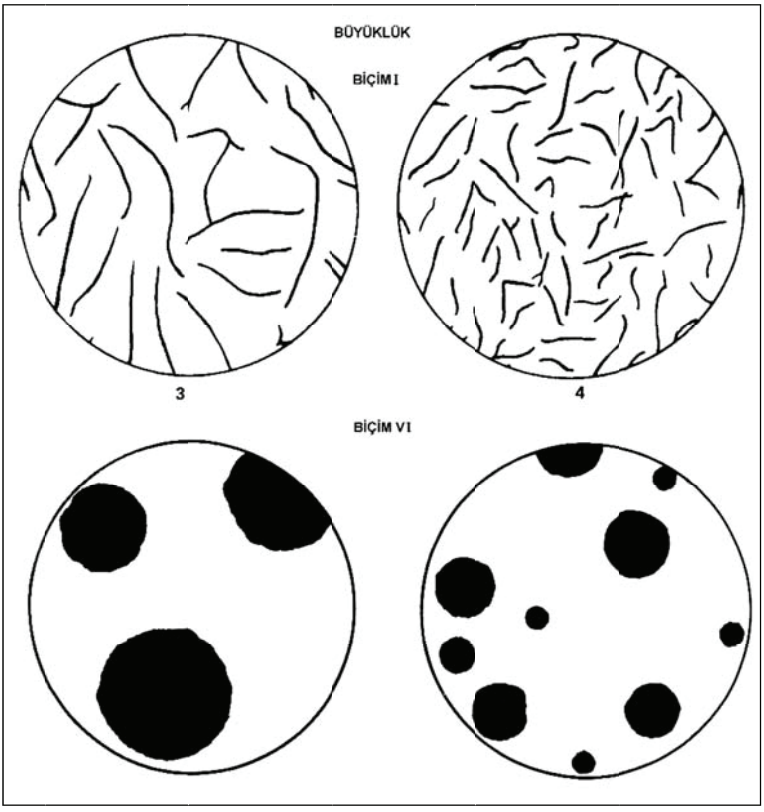
Şekil 4.21- *Grafit biçimi için referans mikro yapılar (Dağılım A) [10].*



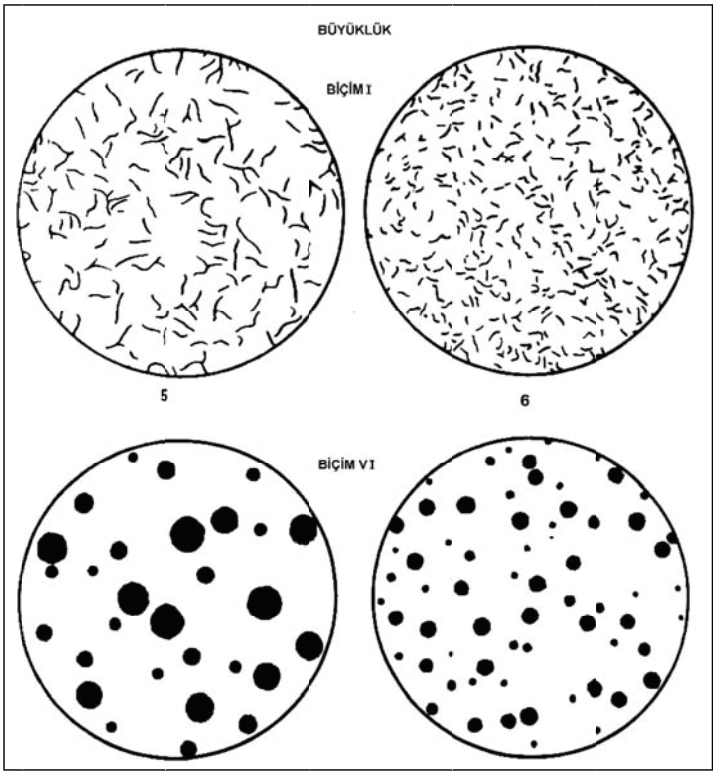
Şekil 4.22- *Lamel grafitli dökme demirde grafit dağılımını gösteren referans mikro yapılar (Biçim 1). A tipi- Homojen dağılımlı, rastgele yönlenme, B tipi- Rozet biçimli, rastgele konumlu, C tipi- Değişik büyüklükte, rastgele konumlu, D tipi- Dendritlerarası segregasyon, rastgele konumlu, E tipi- Dendiritler arası segregasyon tercihli yönlenmeyi göstermektedir [10].*



Şekil 4.23- *Grafit dağılımı için referans mikro yapılar*

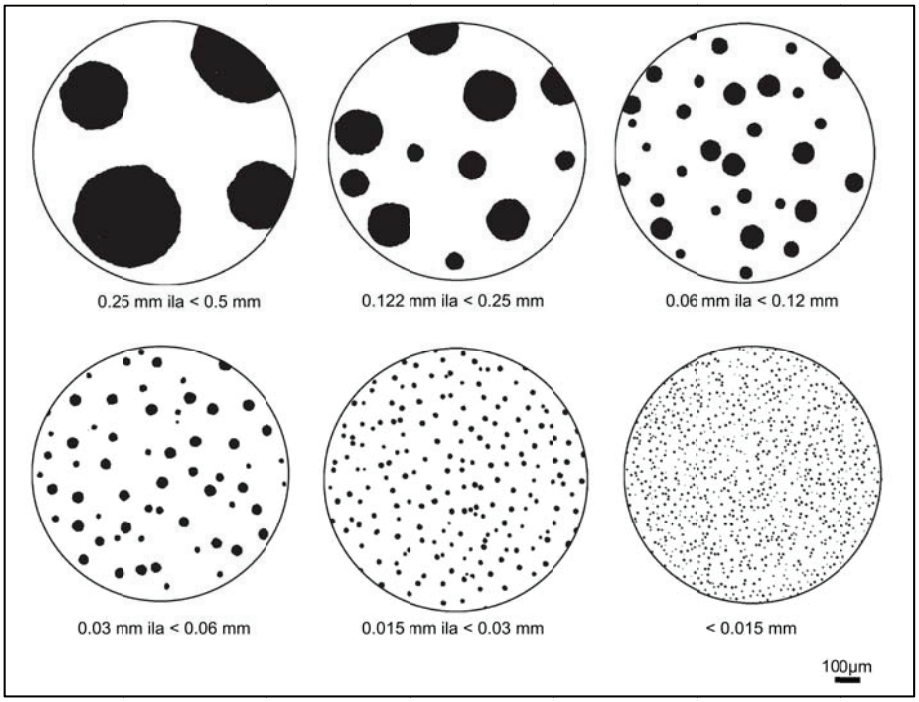


Şekil 4.24- *Grafit büyüklüğü için referans diyagramlar (Biçim I ve Biçim VI, Dağılım A) (X 100) - Referans numaraları 3 ve 4.* ***Not-*** *Yapılar % 50 küçültülmüştür [10].*



Şekil 4.25- *Grafit büyüklüğü için referans diyagramlar*[1] *(Biçim I ve Biçim VI, Dağılım A) (100X)- Referans numaraları 5 ve 6.* ***Not-*** *Yapılar % 50 küçültülmüştür [10].*

Dipnot *1. Diyagramlar grafit yapısını değil sadece dış hatları gösterir.*



Şekil 4.26- *Küresel grafitli dökme demirlerde grafit büyüklüğü için referans diyagramlar*[2] *(Biçim IV ve Biçim V) (100X) [10].*

Jeffries Alan Ölçme Yöntemi

Jeffries tarafından geliştirilen ve yıllarca kullanılan alan ölçme yöntemi, önceden belirlenmiş bir alandaki tane boyutunun ölçülmesi esasına dayanır ve doğrudan ASTM tane büyüklüğü ile ilişkilendirilebilir. Ölçme metodunun kolaylığı nedeniyle yaygın bir kullanım alanı bulmuştur. Ancak, alan içerisinde sayılan tanelerin işaretlenmesi gerektiğinden doğrusal yöntemler kadar pratik değildir. Sayımı yapılacak bölgenin tesadüfü olarak seçilmesi gereklidir.

Jeffries metodunda 79.8 mm çapında (5000 mm^2 alan) bir daire veya uygun dikdörtgen, fotoğraf üzerine yerleştirilen bir saydam kağıt üzerine veya projeksiyon ekranına çizilir. Büyütme, bu alan üzerine en az 50, en fazla 100 adet tane sığacak şekilde seçilir. Alan içerisine düşen tane sayısı belirlenir. Şekil 4.27'de görüldüğü gibi alan içerisine tam düşen taneler (n1) 1, sınır çizgilerinin kestiği taranmış tanelerde (n2) ise ½ olarak sayılır. Bu sayı 5000 mm^2 alan için çıkarılmış olan Çizelge 4.7'de verilen Jeffies çarpanı (f) ile çarpılarak milimetre kare başına düşen tane sayısı bulunur. Aşağıdaki yol takip edilerek ve Eşitlik 4.18 kullanılarak ASTM tane büyüklüğü sayısı (G) olarak bulunur.

Dipnot 2 *Diyagramlar grafit yapısını değil sadece dış hatları gösterir.*

$$N_A = f(n1 + \frac{n2}{2}) \quad (4.14)$$

Herhangi bir büyütme (M) için f değeri;

$$f = \frac{M^2}{5000} \quad (4.15)$$

Ortalama tane alanı, Ā, aşağıdaki eşitlikle bulunur.

$$\bar{A}\ (mm^2) = \frac{1}{N_A} \text{ veya } \bar{A}\ (\mu m^2) = \frac{10^6}{N_A} \quad (4.16)$$

Ortalama tane çapı, $\overline{d}$

$$\overline{d} = (\overline{A})^{1/2} = \frac{1}{(N_A)^{1/2}}\ (mm) \quad (4.17)$$

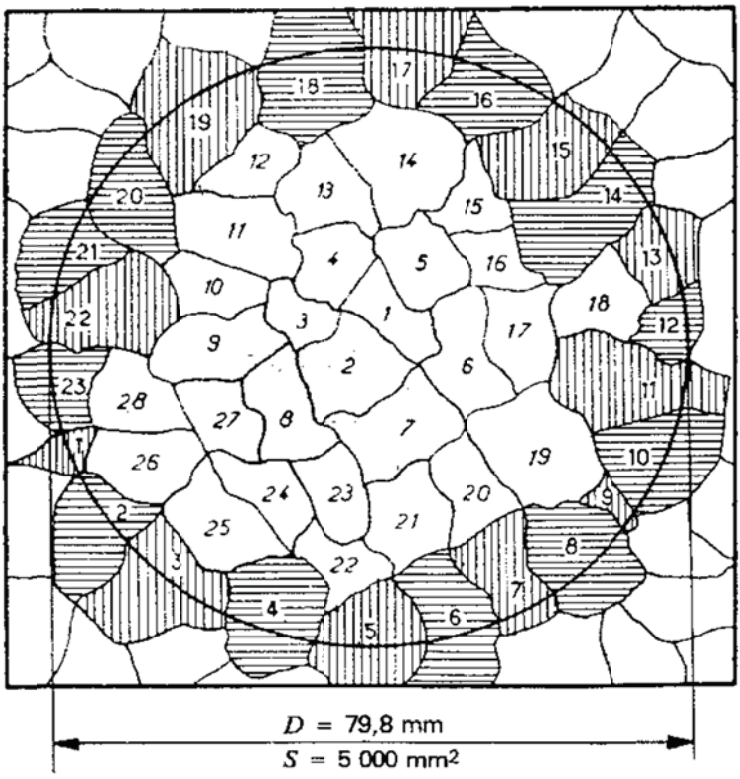
ASTM tane büyüklüğü (G), Çizelge 4.8 veya aşağıdaki eşitlikle bulunur.

$$G = (3.322 \log N_A) - 2.954 \quad (4.18)$$

Çizelge 4.8'de ASTM tane büyüklüğü (G) 1 nolu kolonda, ortalama tane büyüklüğü 2 nolu kolonda, ortalama keşişme uzunluğu 4 nolu kolonda, 1X büyütmede milimetre kareye isabet eden tane sayısı 8 nolu kolonda ve 100X büyütmede bir inç kareye düşen tane sayısı 9 nolu kolonda verilmiştir.

$\overline{d}$, $\overline{a}$, ve N_A değerleri, ASTM tane büyüklüğü sayısı olan G,'nin bir fonksiyonu olarak Çizelge 4.8'de sırasıyla 2, 6 ve 9 nolu kolonlarında verilmiştir. Şekil 4.27'de Jeffries alan ölçüm metodu görülmektedir. Bu yöntemle doğru sonuç alabilmek için sayılan taneler işaretlenir. Birden fazla alan seçilerek sayım yapılır ve bulunan tane boyut değeri yuvarlatılır.

Bu yöntemde sadece çember değil kare veya dikdörtgen alanlar da kullanılır (Şekil 4.28). Çember kullanımında, çemberin kestiği tanelerin yarısının çemberin dışında, diğer yarısının çemberin içerisinde olduğu varsayılır. Bu varsayım, bir tane yapısının içerisinden geçen düz çizgi için geçerli olup eğri çizgi için geçerli değildir. Çember içerisindeki tane sayısı azalırken, bu varsayımdan doğan sapma artar. Çember içerisindeki tane sayısı en az 50 olduğunda, sapma yaklaşık %2'dir. Şekil içerisindeki tanelerin sayısına bakılmaksızın yine 5000 mm^2 alana sahip bir kare veya dikdörtgen kullanılması, sapmadan kaçınmak için basit bir yoldur. Ancak sayma işlemi biraz değiştirilir. Önce dört köşenin her birini kesen taneler ele alınır. Ortalama olarak tanenin dörtte biri dikdörtgen veya karenin içerisinde, dörtte üçünün de sınır çizgilerinin dışarıda kaldığı kabul edilir. Köşelerde bulunan dört tanenin tamamı, deney bölümünün içerisindeki bir taneye eşit kabul edilir. Şekil 4.28'de dikdörtgen alana sahip kesit kullanıldığında bölünme veya kesme sayılarının değerlendirilmesi ile ilgili şematik resim verilmiştir.



Şekil 4.27- *Bir çember içerisindeki tane sayısının değerlendirilmesi. Deney ağı içerisinde tam kalan taneler (beyazlar) 1, sınırdaki taneler (taralı olanlar) ½ olarak sayılır [11].*

Çizelge 4.7- *Kullanılan büyütmeye bağlı olarak Jeffries çarpanı [6].*

Büyütme oranı, M	Jeffries çarpanı (tane/mm^2 için)	Büyütme oranı, M	Jeffries çarpanı (tane/mm^2 için)
1	0.0002	150	4.5
10	0.02	200	8.0
25	0.125	250	12.5
50	0.5	300	18.0
75	1.125	500	50.0
100	2.0	750	112.5
		1000	200.0

Köşelerde bulunanlar taneler dikkate alınmadan, çerçevenin içerisindeki tanelerin tamamı n1, çerçevenin dörtkenarı tarafında kesilen taneler n2 olarak alındığında, çember için kullanılan aşağıdaki eşitlik;

$$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2} \qquad (4.19)$$

Numune yüzeyinde her bir mm^2'deki tane sayısı, m, aşağıdaki bağıntı ile hesaplanır.

$$m = 2\, n_{100} \qquad (4.20.a)$$

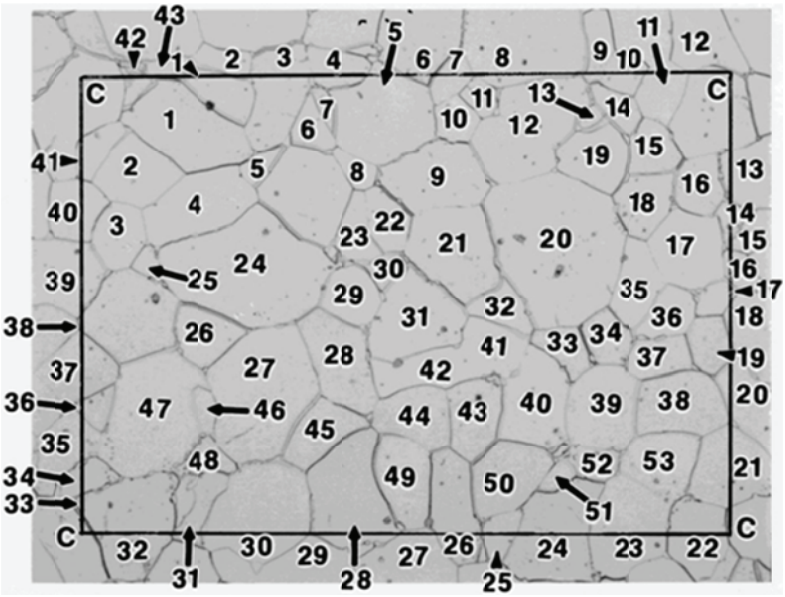
veya g büyültmesi durumunda

$$m = \left(\frac{g^2}{5000}\right) \rightleftarrows n_g \qquad (4.20.b)$$

Burada; 5000, daire (veya dikdörtgenin) mm^2 cinsinden alanıdır.

Köşelerde bulunan taneler dikkate alınmadan, çerçevenin içerisindeki tanelerin tamamı "n1", çerçevenin dörtkenarı tarafında kesilen tanelerin sayısı "n2" olarak alındığında, 4.19 bağıntısı aşağıdaki şekle dönüşür.

$$n_{100} = (n_1 + 0{,}5n_2 + 1) \qquad (4.20.c)$$



Şekil 4.28- *Bu mikro yapı, dikdörtgen (veya kare) bir alan kullanılarak planimetrik yöntem için tane sayma prosedürünü göstermektedir. NA, tamamen dikdörtgenin içindeki 53 taneye, düz kenarları kesen 43 tanenin yarısına ve köşeleri kesen 4 tanenin katkılarından 1 tam köşe tanesine dayanmaktadır [11].*

Çizelge 4.8 - *Tane büyüklüğü ilişkileri [6].*

ASTM Tane Büyüklüğü Numarası, G	Ortalama tane boyutu[B]		Ortalama kesişim uzunluğu $\bar{l}$, mm	Kesişme sayısı n// her mm için	Ortalama tane alanı $\bar{a}$, mm^2	mm^3'te hesaplanan tane sayısı, n/v^D	Ortalama	
	Anma d_n, mm	Feret d_f, mm					Tane/mm^2 $1x^E$ n/a	Tane/in^2 100X'de N/A
A	N	F	A	I	A	C	G	G
00[A]	0.51	0.570	0.453	2.210	0.258	6.11	3.88	0.250
0	0.36	0.403	0.320	3.125	0.129	17.3	7.75	0.500
0.5	0.30	0.339	0.269	3.716	0.0912	29.0	11.0	0.707
1.0	0.25	0.285	0.226	4.42	0.0645	48.8	15.50	1.000
1.5	0.21	0.240	0.190	5.26	0.0456	82	21.9	1.414
(1.7)[F]	0.200	0.226	0.177	5.64	0.0400	100	25.0	1.613
2.0	0.18	0.202	0.160	6.25	0.0323	138	31.0	2.000
2.5	0.15	0.170	0.135	7.43	0.0228	232	43.8	2.828
3.0	0.125	0.143	0.113	8.84	0.0161	391	62.0	4.000
(3.2)[F]	0.120	0.135	0.106	9.41	0.0144	463	69.4	4.480
3.5	0.105	0.120	0.095	10.51	0.0114	657	87.7	5.657
(3.7)[F]	0.100	0.113	0.089	11.29	0.0100	800	100	6.452
	µm	µm	µm		$mm^2 \times 10^{-3}$			
4.0	90	101	80.0	12.5	8.07	1105	124	8.000
4.5	75	85	67.3	14.9	5.70	1859	175	11.31
(4.7)[F]	70	79	62.0	16.1	4.90	2331	204	13.17
5.0	65	71	56.6	17.7	4.03	3126	248	16.00
(5.2)[F]	60	68	53.2	18.8	3.60	3708	278	17.92
5.5	55	60	47.6	21.0	2.85	5258	351	22.63
(5.7)[F]	50	56	44.3	22.6	2.50	6400	400	25.81
6.0	45	50	40.0	25.0	2.02	8842	496	32.00
(6.4)[F]	40	45	35.4	28.2	1.60	12 500	625	40.32
6.5	38	42	33.6	29.7	1.43	14.871	701	45.25
(6.7)[F]	35	39	31.0	32.2	1.23	18 659	816	52.67
7.0	32	36	28.3	35.4	1.008	25 010	992	64.00
(7.2)[F]	30	34	26.6	37.6	0.900	29 630	1111	71.68
7.5	27	30	23.8	42.0	0.713	41 061	1403	90.51
(7.7)[F]	25	28	22.2	45.1	0.625	51 200	1600	103.23
	µm	µm	µm		$mm^2 \times 10^{-6}$	$x10^6$	$x10^3$	
8.0	22	25	20.0	50.0	504	0.0707	1.98	128.0
(8.4)[F]	20	23	17.7	56.4	400	0.1000	2.50	161.3
8.5	19	21	16.8	59.5	356	0.1190	2.81	181.0
9.0	16	18	14.1	70.7	252	0.200	3.97	256.0
(9.2)[F]	15	17	13.3	75.2	225	0.237	4.44	286.7
9.5	13	15	11.9	84.1	178	0.336	5.61	362.0
10.0	11	13	10.0	100	126	0.566	7.94	512.0
(10.3)[F]	10	11.3	8.86	113	100	0.800	10.00	645.2
10.5	9.4	10.6	8.41	119	89.1	0.952	11.22	724.1

ASTM Tane Büyüklüğü Numarası, G	Ortalama tane boyutu[B]		Ortalama kesişim uzunluğu $\bar{l}$, mm	Kesişme sayısı n/l her mm için	Ortalama tane alanı $\bar{a}$, mm^2	mm^3'te hesaplanan tane sayısı, n/v[D]	Ortalama	
	Anma d_n, mm	Feret d_f, mm					Tane/mm^2 1x[E] n/a	Tane/in^2 100X'de N/A
(10.7)[F]	9.0	10.2	7.98	125	81.0	1.097	12.35	796.5
11.0	8	8.9	7.07	141	63.0	1.600	15.87	1024
(11.4)[F]	7.0	7.9	6.20	161	49.0	2.332	20.41	1317
11.5	6.7	7.5	5.95	168	44.6	2.692	22.45	1448
(11.8)[F]	6.0	6.8	5.32	188	36.0	3.704	27.78	17.92
12.0	5.6	6.3	5.00	200	31.5	4.527	31.7	2048
(12.3)[F]	5.0	5.6	4.43	226	25.0	6.40	40.0	2581
12.5	4.7	5.3	4.20	238	22.3	7.61	44.9	2896
13.0	4.0	4.5	3.54	283	15.8	12.80	63.5	4096
13.5	3.3	3.7	2.97	336	11.1	21.54	89.8	5793
(13.8)[F]	3.0	3.4	2.66	376	9.0	29.6	111.1	7168
14.0	2.8	3.2	2.50	400	7.88	36.2	127	8192
(14.3)[F]	2.5	2.8	2.22	451	6.25	51.2	160	10323

A : Karışıklığa meydan vermemek için "-1" yerine "00" kullanılması tavsiye edilir

B : Feret çapı = Teğetler arasındaki yükseklik; $d_f=\overline{a}/\overline{l}$. d_o ve d_f değerleri gösterilen rakamlara yuvarlatılmıştır.

C : Heyn kesişme değeri veya ortalama uzunluk.

D : n/v ilişkisi. $(n/v=0.5659\ (n/l)^3$ durumunda, küresele yakın tane elde etmek için

E : 100X büyütmede tane boyutu, (10^{-4} ile çarpılır)

F : Parantez içerisindeki G değerleri, bir desimal olarak hesaplanmış ve benzer bazı anma çap ölçüleri (d_n) bakır ve pirinç endüstrisinde ortalama tane büyüklüğünü belirlemede kullanılır.

Örnek: Dağlanmış ve tane yapısı ortaya çıkarılmış 5000 mm^2'lik (A) bir alanda 100X büyütmede elde edilen görüntüde 32 tane alan içinde ve 20 adet tane de kesişme çizgisinde sayılmıştır. Ortalama tane boyunu ve ASTM tane numarasını (G) bulunuz.

$$f = \frac{M^2}{5000} \qquad f = \frac{100^2}{5000} = 2$$

$$N_A = f * (n1 + \frac{n2}{2}) \qquad N_A = 2(32 + \frac{20}{2}) = 84 \text{ mm}^{-2}$$

$$\bar{A}\ (\text{mm}^2) = \frac{1}{N_A} \qquad \bar{A} = \frac{1}{84} = 0{,}012 \text{ mm}^2$$

$G = (3.322 \log N_A) - 2.954$

$G = 3.438$

Buradan da ASTM tane büyüklüğü numarası (G) için en yakın "G" değeri Çizelge 4.8'den alınır.

G= 3.5 olarak alınır.

Doğrusal Kesişme Yöntemleri

Doğrusal Kesişme Yöntemi [**M**ean **L**inear **I**ntercept (**MLI**)] Heyn kesişme yöntemi olarak da bilinir ve metalurjik araştırmalarda tane boyunu tespit etmek amacıyla yaygın olarak kullanılır. Bu yöntemde tane boyutu, çizilen bir doğruya isabet eden tane veya tane sınırlarının sayılması ve bunların çizgi boyuna oranlanması ile elde edilir. Şekil 4.29'da tek fazlı bir malzemede düz çizilen bir çizgi boyunca çizgiye isabet eden tam ve kenarlardaki ½ taneler ile yine tek fazlı bir malzeme üzerine çizilen bir çizgi boyunca çizgiye isabet eden tane sınır sayılarının aynı sonucu verdiği (7 tane) dikkat çekmektedir. Bu yöntemin uygulanmasında en az 500 tane veya tane sınırı ile kesişme sağlanacak şekilde ölçme çizgi uzunluğu belirlenir. Numunelerden elde edilen görüntü veya resim üzerine farklı çizgiler (yatay veya dikey) çizilerek hesaplamalar yapılır. Bunlar tane yapısına bağlı olarak değişir. Birbirine paralel çizgiler yaygın olarak kullanılır (Şekil 4.30). Çizilen çizgiler arası mesafenin çok anormal bir tane bulunmaması durumunda en iri tane büyüklüğüne denk olması tercih edilir. Ayrıca iç içe çizilmiş daireler veya bir merkezden geçen çizgiler de tane boyutunu belirlemede kullanır (Şekil 4.31). Kesişen tane veya tane sınır sayısı arttıkça daha gerçeğe yakın sonuçlar elde edilir. Bunun için tane sınırlarını net olarak ortaya çıkaran dağlayıcılar kullanılması tercih edilir. Numunelerin birbirinden uzak bölgelerden alınması kabul edilebilir ve ortalama tane büyüklüğünü belirlemede önemlidir. Ortalama tane boyutu, MLI ($\overline{d}$), aşağıdaki eşitlikle verilir:

$$MLI = \overline{d} = \frac{L}{N} = \frac{1}{N_L} \qquad (4.21)$$

Burada;

N = tane veya tane sınırı sayısı,

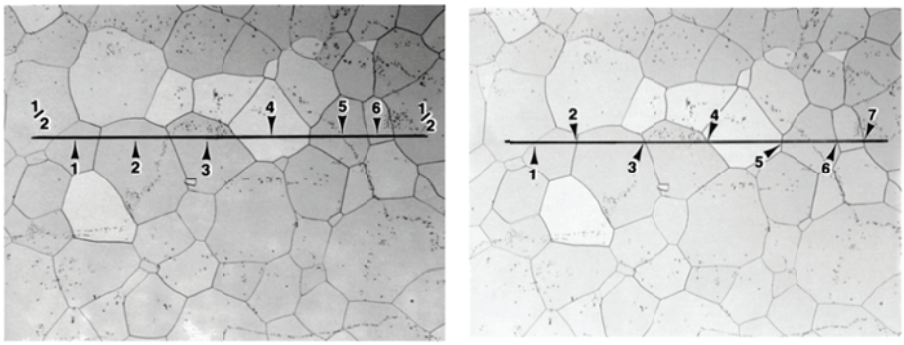
N_L = birim doğruya isabet eden tane veya tane sınır sayısı.

Bulunan MLI tane ebadı ile ASTM tane boyut numarası arasındaki ilişki Çizelge 4.9'da verilmiştir.

Bu yöntemde taneler veya tane sınırları sayılır. Tanelerin sayılması durumunda çizgiye (L) isabet eden taneler (n) 1, kenarlarda kalan ve tamamı görünmeyen taneler de ½ olarak sayılır. Bunların toplamı ölçümü yapılan bölgedeki çizgi uzunluğuna bölünür ve ortalama tane büyüklüğü tespit edilir. Ancak bulunan büyüklük gerçek büyüklük olmayıp mikroskopta büyütülen büyüklüktür. Mikroskoptaki büyütme de hesaba katılarak gerçek büyütme bulunmalıdır. Şekil 4.29'daki tane sayımı örneğinde 6 adet tam tane, iki adet de ½ olarak görülen yarım taneler olup toplam 7 adet tanenin çizgiye isabet ettiği görülmektedir. Tane sınırlarının sayılması durumunda da çizgiye isabet edilen tane sınırları sayılır. Yukardaki örnekte çizgiye 7 adet tane sınırı isabet etmektedir. Hesaplama buna göre yapılmalıdır. Konu ile ilgili örnek aşağıda verilmiştir.

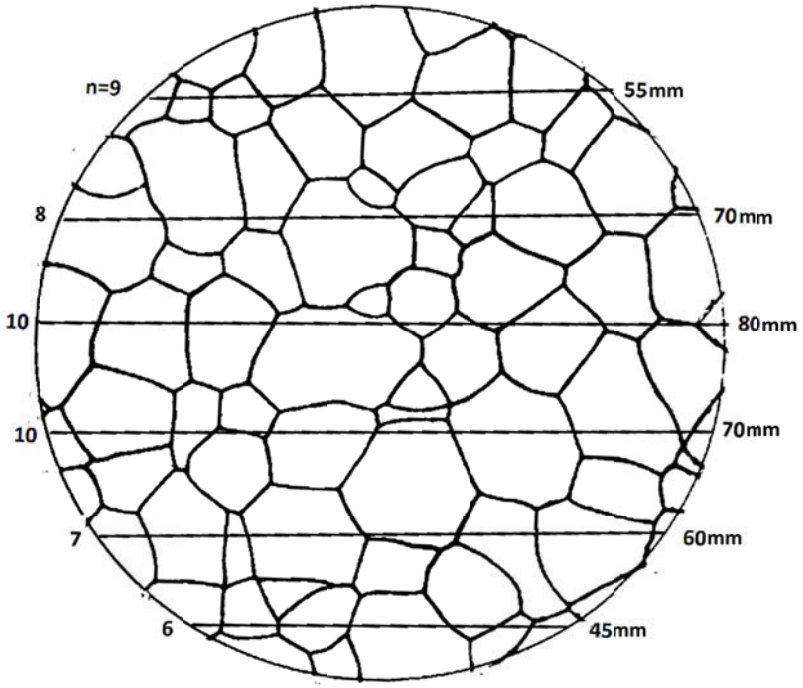
Çizelge 4.9- *MLI ve ASTM tane numaraları arasındaki ilişki [6].*

ASTM No	MLI, $(\overline{d})$, mm
00	0.451
0	0.319
1	0.226
2	0.160
3	0.113
4	0.080
5	0.056
6	0.040
7	0.028
8	0.020
9	0.014
10	0.010
11	0.007
12	0.005



Şekil 4.29- *Kesme noktası P ve tane sınırlarının böldüğü çizgi parçası N örnekleri. Tek fazlı tane yapısı üzerinde düz bir çizgi tarafından, okla gösterilen 6 tam tane ve her iki uçta kalan 2 adet yarım tane (2 x ½ = 1 N) sayılarak toplam N=7 tane bulunur (solda). Tek fazlı bir tane yapısı üzerinde yer alan düz bir deney çizgisi üzerinde okla gösterilen 7 tane sınır noktası sayılır ve P=7 olarak bulunur (sağda) [11].*

Örnek: Şekil 4.30'da gösterilen mikro yapı 100X büyütmede elde edilmiştir. Her bir çizgi uzunluğu ve isabet eden tane sayıları resim üzerinde verilmiştir. Numunedeki gerçek tane boyunu hesap ederek ASTM tane boyuna karşılık gelen büyüklüğünü (G) belirtiniz.



Şekil 4.30- *Tane boyutu hesabı için tane büyüklüğüne bağlı olarak çizilen paralel çizgiler ve bu çizgilere isabet eden tane sayısını gösterir şematik mikro yapı.*

$$MLI = \overline{d} = \frac{L}{N} = \frac{1}{N_L} \qquad (4.21)$$

Burada: Çizgi uzunluğu = $L = l_1+l_2,l_3+\ldots\ldots L_n =$

$L = 55+70+80+70+60+45 = 380$ mm

Çizgiye isabet eden tane sayısı = $N = n_1+ n_2+ n_3+\ldots..n_n$

$N=9+8+10+10+7+6 = 50$ adet

$MLI = \frac{L}{N}$ $\quad MLI = \frac{380mm}{50}$ = 7.6 mm (100X büyütmedeki büyüklük)

$MLI_{gerçek} = \frac{7.6}{100}$ 0.076 mm, ≈ 7.6 μm

Çizelge 4.9'dan {G=[12] -3.288'den} G=4 olarak bulunur.

Çift fazlı yapılarda MLI metodu ile tane yapısının belirlenmesi, tek fazlı yapılardakine benzemektedir. Çift fazlı yapılarda genellikle ana yapının tane boyu belirlenir. Fakat ikinci faz partiküllerinin önemli olduğu durumlarda bunların büyüklükleri tespit edilir.

MLI metodunda $\overline{d}_\alpha$ ve $\overline{d}_\beta$ değerleri α ve β fazlarını temsil ediyorsa,

$$\overline{d}_\alpha = \frac{LV_{f\alpha}}{N_\alpha} \quad \text{ve} \tag{4.22}$$

$$\overline{d}_\beta = \frac{LV_{f\beta}}{N_\beta} \quad \text{olarak verilir.} \tag{4.23}$$

Burada;

$V_{f\,\alpha}$ ve $V_{f\,\beta} = \alpha$ ve β fazlarının hacim oranları,

L = toplam çizgi uzunluğu,

N_α ve N_β = toplam L uzunluğundaki α ve β faz tane sayısıdır.

Bulunan sonuçların doğruluğu aşağıdaki eşitlikle verilir.

$$\sigma_{\overline{d}} = \frac{\sigma_d}{\sqrt{n}} \tag{4.24}$$

σ_d = belirli bir uzunluk için standart sapma,

N = sayılan tane adedi.

Eşitlik 4.24 geliştirilerek ve deneysel veriler kullanılarak MLI metodu ile belirlenen tane boyu hatası aşağıdaki eşitlikle bulunur.

$$\frac{\sigma_{\overline{d}}}{\overline{d}} = \frac{0.7}{\sqrt{n}} \tag{4.25}$$

Sayılan tane adedi (n) artıkça, hata oranı da azalacaktır. Çizelge 4.10'da bazı tipik sonuçları verilmiştir.

Çizelge 4.10- *Tane boyut ölçümünde tane sayısı bağlı olarak hata oranı.*

Relatif hata	Tane sayısı veya kesişme adedi	%95 güvenle
% 1	4900	Değerin ± % 2'si
%2	1225	Değerin ± % 4'ü
% 2.5	784	Değerin ± % 5'i
%5	196	Değerin ± % 10'u

Örnek: Şekil 4.31'de gösterilen mikro yapı dövülmüş ve tavlanmış α+β Ti-6242 alaşımının 500X büyütmede çekilmiş yapısıdır. Üç dairenin çevresinin toplamı 500 mm'dir. Nokta sayımı yöntemiyle alfa fazının hacmi oranı 0.485 (%48.5) olarak hesaplanmıştır. Üç dairede toplam 76 alfa tanesinde kesişme sayılmıştır. Bu mikro yapı resminde α fazının ortalama tane boyutunu hesap ederek, ASTM tane boyuna karşılık gelen büyüklüğünü (G) belirtiniz.



Şekil 4.31- *Dövülmüş ve tavlanmış alfa/beta Ti-6242 alaşımının 500X büyütmede çekilmiş mikro yapısı [2].*

Çift fazlı mikroyapılarda çizgisel kesişme yöntemiyle (MLI) tane boyutu hesaplama;

$$\overline{d}_\alpha = \frac{LV_{f\alpha}}{N_\alpha} \rightarrow \overline{d}_\alpha = \frac{(500/500)\,0.485}{76} = 0.006382$$

Çizelge 4.9'dan {G=[12]-3.288'den} G=11.3 olarak bulunur.

Taneler eş eksenli değilse, Şekil 4.32'de görüldüğü gibi birkaç değişik ölçme çizgileri kullanılır. Bu çizgilerden hangisinin kullanılacağı ölçüm yapacak kişinin uzmanlığına ve tecrübesine bağlıdır.

Kesişme yöntemi oldukça hızlı ve doğru sonuç verir. Karşılaştırma kartı kullanımında harcanan zamandan biraz daha uzun sürede fakat daha doğru sonuçlar elde edilebilir. Ölçme çizgileri kullanıldığı için alan ölçme yöntemlerinde olduğu gibi belirli bir alanın işaretlenmesi gerekmez. Mikro yapı resimlerine gerek yoktur, ızgara veya çizgiler kullanılabilir. Eş eksenli olmayan tane yapılarına da uygulanabilir. Deformasyondan kaynaklanan tane uzamasını belirlemek için deformasyon eksenine paralel veya dikey çizgiler çizilir. Anizotropinin ortalama değerlerini belirlemek için dairesel çizgiler kullanır. Birim uzunluktaki kesişme sayısı (N_L) tane yüzey alanı (S_V) ile direk ilgilidir. Bu ilişki aşağıda verilmiştir:

$$S_V = 2\,N_L \qquad (4.26)$$

Bu metodun kullanımında çizgiler (L) mikrofotoğraf, projeksiyon ekranı veya görme merceği üzerine çizilir. Deney çizgisi üzerindeki kesişme noktalarının tam

görülebilmesi için büyütme oranı ayarlanır. Çizgiye isabet eden tane sayısı (N) veya tane sınırı (P) sayılır.

Şekil 4.32'de tane sınırlarının böldüğü çizgi parçası yöntemiyle, tane büyüklüğünü ölçmek için kullanılan ölçme çizgisi gösterilmiştir. Burada toplam uzunluğu 500 mm olan eş merkezli üç daire bulunmaktadır. Dairesel ölçme ızgarası, eş eksenli tanelerdeki ortalama değişiklikleri gösterir ve tane uç çizgisi problemini önler. Şekil aynı zamanda ikisi çapraz, birisi yatay ve diğeri düşey olmak üzere dört düz çizgi içerir. Çapraz çizgilerin her biri 150 mm, yatay ve düşey çizgilerin her biri ise 100 mm uzunluğundadır. Doğrusal çizgiler de eş eksenli tanelerdeki ortalama değişiklikleri gösterir. Tane uzaması önemli ise taneler, boyuna yönde, parlatılmış yüzey üzerinde deformasyon eksenine paralel yatay çizgi (ve deformasyon eksenine dik düşey çizgi) şeklinde sıralandıklarında, tane sayımı sadece yatay ve düşey çizgiler (ayrı ayrı) kullanılarak yapılabilir.

Eş eksenli olmayan yapılarda tane şekli, uzunlamasına yönlendirilmiş deney numunesi kullanılarak, mamulün deformasyon yönündeki ortalama doğrudan boyu ile buna dik bir eksen üzerinde yapılan ölçmelerden elde edilen boyutların birbirine oranıyla, benzer sayıda tane tarafından kesilen uzunlukla ve bu uzunlukların oranıyla tamamlanabilir. Buna *tane uzama oranı* veya *izotropiksizlik endeksi* denir.

Büyütme oranı, herhangi bir bölgede en az 50 bölünmüş çizgi parçası elde edilecek şekilde seçilir. Bunun için gerekirse büyütme değiştirilebilir. Rastgele seçilmiş en az beş bölge, toplam en az 250 bölünmüş çizgi parçası ile değerlendirilmelidir.

Doğrusal ölçme çizgileri kullanılarak, tek fazlı tane yapılarının bölünmüş çizgi parçası ve kesme noktası sayımları yapılırken aşağıdaki kurallar uygulanmalıdır:

Bölünmüş çizgi parçalarının "*N*" sayılması durumunda:

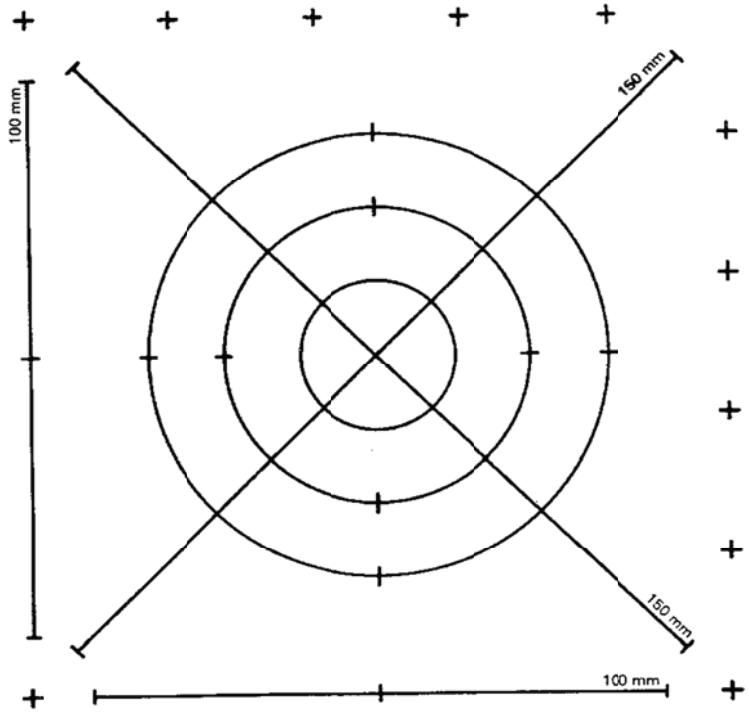
- Ölçme çizgisi bir tanenin içinden geçtiğinde, N = 1 kabul edilir,
- Ölçme çizgisi bir tanenin içinde bittiğinde, N = 0.5 kabul edilir,
- Ölçme çizgisi bir tane sınırına teğet olarak değdiğinde, N=0.5 kabul edilir.

Kesme noktalarının "P" sayılması durumunda:

- Ölçme çizgisinin ucu, bir tane sınırına tam olarak değdiğinde, P=1 kabul edilir,
- Ölçme çizgisi, bir tane sınırına teğet olarak değerse, P=1 kabul edilir,
- Kesme noktası üçlü bir nokta (3 tanenin birleşme noktası) ile çakıştığında, P = 1.5 kabul edilir.

Tek fazlı malzemelerde tane sınırı, çok fazlı malzemelerde ise tanelerin sayılması tercih edilir. Toplam uzunluk genelde 500 mm seçilir ve büyütme oranı olarak da 75-150 tane (N) veya tane sınırını (P) gösterecek büyütme tercih edilir. Bu şekilde, belli uzunluktaki doğruda kesişen tane sayısı (N_L) veya tane sınırı sayısının (P_L) tahmininde gerçeğe yakın sonuçlar alınır. N_L veya P_L değerleri, N veya P değerlerinin L/M'e bölünmesiyle elde edilir. Burada "M", büyütme oranını göstermektedir.

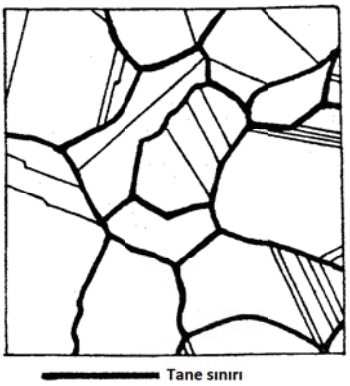
Yapıda ikiz tane sınırları varsa, özel olarak bir yöntem belirtilmediği müddetçe, bu taneler tek tane sayılır. Yani tane boyutu ölçümü, ikiz tane sınırları dikkate alınmadan doğrudan tane sınırları sayılarak yapılır. İkiz tane ihtiva eden malzemelerde, tane sınırı ile ikiz tane sınırları iyi ayırt edilmelidir. Şekil 4.33'te ikiz taneler ile tane sınırlarının ayrımı farklı kalınlıktaki çizgilerle gösterilmiştir.



Not: Toplam düz çizgi uzunluğu 500 mm'dir.
İç içe çizilmiş dairelerin toplam uzunluğu 500 mm'dir.

Daire için:	Çevre, mm,	Çap, mm,
	250.0	79.58
	166.7	53.05
	83.3	26.53
Toplam	500.0	

***Şekil 4.32**- Kesişme yönteminde kullanılan deney ağı [11].*



Şekil 4.33- *İkiz taneler bulunan yapıda tane sayısının belirlenmesi [12].*

Paralel veya düz çizgiler kullanılarak ölçüm yapıldığında, çizgiye isabet eden taneler (N) sayılır ve uçları genelde tane sınırlarında değil, tane içlerinde biter. Çizgi içlerindeki taneler 1 kabul edilirken, çizgi sonundaki taneler ½ olarak sayılır (Şekil 4.29 ve Şekil 4.30). Tane sınırı sayıldığında, çizgiye teğet sınırlar 1, çizgiye isabet eden üçlü noktalar 1.5 sayılır (bazı kaynaklara göre 2 sayılır) Çok fazlı yapılarda sayım biraz daha farklıdır. Tek fazlı malzemelerde $N_L = P_L$'dir ve her ikisi de "G" nin (ASTM tane boyu) belirlenmesinde kullanılır. N_L ve P_L değerleri aşağıdaki şekilde belirlenir:

$$N_L = \frac{N}{\frac{L_T}{M}} \qquad (4.27)$$

veya

$$P_L = \frac{P}{\frac{L_T}{M}} \qquad (4.28)$$

Burada;

L_T : toplam deney çizgisi uzunluğu ve

M : büyütme oranıdır.

$$MLI = \bar{l} = \frac{1}{N_L} = \frac{1}{P_L} \qquad (4.21)$$

şeklinde belirlenir.

Bu ilişki, tek fazlı malzemeler için uygun olmakla beraber, çok fazlı malzemelere uygulanmaz. Çizelge 4.8'de 4 ve 5. kolonlarda MLI ($\overline{L}_3$ olarak verilmiştir), N_L ve G (kolon 1) arasındaki ilişki verilmiştir. G'nin her bir birim artımında MLI, $1/(2)^{1/2}$ oranında azalır. G, aynı zamanda aşağıdaki eşitlikle de verilebilir:

$$G=(-6.6457 \log MLI) - 3.298 \qquad (4.29)$$

Burada MLI mm'dir. Ortalama tane boyu,$\overline{d}$, aynı tane boyutu için MLI değerinden yaklaşık %12.5 oranında büyük bulunur. Yeterli büyüklükte bir alanın ölçümü yapıldığında, G'nin değeri en yakın birime 1/10 yaklaşımla bulunur. Eşitlik 4.22 ve 4.23'ten hareketle:

$$MLI = \overline{L_3} = \frac{2}{S_V} \qquad (4.30)$$

Böylece MLI yöntemi ile hesaplanan ASTM tane boyu (G), bir birim hacim (S_V) için bulunan toplam tane sınırı yüzey alanı ile ilişkilidir.

Tane boyutu homojenliği, bulunan en büyük tane çapının (L_{maks}) MLI'ya bölünmesiyle bulunur. On dört yüzlü taneler için L_{maks}/MLI teorik oranı, homojen tane boyut dağılımında 1.872 olarak bulunur. Tane boyundaki homojensizlikteki artış bu oranın da artmasına sebep olur.

G ve MLI arasındaki ilişki, ilk olarak ASTM metodu E-89'da verilmiştir. Bu standartta N_{L1} ve N_{L2}'yi tahmin için (büyütme oranı 1X'den farklı) iki set düşey çizgi üzerinden sayım yapılır ve 100X büyütmede bir inç karede tane sayısının hesaplanması aşağıdaki şekilde yapılır:

$$NA = (X100, inç^2) = 0.8 \left[\frac{M}{100}\right]^2 NL_1 \, NL_2 \qquad (4.31)$$

Küresele yakın tanelerden oluşan bölgelerde MLI ve A arasındaki ilişki aşağıda verilmiştir.

$$MLI = (\frac{\pi}{4}\overline{A})^{1/2} \qquad (4.32)$$

Dairesel Kesişme Yöntemleri

Ortalama tane boyu tespitinde dairesel çizgiler kullanılarak yapılan ölçümlerdir. Bu daireler tek bir daire şeklinde olabildiği gibi, iç içe çizilmiş dairelerden de oluşabilir. Doğrusal çizgilerin yerine dairesel çizgilerin kullanımı Underwood, Hilliard ve Abrams tarafından geliştirilmiştir. Dairesel kesişme yöntemi, eşeksenli olmayan tanelere de hızlı bir şekilde uygulanabilmektedir. Bu yöntem özellikle sanayide kalite kontrolü için uygun bir yöntemdir.

Hilliard tek daire yöntemi

Eş eksenli olmayan tanelerden oluşan malzemeler için uygundur. Deformasyon neticesinde bozulmuş tanelerin ölçülmesinde düz çizgilerin kullanılması durumunda, tane boyutunun belirlenmesi için çeşitli yönlerden ölçümler yapılıp ortalaması alınır. Gerekli titizlik gösterilmediğinde önyargılı sonuçlar elde edilir. Dairesel deney çizgileri kullanıldığında bütün yönlerde ölçüm yapıldığından, herhangi bir önyargıya gerek kalmaksızın daha hassas sonuçlar elde edilir.

Bu yöntemde çevre ölçüsü bilinen bir daire kullanılabilir. Kullanım kolaylığı açısından 100, 200 veya 250 mm çevre uzunluğunda daireler tercih edilir. Kullanılan daire ölçüsü en büyük taneden daha küçük olmamalıdır. Küçük taneli yapılarda yeterli hassasiyette sonuç elde etmek zordur. Bu durumlarda fazla sayıda alanın değerlendirilmesi gerekir. Sayım yapılırken çemberin üst tarafı işaretlenir, bu şekilde sayım için başlangıç ve bitiş noktası belirlenmiş olur. Uygulamada, tesadüfi olarak belirlenen bölgeye seçilen daire yerleştirilir, uygun bir büyütme oranında daire üzerine düşen tane sınır sayıları belirlenir. Her bir bölgede sadece bir kez sayım yapılır ve daha sonra diğer bölgelerde yeterli hassasiyette sonuç elde edilinceye kadar işleme devam edilir. Daire çapının artırılması, o bölgede sayılan tane sayısındaki farklılığın azalmasına sebep olur. Sonuç, tane boyutundaki homojenlik artışı ile olumlu yönde etkilenir. Sayılan tane adedi artışı ile ölçme hassasiyetinde de artış olur. Hassasiyet, sayılan bölgedeki kesişme adedinin standart sapmasına bağlıdır. Genel olarak verilen bir yapı için standart sapma, her bir dairede veya toplam dairelerde sayılan tane adedi artıkça iyileşir. Hilliard, her bir daire için yaklaşık 35 sayımın uygun olduğunu belirtmiştir.

Üçlü kesişim noktası sayım metodu

Tane boyutu, G, Euler metodu ile belirlenebilir. Jeffries metodunda olduğu gibi mikro yapı veya saydam kâğıt üzerine bir daire çizilir. Seçilen bölgedeki üçlü tane sınırı kesim noktaları (P) sayılır. Çok nadiren olsa da dörtlü kesişme noktalar 2 sayılır. Belirli bölgedeki tane sayısı, N_A, aşağıdaki eşitlikle hesaplanır.

$$N_A = \frac{\frac{P}{2}+1}{A_T} \qquad (4.33)$$

Burada A_T, 1X büyütmede toplam ölçme alanı, P ise daire içeresinde sayılmış olan üçlü tane sınır kesim nokta sayısıdır. Bu konu ile ilgili örnek Şekil 4.34'te verilmiştir. Şekilde mikro yapısı görülen 100X büyütmedeki düşük karbonlu çelik malzeme üzerine 79.8 mm çapında daire çizilmiştir. Yani üç adet çizginin en dışta kalan ve en büyük olan (250 mm) daire seçilir. Daire içerisindeki alan 0.5 mm^2'dir. Daire içerisindeki üçlü noktalar sayılmış ve 105 olarak bulunmuştur.

Bölgedeki tane sayısı, N_A;

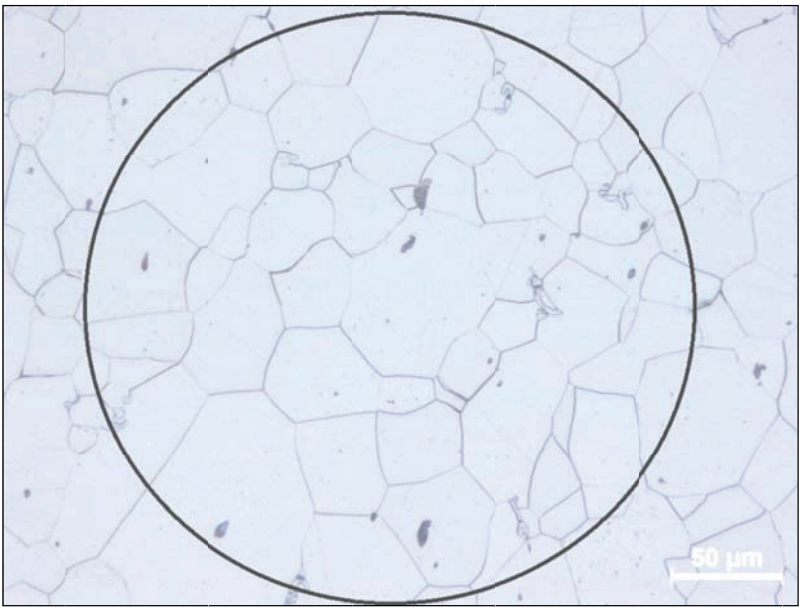
$$N_A = \frac{\frac{P}{2}+1}{A_T} = \frac{\frac{105}{2}+1}{0.5} = 107 mm^{-2} \text{ 1X büyütmede}$$

ASTM tane sayısı, G, Eşitlik 4.18 kullanılarak hesaplanır.

G = (3.322 log NA) – 2.95 = (3.322 log 107) – 2.95

G = 3.7876 olarak bulunur. Sonuç en yakın değere tamamlanır.

G = 4 olarak alınır. (Çizelge 4.8 kullanılarak).



Şekil 4.34- *Üçlü kesişim nokta sayım yöntemi ile tane boyutu ölçme amaçlı 79.8 mm çapında standart büyüklükte daire çizilmiş mikro yapı. Dağlama: %2 Nital.*

Abrams üç daire yöntemi

Abrams tarafından ilk olarak ticari çelik malzemenin ortalama tane büyüklüğünü belirlemek amacıyla kullanılan bir yöntemdir. Toplam 500 sayım yapılarak kabul edilebilir hassasiyette sonuçlar elde edilir.

Deney çizgileri olarak eşit aralıklı, aynı merkezli, iç içe çizilmiş ve toplam boyu 500 mm olan daireler kullanılır. Bu çizgilerin çapları; 79.58, 53.05 ve 26.53 mm'dir (Şekil 4.35). Ölçme birbirinden uzak ve tesadüfi olarak seçilmiş en az beş bölgelerde yapılır ve her bir deney için sayılan kesim noktaları ayrı ayrı kaydedilir. Daha sonra %95 güven sınırında, ortalama kesişme ve yüzde bağıl doğruluk oranları belirlenir. Çoğu uygulamada bağıl doğruluk oranı %10 veya altındaysa kabul edilebilir sınırlarda olduğu varsayılır. Hesaplanan bağıl doğruluk oranı kabul sınırları dışındaysa, kabul edilebilir bağıl doğruluk oranı elde edilinceye kadar ilave alanlar sayılır. İşlem aşağıdaki şekilde yapılır:

Tane yapısı incelenir ve her bir ölçüm için üçlü dairelerle 40-100 kesişme olacak şekilde mikroskopta büyütme oranı ayarlanır. Bu yöntemde toplamda 400-500 arası sayım uygun olduğundan, her bölge için yaklaşık 100 sayım tercih edilir. Tane büyüklüğünün bölgeden bölgeye farklılık göstermesinden dolayı en az beş ayrı bölgede sayım yapılır. Bazen 10 farklı bölgede 40-50'şer adet sayımın uygun olduğu da belirtilmektedir. Çoğu metalografik malzemeler için 5-10 farklı bölgede

yapılan toplam 400-500 sayım, %10'dan daha düşük hata ile sonuç vermektedir. Şekil 4.36'da büyütme oranına bağlı olarak ortalama sayım adedi ile mikroskobik olarak belirlenen ASTM tane boyut numarası ilişkisi verilmiştir.

Ölçmeler, tesadüfü olarak belirlenen ölçme bölgeleri üzerine deney doğrularının uygulanması suretiyle yapılır. Saydam kağıtlara çizilen çizgiler, doğrudan ekrana veya mikro yapı resimleri üzerine uygulanabilir. Sırası ile bütün daireler üzerine düşen tane sınırları sayılır ve toplam tane sınır sayısı belirlenir. Manuel veya yarı otomatik sayıcılar da kullanılabilir.

Her bir bölgenin sayımında N_L ve P_L değerleri aşağıdaki eşitlikle hesaplanır.

$$N_L = \frac{N}{\frac{L_T}{M}} \qquad (4.27)$$

veya

$$P_L = \frac{P}{\frac{L_T}{M}} \qquad (4.28)$$

Burada;

N ve P, sayımı yapılan bölgede kesim veya kesişme sayısı, L_T toplam deney çizgisi uzunluğu (500 mm) ve M büyütme oranıdır. Buradan her bir alan için ortalama doğrusal kesişme değeri, $\bar{l}\ (MLI)$ aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$\bar{l} = MLI = d = \frac{L}{N} = \frac{1}{N_L} \qquad (4.21)$$

Şekil 4.35'te tane boyu ölçümünde kesişme yöntemi, AISI 304 paslanmaz çeliğin yapısı üzerinde gösterilmektedir. Şekilde ASTM metoduna uygun olarak iç içe üç daire çizilerek toplamda 500 mm çizgi uzunluğu elde edilmiştir. Şekildeki yapıda tane sınırları sayılarak 75 tane sınırı bulunmuştur. Birim uzunlukta (NL) kesişen tane sınır sayısı Eşitlik 4.27 kullanılarak bulunur.

$$N_L = \frac{N}{\frac{L_T}{M}} = \frac{60}{\frac{500}{100}} = 12\ \text{mm}^{-1}(\text{1X büyütmede})$$

L_3 = MLI, Eşitlik (4.21) kullanılarak bulunur.

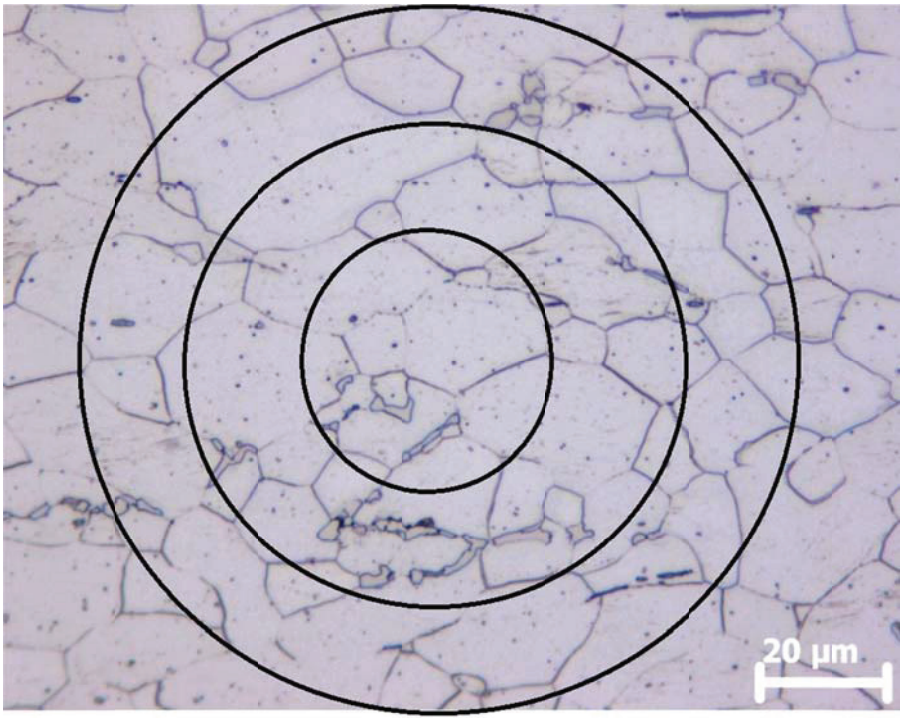
$$\overline{L_3} = MLI = \frac{1}{N_L} = \frac{1}{12} = 0.083$$

ASTM tane boyu, G, Eşitlik (4.29) kullanılarak bulunur.

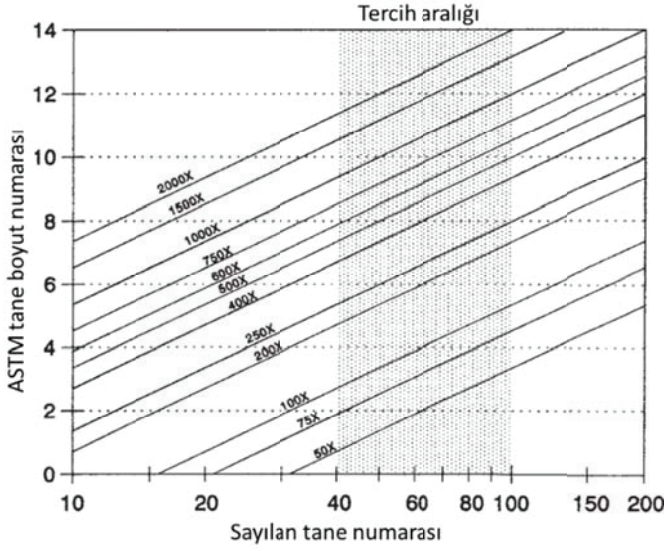
G = (-6.6457 log L_3) – 3.298 = (-6.6457 log 0.083) – 3.298

G = 3.89

ASTM tane büyüklüğü G=4 olarak alınır.



Şekil 4.35- *Tane boyu ölçme metodunda kesişme yönteminin kullanılması. İç içe çizilmiş dairelerin toplam çizgi uzunluğu 500 mm olacak şekildedir.*



Şekil 4.36- *Toplam 500 mm'lik deney çizgisine isabet eden ortalama kesişme sayısı [6].*

Düzensiz Tane Yapılı Malzemeler

Deformasyon neticesinde tane yapısı önemli ölçüde bozulan, çubuk, plaka veya sac levhanın tane büyüklüğünü belirlemek amacıyla ölçmeler, boyuna (L), enine (T) ve yer düzleminde paralel yönde (Planar-P) yapılmalıdır. Yuvarlak çubuklarda ölçmenin, eksen boyuna ve enine yönlerde yapılması tercih edilir. Eş eksenli yapıdan sapma fazla değilse, boyuna yönünden alınan numune üzerine dairesel çizgiler çizilerek ölçme yapılır. Doğrusal çizgiler kullanıldığında ölçme, üç temel deney doğrultusundan sadece ikisi üzerinde yapılır.

Eş eksenli olmayan düzensiz şekilli yapıların ölçülmesinde alan veya kesişme yöntemleri kullanılmasına rağmen, kesişme yöntemi daha fazla bilgi verdiği için tercih edilmektedir. N_A'yı (birim alandaki tane sayısı) belirlemek amacıyla üç temel yönde ölçüm için, N_{AL} (boyuna), N_{AT} (enine) ve N_{AP} (planar düzlem), Jeffries yöntemi kullanıldığında, tane boyutu üç doğrultudan alınan değerlerin ortalaması alınarak bulunur.

$$\overline{N}_A = (A_{AT} \cdot A_{AL} \cdot A_{AP})^{1/3} \qquad (4.34)$$

G değeri, Eşitlik 4.18 veya Çizelge 4.8'den faydalanılarak belirlenir.

Kesişme yönteminde, çizgiler temel kesişme düzlemine dik olmalıdır.

N_{LT} : Enine yönünde (kısa), yayılma düzlemine dik,
N_{LL} : Deformasyon yönüne paralel,
N_{LP} : Deformasyon yönüne dik.

Tane boyutu ve ortalama kesişme yöntemi ($\overline{N}_L$) aşağıdaki eşitlikle hesaplanır:

$$\overline{N}_L = (N_{LT} \cdot N_{LL} \cdot N_{LP})^{1/3} \qquad (4.35)$$

$\overline{L}_3$ (MLI) değerlerini elde etmek için Eşitlik 4.21 ve G için Eşitlik 4.29 veya Çizelge 4.8 kullanılır.

Dubleks Tane Yapısı

Dubleks tane yapısı, kısmen yeniden kristallenmiş, hızlı tane büyümesinin başladığı malzemelerde görülebilir. Yeniden kristalleşme ile bazı taneler çok küçük kalırken, bunları kendi sınırlarına dahil eden ve irileşen taneler ortaya çıkar. Bu şekilde farklı büyüklüklerde tane yapıları bulunur. Malzemede dubleks yapı iki şekilde bulunabilir. Küçük tanelerin büyük taneli yapı içerisinde toplanması veya matriste sürekli ince veya iri taneli partiküllerin dağılımı şeklinde de olabilir.

Dubleks yapı, numunenin her tarafında keyfi olarak dağılıyorsa, tane boyunun tespiti zordur. Dubleks yapı, sadece tane bölgesi dağılımı, çapı veya kesişme uzunluğunun belirlenmesi ile ortaya çıkarılabilir. Dubleks yapı, belli dar bir bölgelerde toplanıyorsa, analizi oldukça kolaydır. Kaba ve ince taneli yapının

oranları nokta sayım metodu ile belirlenebilir. Daha sonra tane büyüklüğü, ince ve iri taneli bölge kesişme yöntemiyle belirlenir. Büyütme oranı, deney çizgi aralığı ve şekli, ölçülecek bölgeye uygun olarak seçilmelidir. Nokta sayım yöntemi ile ilgili daha geniş bilgi bu bölümde verilmiştir.

Kesişme sıklığı dağılımını belirlemek, manuel veya görüntü analiz cihazı ile yapılabilir. Manuel analizlerde, çizgilerin düzenli aralıklarla çizilmiş olması gereklidir. Bu yöntemde tane büyüklüğüne göre aralıkları belirlenerek çizilmiş düz çizgiler (bazı kaynaklara göre tane ve faz yapısına bakılmaksızın belirli aralıklarla çizilmiş çizgiler) kullanılır. Çizgiler birbirine parelel olacak şekilde veya 45, 90 ve 135 derece açılarda mikro yapı üzerine yerleştirilir. Çizgi kesişme uzunlukları ölçülür ve aralık sınıflarına göre her bir yön için ortalama değer olarak belirlenir.

Dubleks yapılarda tane boyutu hesabı ile ilgili örnek Şekil 4.37'de Ni esaslı süperalaşım malzeme üzerinde gösterilmiştir. Bu ince ve kaba taneli bölgeler yaklaşık 2 kat büyütülmüştür. Izgara çizgileri numuneye dört yönde uygulanarak ölçümler Çizelge 4.11'de görüldüğü gibi 5 mm sınıf aralığında gruplandırılmıştır. Şekil 4.38'de ise aynı malzemenin kesişme uzunluğunda yarı logaritmik sıklık dağılım eğrisi verilmiştir.

Bu örnekte her bir yöndeki değerlerin ortalaması Çizelge 4. 11'de (Kolon 6) alınmıştır. Daha sonra her bir sınıf aralığı kesişme uzunluğu hesaplanarak (Kolon 7), sınıf kesişme uzunluk yüzdeleri hesaplanmıştır (Kolon 8). Elde edilen değerler sıklık veri analizinden sonra *"kaba"* ve *"çok kaba"* taneler şeklinde iki bölgeye ayrılarak bu değerler çizelgede gösterilmiştir. Her bir bölgede kesişme adedi ve kesişme uzunlukları hesap edilerek *kaba* ve *çok kaba* bölgelerde hacim oranları, her bir bölgedeki kesişme boyunun toplam kesişme uzunluğuna bölünmesiyle bulunmuştur. Gerçek toplam kesişme uzunluğu, her bir bölgedeki kesişme uzunluğunun, büyütme oranına bölünmesiyle bulunmuştur. Her bir bölgedeki kesişme sayısı, gerçek kesişme uzunluğuna bölünerek N_L değeri elde edilmiştir. $\overline{L}_3$ (MLI) ve G değerleri her bölge için hesaplanarak Çizelge 4.11 için verilerden elde edilen sonuçlar toplu halde Çizelge 4.12'de verilmiştir.

Çizelge 4.11- *Dubleks tane yapılı malzemelerde veri ve analizleri [13].*

Sınıf aralığı mm	Her bir yöndeki sayım 0°	45°	90°	135°	ort.	Kesişme uzunluğu/ sınıf, mm	Kesişme uzunluğu/ sınıf, %
			Kaba	**taneler**			
0-5	144	148	153	160	151.25	378.125	7.83
5-10	180	199	209	203	197.25	988.75	20.46
10-15	115	109	107	114	111.25	1112.5	23.02
15-20	48	46	51	55	50	750	15.52
20-25	24	23	25	15	21.75	435	8.8
25-30	9	11	12	11	10.75	268.75	5.56
30-35	3	1	4	6	3.5	105	2.17
35-40	4	2	2	2	2.5	87.5	1.81
		Çok	**kaba**	**taneler**			
40-45	4	6	1	1	3	120	2.48
45-50	2	2	3	1	2	90	1.86
50-55	2	4	3	2	2.75	137.5	2.85
55-60	2	1	1	1	1.25	68.75	1.42
60-65	0	2	1	0	0.75	45	0.93
65-70	3	0	1	0	1	65	1.35
70-75	0	0	2	1	0.75	52.5	1.09
75-80	0	0	0	2	0.5	37.5	0.78
80-85	0	0	0	0	0	0	0
85-90	0	0	0	2	0.5	42.5	0.88
90-95	0	0	1	0	0.25	22.5	0.47
95-100	0	0	0	0	0	0	0
100-105	0	0	0	1	0.25	25	0.52
Toplam	540	554	576	577	561.75	4831.875	99.8

Kaba taneli bölge:

L_T = 4125.625 mm (106X büyütmede) = 38.91 mm

N_L = 548.75/38.91 = 14.1 mm^{-1}

$\overline{L}_3$ = 1/14.1 = 0.07093 mm

G = 4.3 (burada G 4.5 olarak alınır)

V_V = (4125.625/4831.875) . 100 = % 85.4

Çok kaba taneli bölge:

L_T = 706.25 mm (106X büyütmede) = 6.663 mm

N_L = 13/6.663 = 1.951 mm^{-1}

$\overline{L}_3$ = 1/1.951 = 0.513 mm

G $\approx$ 00

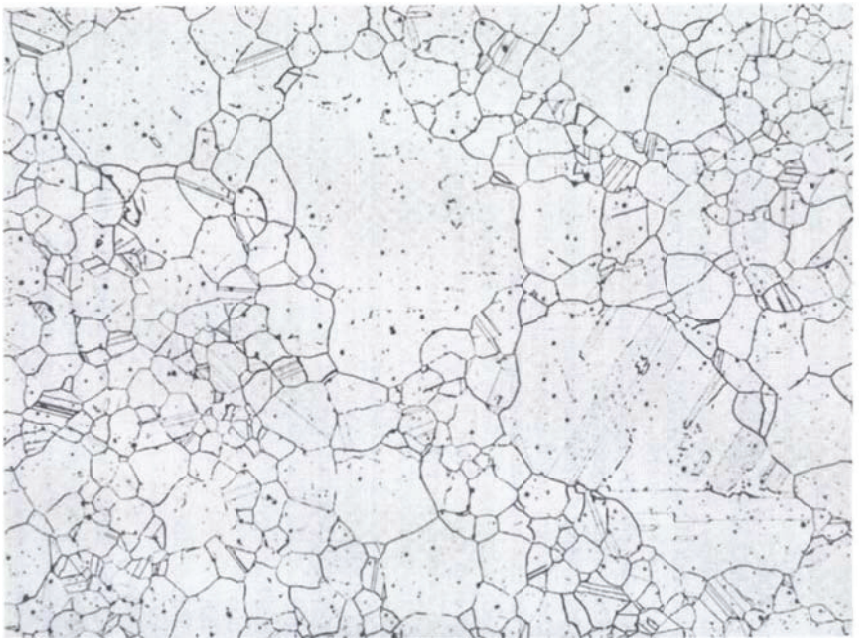
V_V = (706.25/4831.875) . 100 = %14.6

Çizelge 4.12- *Şekil 4.37'de verilen dubleks yapıdan elde edilen veriler toplu olarak Çizelge 4.11'de verilmiştir. Bu değerlerden elde edilen sonuçları gösterir çizelge [13].*

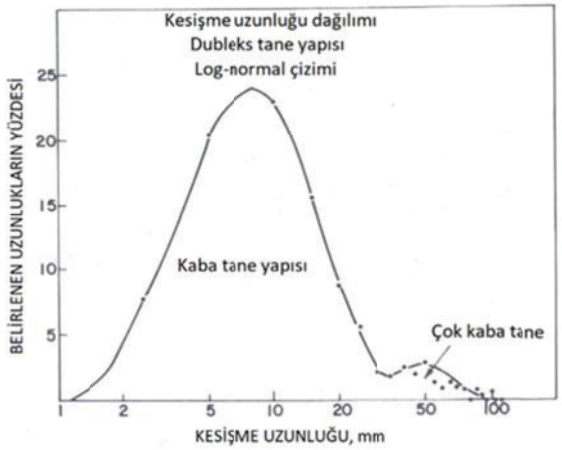
Parametre	**Kaba taneli bölge**	**Çok kaba taneli bölge**
Hacım oranı, %	85.4	14.6
N_L, mm^{-1}	14.1	1.95
$\overline{L}_3$, mm	0.0709	0.513
ASTM tane boyu, G,	4.3	≈ 00

Sayılan kesişme değerleri

	Kesişme sayısı, mm,	Toplam
Kaba taneli bölge	584.75	4125.625
Çok kaba taneli bölge	13	706.25
Toplam	561.75	4831.875



Şekil 4.37- *Dubleks tane yapılı Ni esaslı süperalaşım Pyromet 31'in Kallings 2 nolu dağlayıcı ile elde edilen yapısı, X50 [13].*



Şekil 4.38- *Şekil 4.37'de gösterilen dubleks östenitik süperalaşım malzemenin kesişme uzunluğunda yarı logaritmik sıklık dağılım eğrisi [13].*

Karşılaştırma kart metodu

İkinci faz partiküllerinin boyutu matris yapıya benzer büyüklükte veya ikinci faz partiküllerinin miktarı matristen az ve genellikle tane sınırlarında yoğunlaşmış ise, karşılaştırma kartlarının kullanımı uygun bir yöntemdir ve genelde hassas sonuçlar alınır. Değilse aşağıdaki yöntemlerden uygun olanı tercih edilir.

Alan ölçme yöntemi

Ana yapı tane sınırlarının net olarak görülebildiği ve ikinci faz partiküllerinin tane sınırlarından ziyade tane içlerinde bulunduğu yapılarda alan ölçme yöntemi tercih edilir. Uygulamada ikinci faz partikülleri bulunan deney alanının oranı belirlenir. Yapısında iki faz bulunduran bir malzeme için daima yapıda az olan faz veya ikinci faz partiküllerinin miktarı belirlenir. Sonra fark alınarak ana yapının oranı elde edilir. Daha sonra Jeffries alan ölçme yönteminde belirtildiği şekilde alan içerisine ve çizgilere isabet eden matris taneleri sayılır. Deney bölgesinde sadece matris taneleri sayılmalıdır. "*Etkin ortalama tane büyüklüğü*" matris fazının her bir net alandaki tane sayısından belirlenir. "*Etkin*" kelimesi sadece matris malzemesinin değil, ikinci faz sınırlarının da sayıma dahil edildiğini göstermek amacıyla kullanılmaktadır. "*Etkin tane büyüklüğü*" denildiğinde sadece ana yapı, "*etkin parçacık büyüklüğü*" denildiğinde ise sadece ikinci faz partiküllerinin büyüklükleri anlaşılmaktadır.

İstatistiksel analizler kısmında belirtildiği şekilde, her bir alan ölçümünden elde edilen α matris fazının birim alandaki tane sayısı $N_A\alpha$, istatistiki olarak hesaplanır. Toplam ortalama $N_A\alpha$'dan matrisin etkin tane boyutu Çizelge 4.13'deki eşitlik kullanılarak hesaplanır.

Çizelge 4.13- *Mikroskobik olarak belirlenen ASTM tane boyut ölçüsü G değeri ile ölçülen parametrelerin arasındaki tane boyut eşitlik ilişkisi [6].*

Eşitlik	Birim
G= (3.321228 $\log_{10} \overline{N}_A$) – 2.954	$\overline{N}_A$ mm^2
G= (6.643856 $\log_{10} \overline{N}_L$) – 3.288	$\overline{N}_L$ mm^{-1}
G= (3.321228 $\log_{10}$ P_L) – 3.288	P_L mm^{-1}
G= (6.643856 $\log_{10}$ I) – 3.288	I mm^{-1}

Not 1: *ASTM tane boyutu yukarıdaki eşitliklerle belirlenir.*
Not 2: *2 ve 3 nolu denklemler tek fazlı malzemelere uygulanır.*
Not 3: *Hesaplanan –1 G değeri ASTM tane boyu "G=001"e karşılık gelir.*

Kesişme yöntemi

Kesişme yöntemi manuel veya otomatik olarak yapılabilir. Belirlenecek fazın hacım oranı, ($V_{v\alpha}$) nokta sayım metodu veya uygun bir yöntemle belirlenir. Daha sonra üç daire yöntemi veya uygun başka bir yöntem kullanılarak matristeki tane kesişme sayısı, (N_α) deney çizgileri kullanılarak belirlenir. Bu yöntem ile tane sayısından hareketle sonuca gitmek, tane sınır sayısını belirlemekten daha uygundur. Çift fazlı malzemelerde tane sayımı ile tane sınır sayımı aynı sonucu vermez. Ortalama kesişme yöntemi ile matris fazı (α) $\overline{L}_{3\alpha}$ (MLI) aşağıdaki şekilde bulunur:

$$\overline{L_3} = \frac{V_{V\alpha}\frac{L_T}{M}}{N\alpha} \qquad (4.36)$$

Burada;

L_T : Toplam deney çizgi uzunluğu
M : Büyütme oranı
G : Çizelge 4.8 veya Eşitlik 4.29 kullanılarak bulunur.

İstatiksel Analizler

Tane boyut analizlerinde birçok parametre sonucu etkiler. Hatta aynı numuneyi aynı kişi birden fazla değerlendirdiğinde her bir değerlendirmede faklı sonuçlar alınabilir. Bu durum hem tane boyutunun tespitinde, hem de faz oranlarını hesabında karşımıza çıkar. Burada en önemli etken hangi malzemeye hangi metodunun uygulanacağına doğru bir şekilde karar verilmesidir. Bu uygulama, tane yapısı, büyüklüğü, homojenliği, yapıdaki ikinci faz miktarı, şekli, büyüklüğü ve dağılımı gibi birçok parametreye bağlıdır. Bunlara ilave olarak kaç numunenin örneklemede kullanılacağı da sonuçların hassasiyeti bakımından önemlidir.

Gerek tane boyutu tespitinde gerekse faz oranlarının belirlenmesinde hiçbir zaman kesin sonuç alınamaz. Bu nedenle, şayet tane boyutu ölçülüyorsa, ölçümü

yapılan malzemenin gerçek tane boyutunun belirlenmesi, normal ya da olağan güven sınırları içerisinde hangi kesinlikle sonucu yansıttığını belirtmeden tamamlanmış sayılmaz. Normal mühendislik uygulamalarında güvenirlilik, gerçek hatanın %95 güven aralığı içerisinde kalması durumudur.

Birçok malzemede mikro yapı bölgeden bölgeye göre değişir ve bu değişim, gerçek değerlerden sapmalara sebep olur. Manuel olarak küçük alanların ölçülmesi durumunda yeterli hassasiyette sonuçlar elde edilebilir. Ancak nokta sayımı veya görüntü analiz cihazlar ile daha geniş bir alanda yapılan ölçümlerde yüksek hassasiyette sonuçlar elde edilir. Yeterli büyüklükte bir alan ölçüldükten sonra, bu bölgenin ortalama değeri $\overline{N}_A$ veya $\bar{l}$, aşağıdaki eşitlikle belirlenir:

$$\overline{X} = \frac{\sum Xi}{n} \qquad (4.37)$$

Burada Xi, tek tek ölçümlerin değeri, $\overline{X}$ ortalamayı ve "n" ise ölçme sayısını gösterir.

Tek tek ölçmelerin standart sapması (s), aşağıdaki eşitlikle verilir:

$$s = \left[\frac{\sum \left(Xi - \overline{X} \right)^2}{n-1} \right]^{\frac{1}{2}} \qquad (4.38)$$

%95 güven sınır aralığında her bir ölçüm aşağıdaki şekilde bulunur:

$$\%\,95\,CI = \frac{ts}{\sqrt{n}} \qquad (4.39)$$

Burada "*t*" katsayıyı verir. Çizelge 4.14'te "*t*" değeri "*n*" değerinin bir fonksiyonu olarak verilmiştir. Ortalama göreceli doğruluk *(%Ro*), %95 güvenirlilik sınırı (*Cg*) ortalamaya bölünerek sonuç yüzde olarak verilir.

$$\%\,Ro = \frac{\%\,95\,Cg}{\overline{X}} \qquad (4.40)$$

Beklenen uygulama için *Ro* değeri çok yüksekse, daha fazla alan ölçülür ve hesaplamalar yeniden yapılır. Genel olarak %10 *Ro* veya altı, çoğu uygulamalar için kabul edilebilir değerdir.

Ortalama $\overline{N}_A$ veya $\bar{l}$ değeri, ASTM tane yapısı, G, Çizelge 4.13'deki eşitlik kullanılarak değiştirilir.

Çizelge 4.14 *% 95 Güven sınır aralığı için "t" çarpanı [6].*

Sayılan alan sayısı, n,	*t*	*Sayılan alan sayısı, n,*	*t*
5	2.776	13	2.179
6	2.571	14	2.160
7	2.447	15	2.145
8	2.365	16	2.131
9	2.306	17	2.120
10	2.262	18	2.110
11	2.228	19	2.101
12	2.201	20	2.093

Deney Raporu

Deney raporunda malzeme ve deney yöntemi ile ilgili bilgi verilmelidir. Raporda özellikle kimyasal bileşim, malzeme özellikleri, üretim yöntemi, malzemenin kısa gösterimi veya üretici firmanın ticari ismi, malzemenin görmüş olduğu mekanik ve ısıl işlem, deney numune bölgesi, yönü, adedi, dağlayıcı ve dağlama metodu, tane analiz metodu, müşteri istekleri, deney tarihi, gibi numune ve işlemlerle ile ilgili bilgiler yer almalıdır.

Raporda ölçümü yapılan bölgeler ve büyütme oranları belirtilmelidir. İstendiğinde çizgi üzerinde sayılan tane veya tane sınır sayıları rapor edilmelidir. Malzeme çift fazlı ise, her fazın oranı mutlaka belirtilmelidir. Numunenin tane yapısını gösterir, genel görünümünü veren bir mikro yapı resminin de raporda yer alması tercih edilir. Ortalama ölçüm değerleri, %95 güven aralığı ile standart sapması, yüzde bağıl doğruluğu ve ASTM tane büyüklük numarası (G) belirtilmelidir. Karşılaştırma kart metodunda, sadece bulunan ASTM tane büyüklük numarası verilmesi yeterlidir.

Eşeksenli olmayan yapılarda; analiz metodu, deneyin yapıldığı düzlem ve yön, her bir yön ve düzlemdeki tane büyüklüğü, ortalama düzlemsel ölçüm ve bilgisayar ölçüm değerlerinin ASTM tane büyüklük numaraları belirtilmelidir.

Çift fazlı yapılarda; analiz metodu, ana fazın oranı, matrisin tane boyutu, (%95 güven aralığında standart sapma, yüzde bağıl doğruluk) ve bilgisayarda belirlenen ASTM tane büyüklük numarası verilmelidir.

Bir parti veya numune grubunun tane büyüklüğü, ASTM tane büyüklük numarasının ortalaması alınarak verilir. Bunun yerine her bir numune için $\overline{N}_A$ veya $\bar{l}$ değerleri gibi gerçek ölçümlerin ortalama aritmetik değerleri kompütürize edilir. Her partinin ortalamasından, o partiye ait ASTM numarası belirtilir. Numuneye ait $\overline{N}_A$ veya $\bar{l}$ değerleri istatistiksel analizler kısmında belirtildiği şekilde analiz edilir ve partideki tane büyüklük değişimi belirlenir.

BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR

1. Underwood, E., *Quantitative Stereology. Boston: Addision-Wesley.* Reading, Pennsylvania, 1970.
2. Voort, G. V., *Metallography Principles and Practice,* ASM international, USA, 2007.
3. Nelson, J. A., *A Guide for Visual Area-Fraction Estimates, Practical Metallography,* 1971.
4. Pickering, F., *The Basis of Quantitative Metallography,* Metals and Metallurgy Trust for the Institute of Metallurgical Technicians, Whetsone, UK, 1976.
5. Voort, G. F. V., *Applied Metalography,* Springer Science & Business Media, USA, 2012.
6. *ASTM E112-13, Standard test Methods for Determining Avarage Grain Size*, 2021, ASTM International.
7. *ASTM E45-18a, Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel*, 2018, ASTM International.
8. *TS 3088 ISO 3763, Biçimlenebilir çelikler-Metalik olmayan inklüzyon miktarı tayini için makroskopik yöntemler*, 2003, TSE.
9. *TS 3868 ISO 4967, Çelik-Metalik olmayan kalıntı içeriğinin tayini*, 2005, TSE.
10. *TS EN ISO 945, Dökme Demir-Grafit Mikroyapısının Gösterilmesi* 2006, TSE.
11. *TS EN ISO 643, Çelikler - Görünür tane büyüklüğünün mikrografik tayini*, 2008, TSE.
12. *TS 882 EN ISO 643, Çelikler- Ferritik veya Östenitik Tane Büyüklüğünün Mikrografik Tayini*, 1998, TSE.
13. Steele, J., *Practical Applications of Quantitative Metallography,* ASTM International, MI, USA, 1984.

BÖLÜM 5

BAZI METAL VE ALAŞIMLARININ MİKROYAPILARI

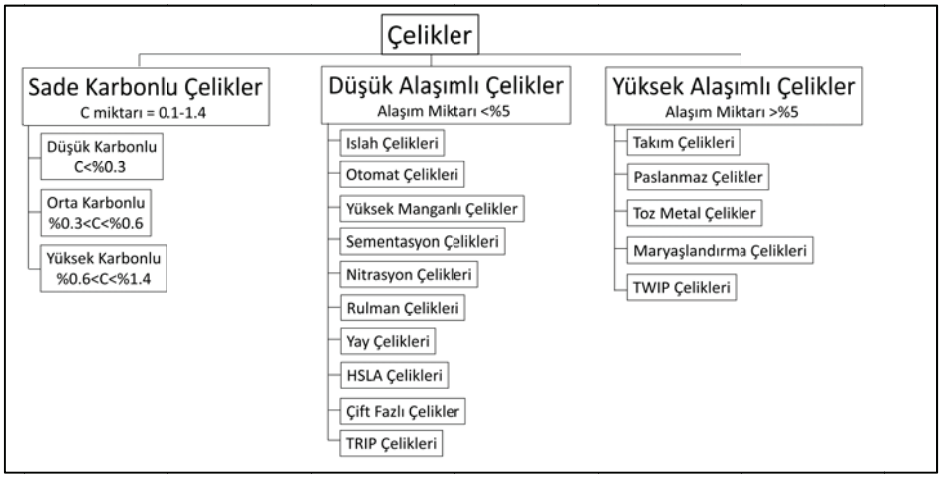
DEMİR ESASLI MALZEMELER

Günümüzde hafif alaşımlar ve kompozitler endüstride geniş kullanım alanı bulmasına rağmen demir esaslı malzemeler hala en önemli mühendislik malzemesidir. Demir, endüstride saf olarak değil, çeşitli alaşım elementleri ile alaşımlandırılarak ve/veya çeşitli işlemlerden geçirilerek kullanılır. Saf metaller ancak laboratuvar şartlarında üretilmektedir. Bu tür mikro yapı düşük büyütmede oldukça saf görülmesine rağmen, hafif dağlanmış haldeki yüksek büyütmede tane sınırlarında inklüzyonlar içerdiği bilinmektedir. Bu da demiri saf olarak imal etmenin zorluğunu göstermektedir. Ticari saflıktaki demir ve diğer malzemeler oldukça fazla inklüzyon, segregasyon ve eser miktarda farklı elementler içerir.

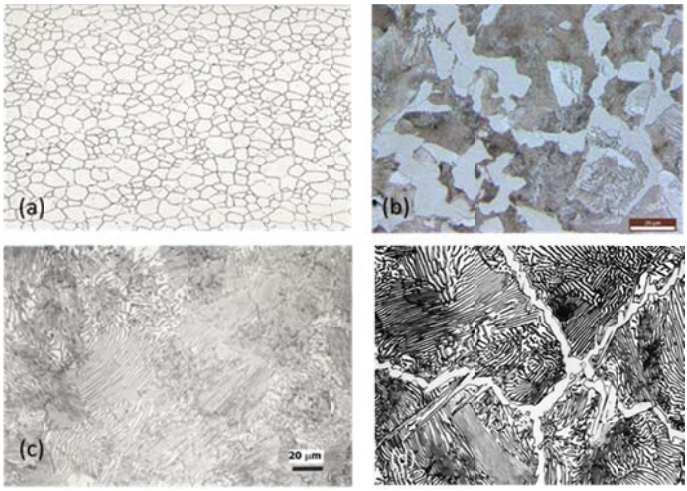
Demire ilave edilen karbon ve diğer alaşım elementleri mikro yapıda önemli değişikliğe sebep olur. Ayrıca uygulanan ısıl işlem, malzemenin mikro yapısı ve özellikleri üzerinde etkili olur. Isıl işlemlerde tavlama hızı, süresi, sıcaklık, soğutma hızı gibi parametreler, hem mekanik özellikler hem de mikro yapı açısından önemlidir. Demirin soğuk, ılık veya sıcak olarak işleme tabi tutulması mikro yapı ve mekanik özelliklerde etkili olmaktadır.

Çelik; esas olarak demir ve karbon (%2'ye kadar) alaşımıdır. Endüstride kullanılan çeliklerin %90'ından fazlası bileşiminde %1'den daha az karbon içerir. İçerisinde %0.8'den daha az, sade karbon bulunan çelikler *ötektoid altı çelikler*, %0.8 karbon içeren çelikler *ötektoid çelikler*, %0.8'den daha fazla karbon ihtiva edenler ise *ötektoid üstü çelikler* olarak adlandırılır. Çeliklerle ilgili sınıflandırma Şekil 5.1'de verilmiştir. Şekil 5.2'de ise içerisinde karbon ve arayer atomu içermeyen (IF çeliği), 0.4, 0.8 ve yaklaşık 1.4 karbon bulunan ötektoid altı, ötektoid ve ötektoid üstü çeliklere ait mikro yapılar verilmiş ve karbon oranına bağlı olarak mikro yapıdaki değişim gösterilmiştir.

Ötektoid altı çeliklerde tavlama, normalizasyon veya izotermal tavlama ile yapıda perlit ile ötektoid tepkimeden önce östenit tane sınırlarında çekirdeklenerek büyüyen ötektoid öncesi ferrit (primer α) görülür. Çelikteki karbon miktarı azaldıkça, ötektoid öncesi ferrit miktarı da artar. Bu yapıdaki malzemenin çekme dayanımı düşük, ancak sünekliği yüksektir. Ötektoid üstü çeliklerde ise ötektoid tepkime öncesi (A_1 sıcaklığının üzerinde) östenit tane sınırlarında ötektoid öncesi sementit (primer Fe_3C) çökelir. Birincil sementit östenit tane sınırlarında ince bir film halinde oluştuğunda, çelik çok kırılgan bir hal alır ve malzemenin özellikle darbe tokluğunu düşmesine neden olur.



Şekil 5.1- *Çeliklerin sınıflandırılması.*



Şekil 5.2-*Farklı oranlarda karbon içeren çeliklerin mikro yapıları. (a) Karbon ve arayer atomu içermeyen çelik, Dağlama: Marshall+ HF X200 [1]. (b) %0.4 karbon bulunan ötektoid altı çelik, Dağlama: Nital. (c) Kaba lamelli perlit içeren sıcak haddelenmiş Fe-%0.8 C alaşımı. Dağlama: Pikral [1]. (d) İçerisinde %1.4 karbon bulunan çeliğin mikro yapısı. Yapıda tane sınırlarında perlitler tarafından çevrelenmiş beyaz ötektoid öncesi sementit ağı görülmektedir X1000 [2].*

Bilindiği gibi karbon, çelik için en önemli alaşım elementidir. Miktarı ve uygulanan ısıl işlem çeliğin mekanik özellikleri üzerinde çok önemli etkiye sahiptir. Nikel, krom ve molibden de çeliğin özelliklerini etkileyen önemli alaşım elementlerindendir. Arayer atomu olan karbon, çelik içerisine %1'den daha az katılsa dahi mekanik özelliklerde önemli ölçüde değişmelere sebep olur. Oysa çelik içerisinde yeralan atomu olarak bulunana krom, nikel veya diğer alaşım elementlerinin etkili olabilmesi için yapıya daha fazla katılması gerekir. Çelik allotropik bir malzemedir. Yani farklı sıcaklıklarda farklı kristal yapıda bulunur. Bu

tersinir dönüşüm olup saf demir için allotropik dönüşüm aşağıdaki şekilde gösterilebilir. Bu dönüşüm sıcaklıkları çelikteki karbon miktarına bağlı olarak değişir.

$$\underset{(HMK)}{\alpha\text{-demir}} \xrightleftharpoons{910^\circ C} \underset{(YMK)}{\gamma\text{- demir}} \xrightleftharpoons{1400^\circ C} \underset{(HMK)}{\delta\text{-demir}}$$

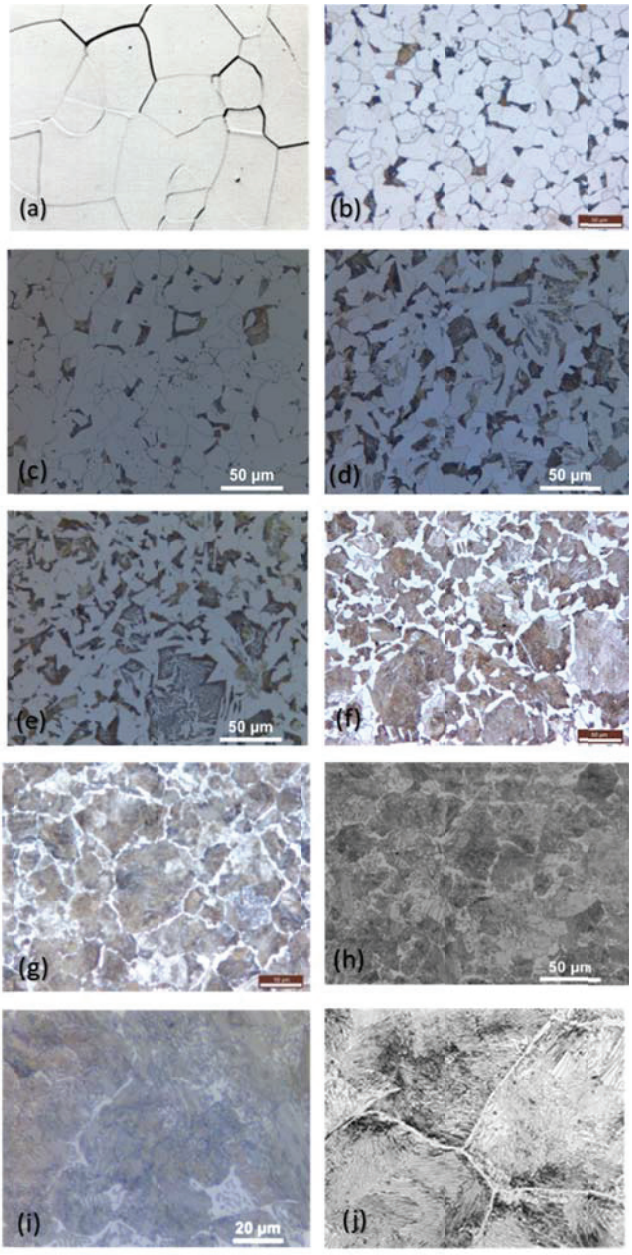
Hacım **M**erkezli **K**übik (**HMK**) yapılı α-demir içerisinde karbonun çözünebilirliği oldukça sınırlı (oda sıcaklığında ~%0,008 ve 723°C'de ~%0,025) olmasına rağmen, **Y**üzey **M**erkezli **K**übik (**YMK**) yapıda bu oran 1148°C'de %2'ye kadar çıkmaktadır. Karbon yapıda arayer atomu olarak bulunur. YMK yapıdan HMK yapıya dönüşte %0.02'den fazla karbon, yavaş soğuma durumunda difüzyon için yeterli zamanı bulacağından katı çözeltiden ayrılarak yeni bir faz olarak çökelir. Çok yavaş soğuma durumunda karbon yapıda grafit olarak değil, demir karbür (Fe_3C) yani *sementit* şeklinde bulunur. Bu da çeliğin sertliğini artırır. Yapıda karbonun bulunması, malzemeye herhangi bir sertleştirme ısıl işlemi uygulanmasa dahi sertliği artırır. Hızlı soğutma durumunda ise yapı ***H**acim **M**erkezli **T**etragonal* (**HMT**) kristal yapıya dönüşerek *martenzit* dediğimiz çok sert bir hal alır.

Çelik metalografik olarak incelendiğinde üç önemli fazdan bahsetmek mümkündür. Bunlar; *östenit, ferrit* ve *sementit* fazlarıdır. Karbonun YMK yapıda yer alan atomu şeklinde bulunmasıyla oluşan yapı *östenit'*tir. Bu yapı %2'ye kadar karbon ihtiva edebilir ve yapıdaki karbon miktarına bağlı olarak 723-1493°C arasında kararlıdır. Karbonun HMK yapı içerisinde arayer katı ergiyiği oluşturması durumunda da yapı *ferrit'*tir. Bu faz 910°C'nin altında kararlıdır ve en fazla %0.025 (723°C'de) karbon çözebilir. Yüksek saflıktaki demir çok yumuşak ve sünektir. Bunun sonucu olarak düşük mekanik özellikler gösterir. Demire ilave edilen karbon ile oluşan demir karbür (Fe_3C) ise *sementit* olarak bilinir. Çeliğin mikro yapısında bulunması muhtemel tipik diğer fazlar ilerleyen kısımlarda verilecektir.

Fe-Fe_3C denge diyagramında karbon miktarına bağlı olarak oluşan bazı mikro yapılar Şekil 5.3'te verilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi çelikte karbonun artışıyla perlit miktarı da artmaktadır. Sade karbonlu çeliğin karbon oranı %0.8 olduğunda mikro yapı tamamen perlitiktir. Bu çelik aynı zamanda ötektoid çeliği olarak bilinir. Perlit; ferrit (α-demir) ve sementit'in (Fe_3C) lamelli yapısıdır. Perlit bu iki fazın karışımıdır ve tek bir faz olarak tanımlanmaz. Buradan da anlaşıldığı gibi perlit oranı Fe_3C miktarına bağlıdır. Sade karbonlu çeliğin C oranı %0.8'in üzerinde olduğunda perlitik yapının sınırlarında Fe_3C oluşumları gözlenir (Şekil 5.3.j).

Fe_3C ağ tabakası daha önce de bahsedildiği gibi birincil sementitlerdir (primer Fe_3C) ve karbon miktarı artarken birincil sementit miktarı artar, perlit miktarı azalır. Bunlara ilave olarak bu bölümde demir esaslı malzemelerde görülen bazı önemli yapılar da verilmiştir. Malzeme üretim yöntemi, karbon miktarı ve

uygulanan ısıl ve deformasyon gibi işlemlere bağlı olarak mikro yapılarda farklılık görülebilir. Çeliklerde sık karşılaşılan mikro yapılarla ilgili kısa bilgi aşağıda verilmiştir:

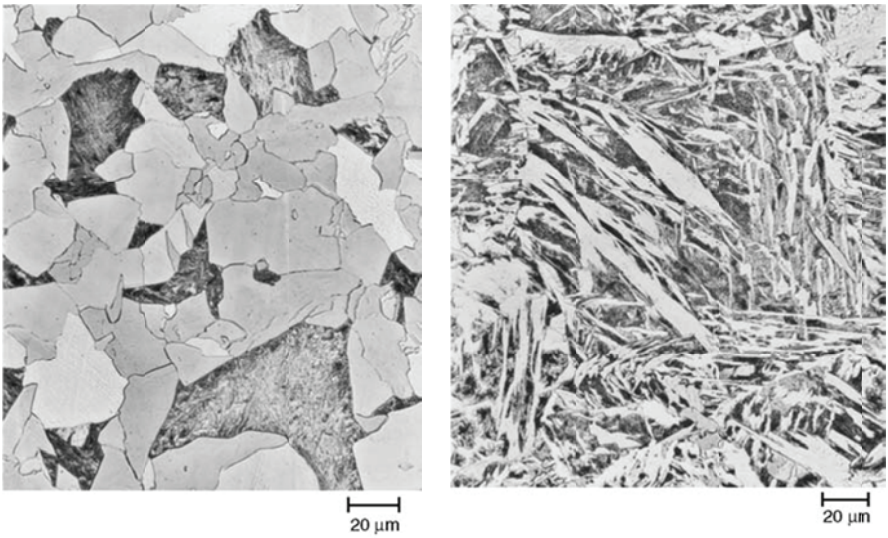


Şekil 5.3- *Fe-C alaşımında perlit miktarının karbon oranına bağlı olarak değişimi. (a) karbon içermeyen ferritik yapıyı, (b), (c), (d), (e), (f), (g) ve (h) sırası ile 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6 ve 0.7 C içeren yapıyı göstermektedir. (i) % 0.8 C içeren perlitik yapıyı gösterirken son resim (j) ise 1.2 C içeren malzemenin mikro yapısını göstermektedir. Şekil (a) ve (j) için ref. [3].*

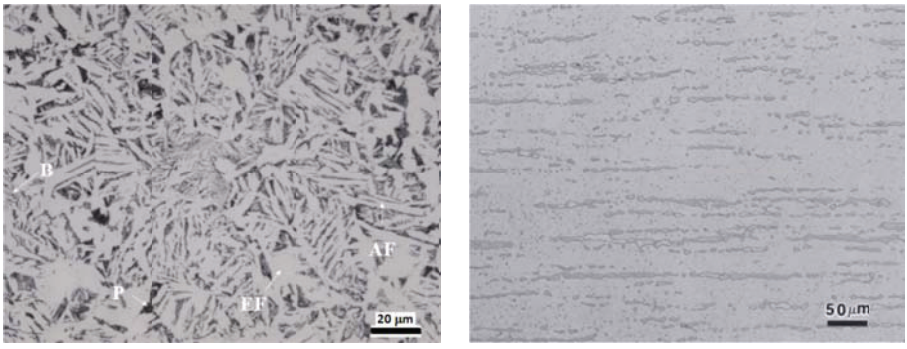
Ferrit

HMK kristal yapılı α-demire *ferrit* adı verilir. Bu terim ilk defa ABD'li bilim adamı Henry Marion Howe tarafından kullanılmıştır. Bu yapıda oda sıcaklığında en fazla %0.008 ve 723°C (A_1) sıcaklığında en fazla %0.025 karbon çözülebilir. Bu sebeple içerisinde karbür bulundurmayan, karbonu da sadece eser miktarda bulunduran faz olarak bilinir. Ancak içerisinde önemli miktarda Cr, Si, W, Mn, Ni ve Mo elementlerini yeralan element olarak çözebilir. Ferrit çeliğin en saf, en yumuşak ve sünek aynı zamanda çekme dayanımı en düşük halidir. İnce taneli yapı durumda çok iyi süneklik göstermesinden dolayı yüksek şekillendirme özelliğine sahiptir. Fe-Fe_3C denge diyagramında östenit tarafından ayrılan iki farklı bölgede görülür. Üst tarafta δ-ferrit (1400^{o}C'nin hemen üzeri), altta ise α-ferrit vardır (910°C'nin altı). Özel olarak belirtilmediğinde ferrit denildiği zaman genelde α-ferrit anlaşılır. Saf ferrit yaklaşık 70 HV sertliğindedir. Bunun yanı sıra karbon çeliğindeki ince perlit ise yaklaşık 400 HV sertliğindedir.

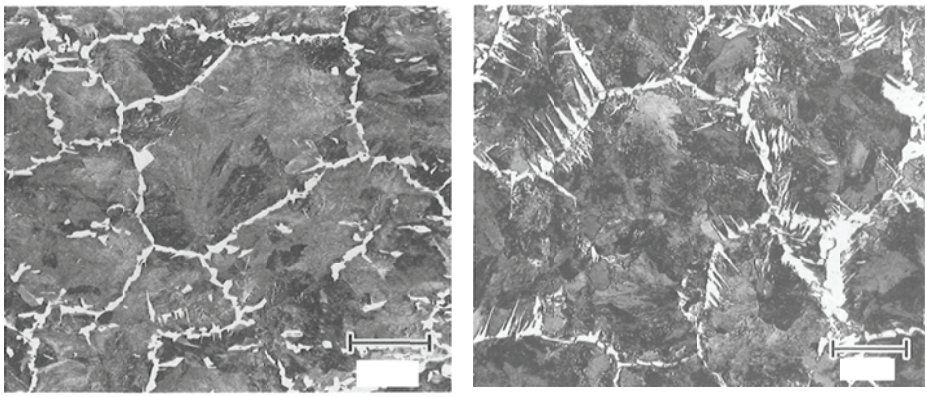
Ferrit HMK kristal yapıya sahip olduğundan sıcaklık düşüşü ile veya gerinim hızı artıkça sünek tavırdan kırılgan hale geçer. Bununla birlikte son zamanlarda ferritin farklı dönüşümleri ile oluşan yapılar literatürde karşımıza çıkmaktadır. Bunlar; *ötektoid öncesi ferrit, ötektoid ferrit, beynitik ferrit, üst beynitik ferrit, alt beynitik ferrit, asiküler ferrit ve masif ferrit* terimleridir. Bunların haricinde ferritin bulunduğu bölgeye göre de; *tane sınırı ferrit, taneler arası ferrit, tane içi ferrit* gibi terimler kullanılmaktadır. Ferritin durumu veya geçirmiş olduğu işlemlere göre de; *soğuk işlem görmüş ferrit, serbest ferrit, toparlanmış ferrit, yeniden kristallenmiş ferrit, karbür içermeyen ferrit, uyumlu ferrit* ve *aşırı doymuş ferrit* terimleri kullanılmaktadır. Bunların haricinde en çok kullanılanları da morfolojiyi gösteren terimlerdir. Bunlar; metalografide de yaygın olarak kullanılmaktadır. *Eş eksenli ferrit, poligonal ferrit, ince taneli ferrit, kaba taneli ferrit, granüler ferrit, alt tane ferrit, düzensiz ferrit, plaka tipi ferrit, bantlı yapıda ferrit, testere dişi ferrit, iğne yapılı ferrit, çıta tipi ferrit, dana gözü ferrit, asiküler ferrit ve Widmanstätten ferrittir*. Bu tür tanımlamalar sadece ferrit için değil diğer birçok faz için de yapıları tanımlama amaçlı kullanılmaktadır. Şekil 5.4-Şekil 5.7'de ferritik yapı ihtiva eden malzeme örnekleri verilmiştir.



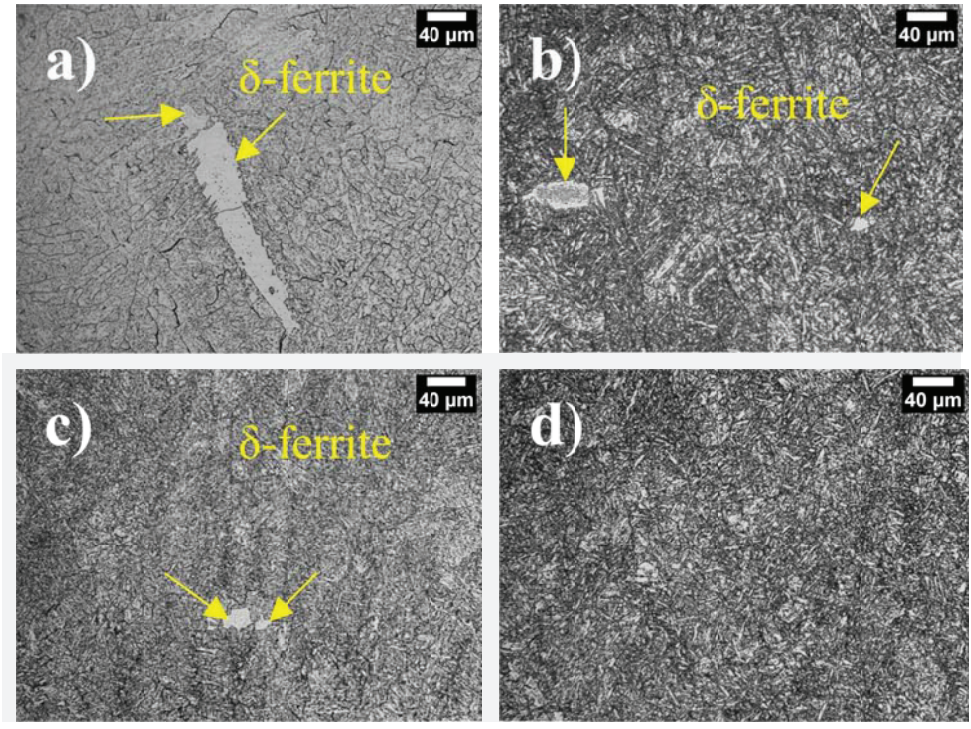
Şekil 5.4- *HSLA-80 çeliğinin 675°C'de 500 s izotermal olarak tavlandıktan sonra oluşan poligonal ferritin (açık renkli) yapısı. Martenzitik yapı ise (koyu renkli) östenitin izotermal tavlanmasının ardından soğutulması ile oluşmuştur. Dağlama: Nital (solda) ve aynı çeliğin 600°C'de 100 s izotermal tavlanmasının ardından oluşan Widmanstätten ferritin (iri uzun beyaz yapılar) görünümü. Daha koyu renkli görünen martenzitik yapı ise izotermal tavlamanın ardından su verme neticesinde oluşmuştur (sağda) [4].*



Şekil 5.5- *Haddelenmiş 4027 çelikte (Fe-0.27C, 0.8Mn, 0.25Si, 0.25Mo) asiküler ferrit (AF). Yapıda belirli bölgelerde kısmi eş eksenli ferrit (EF), çok az miktarda perlit (P) ve daha fazla miktarda beynit (B) bulunmaktadır. Dağlama: %2 Nital [1](solda). Sağda ise dizi halindeki $\delta-$ferrit kalıntıların AM350 çökelme sertleştirilebilir paslanmaz çelikte (Fe,0.09C,0.8Mn,16.5Cr,4.5Ni,2.85 Mo,0.1N) elektrolitik dağlanma (%20NaOH, 3Vdc, 10s) sonrası görünümü. Uzunlamasına eksen yatay yön olup, martenzit matris dağlamadan etkilenmemiştir [1].*



Şekil 5.6- *Sürekli soğutulan sade karbonlu UNS G10400 (%0.4C) çeliğinin mikro yapısı. (a) ilk östenit tane sınırları boyunca (beyaz) dalgalı ve belirgin tane sınırı ferrit yapıları ve (b) Widmanstätten ferrit yapılar. Widmanstätten yapı doğrudan ilk östenit tane sınırlarından ya da ferrit yapılardan oluşmaya başlamıştır. Resimde dağlanmış koyu bölgeler perlittir [5].*

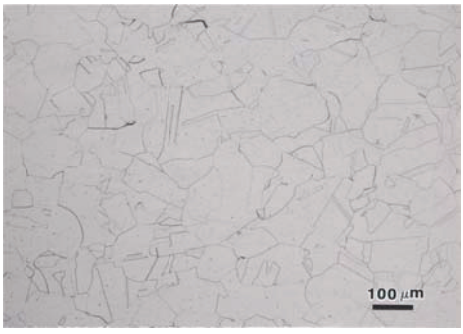


Şekil 5.7- *9Cr içeren T/P 92 yüksek sıcaklık çeliği için geliştirilmiş olan elektrod ile elde edilmiş kaynak metalinde kobaltın mikro yapıya etkisi. a) 0 Co, b) 0.5 Co, c) 1 Co, d) 1.5 % kobalt içermektedir [6].*

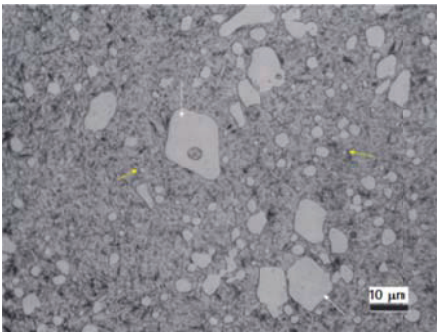
Östenit

Bazı özel çelikler dışında demirin yüksek sıcaklıktaki yapısı veya YMK kristal yapıda bir veya daha fazla elementin katı çözelti şeklinde demir içerisinde bulunmasıdır. Birçok çelikte yüksek sıcaklık fazı olarak görülen östenit yaklaşık 723°C üzerinde görülen bir fazdır. Ancak AISI 304 ve AISI 316 gibi bazı özel alaşımlı paslanmaz çelikler oda sıcaklığında da YMK yapısını muhafaza eder. Bazı sade karbonlu ve alaşımlı çeliklerde, çeliğin östenit yapıdan hızlı bir şekilde oda sıcaklığına soğutulmasıyla östenit fazı oda sıcaklığında dahi yapısını muhafaza eder ve bu yapı *kalıntı östenit* olarak adlandırılır. Bu faz dağlandığında mikroskop altında beyaz bir faz olarak görülür. İçeresinde kalıntı östenitin de olduğu çeşitli östenitik fazları gösterir mikro yapı örnekleri Şekil 5.8- Şekil 5.13'de verilmiştir.

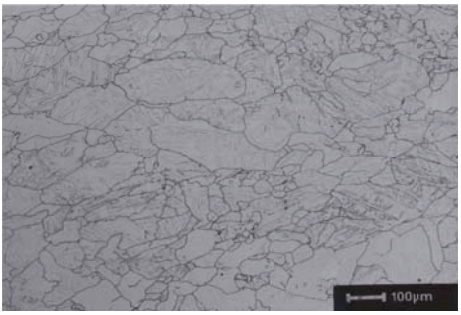
YMK yapı, HMK yapıya göre çok daha fazla miktarda karbon çözebilme özelliğine sahiptir. Çelik içerisinde fazla miktarda Ni ve Mn ihtiva etmesi durumunda kararlı YMK yapıdadır. C, N, Ni ve Mn elementleri östenit kararlaştırıcı elementlerdir. Yumuşak ve sünek yapıdadır. Ancak soğuk şekillendirme ile dayanımı artar. Çok yoğun soğuk işlem durumunda gerilmeden kaynaklanan sert martenzitik yapı oluşur. Alaşım, biçimlendirilmiş veya çözelti ısıl işlemi uygulanmış durumda dağlandığında yapısında tavlama ikizlemeleri görülür ve tane sınırları net olarak ortaya çıkar. YMK yapıdan dolayı her hangi bir faz değişimi olmadığı takdirde sıcaklık veya gerilmeye bağlı olmaksızın sünekliğini korur. Termodinamik olarak kararlı olması durumunda *kararlı östenit* diye adlandırılırken, değilse *yarı karalı östenit* olarak bilinir. Ferritte olduğu gibi östenit de çeşitli durumlara göre farklı sıfatlarla anılmaktadır. Termal durumuna göre; *karbonca zengin homojenize östenit*, faza göre; *ilk östenit*, *çökelmiş östenit, ötektik östenit* ve metalografide yaygın olarak kullanılan tane yapısına göre ise; *eş eksenli östenit*, *deforme edilmiş östenit* ve *ikizlenmiş östenit* olarak isimlendirilir.



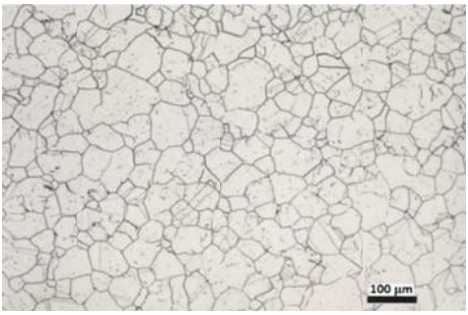
Şekil 5.8- *316 tip paslanmaz çelikte (Fe, <0.08C,<2Mn, <1Si, 17Cr, 12Ni, 2.5Mo) östenit tane yapısı ve tavlama ikizlerinin optik mikroskop görünümü. Dağlama: Glyceregia [1].*



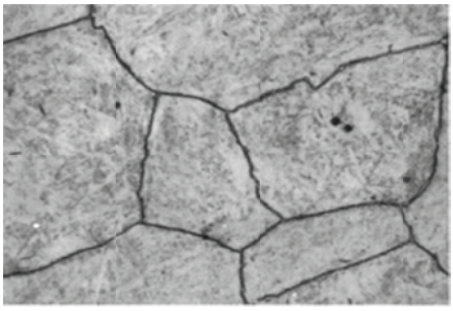
Şekil 5.9- *Su verilmiş ve temperlenmiş D3 takım çeliğinde (Fe,2.1C,0.25Mn,0.25Si,0.5Ni, 12.5Cr) büyük Cr_7C_3 partikülleri. Ok ile gösterilen ince karbürler $Cr_{23}C_6$ dır. Dağlama: %10 Nital [1].*



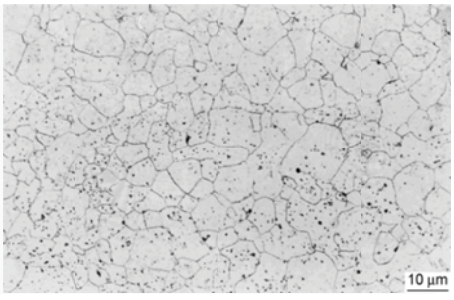
Şekil 5.10- *Çözelti ısıl işlemi uygulanmış 17-4PH paslanmaz çeliğin (Fe, <0.07C, 17Cr, 4Ni, 4Cu,0.3Nb) yapısı. Çökelti sertleşmesi uygulanabilir paslanmaz çelikler ve maraging çelikleri çözelti tavlaması yapılmış durumdaysa (yaşlandırma öncesi), ilk östenit tane sınırları ortaya çıkarılabilmektedir [1].*



Şekil 5.11- *Çözelti ısıl işlemi sonrası (1038°C 1h) suda soğutulup, 650°C'de 2h yaşlandırılmış 304 tipi çelikte östenit tane sınırlarında karbür çökeltileri. Çökeltiler ikiz sınırlarda çok daha azdır. Karbürler, sulandırılmış %10'luk amonyum persülfat ile 6V dc, 10s dağlayarak koyulaştırılmıştır [1].*



Şekil 5.12- *52100 çeliğinde ilk östenit tane sınırlarındaki karbür ağının optik mikroskop görünümü. Dağlama: Nital, X450 [4].*



Şekil.5.13- *Karbürlenmiş çelikte (15CrNi6) östenit tane sınırlarının görünümü [7].*

Sementit (Fe_3C)

Demir ve karbondan oluşan, kimyasal olarak "*demir karbür*" olarak bilinen Fe_3C bileşiğidir. Ortorombik kristal yapıdadır. *Sementit* veya demir karbür, çeliğin yapısında bulunan sert (yaklaşık 1100 HV) ve kırılgan fazdır. Karbon içeren alaşım çeliğinde mangan ve krom gibi bazı karbür oluşturan elementler demirin yerine geçerek Fe_3C yerine M_3C oluşturur (M, karbür oluşturan elementtir). Sementit yaklaşık 800 HV sertliğindedir. Yeralan diğer elementlerin yapıda bulunması sertliği artırır. Yapısında ağırlıkça %6.67 karbon içeren, 1950^{o}C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ergiyen, 1200^{o}C sıcaklığın altında termal olarak kararsız duruma geçen bir yapıdır.

Fe-Fe_3C alaşımlarında önemli olan bu fazların saf durumları değil, ötektik ve ötektoid tepkimeler sonucu oluşan faz karışımlarıdır. Ötektik reaksiyon aşağıda

görüldüğü gibi 1130°C'de %4.3 karbon içeren demir karbon ergiyiğinin östenit ve sementit fazlarına dönüşmesiyle gerçekleşir. Aşağıdaki şekilde ifade edilir:

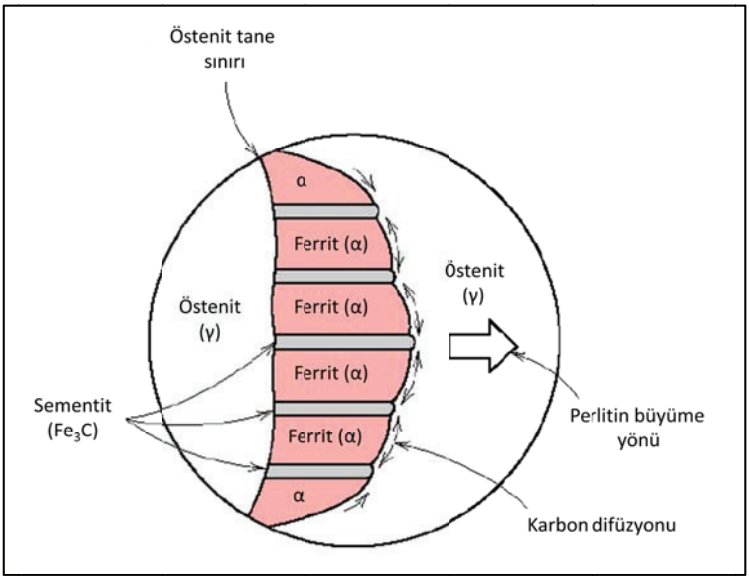
$$\text{Fe-C ergiyiği (\% 4,3 C)} \xrightleftharpoons{1130\ ^{\circ}C} \gamma + Fe_3C$$

Perlit

Sheffield Üniversitenden Dr. Sorby tarafından bulunan perlit ismi, midye kabuğuna benzer bir yapıda olmasından dolayı ve inci gibi parlayan anlamına gelen '*pearly constituent*'den esinlenerek konulmuştur. Östenit, izotermal olarak 723°C'nin hemen altına yavaşça soğutulduğunda perlite dönüşür. İçerisinde %0.8C bulunan (bazı kaynaklara göre %0.77 C) YMK γ-demir uygun şartlarda soğutulduğunda yapısı tamamen perlite dönüşür. Dönüşüm, bileşim ve soğuma hızına önemli ölçüde bağlıdır. Bu dönüşüm uzun süreli olarak difüzyonla gerçekleşir. Düşük karbonlu çeliklerde Fe, Fe_3C ötektoid reaksiyonu aşağıdaki gibidir:

$$\gamma\ (\sim\%0.8\ C)\ \alpha \xrightleftharpoons[\text{Isıtma}]{\text{Soğutma}} (\%0.2C) + \text{Karbür}\ (\%6.67\ C)$$

Perlit aslında bir faz değil, ferrit ve sementit'in yavaş soğuması sırasında östenitten büyüyen lamelli yapıda bir faz karışımdır. Yapının mikroskop altında uygun büyütmede incelendiğinde parmak izine benzemesi dikkat çekicidir. Perlit Fe-C alaşımlarında çok önemli bir yere sahiptir. Östenitten perlit dönüşümü katılarda meydana gelen tipik reaksiyonlarda olduğu gibi özellikle tane sınırlarında başlar ve tane içlerine doğru büyür. Perlitin oluşumu şematik olarak Şekil 5.14'de verilmiştir. Reaksiyonun tane sınırlarında başlaması, buralarda sementitin çekirdekleşmesi için gerekli enerjinin diğer kısımlardan daha yüksek olmasından dolayıdır. Şekilde de görüldüğü gibi karbon atomları bir araya gelerek sementitin çekirdekleşmesini başlatır. Bu oluşum sırasında çekirdek civarında östenit karbonca fakirleşir ve sementit çekirdeğinin her iki yanında ferrit oluşur. Bu ferrit tabakalarının ilerisinde karbonca zengin bölgelerde daha fazla sementit çekirdekleşir. Böylece genelde lameller halinde sementit-ferrit oluşumu ile perlitik yapı ortaya çıkar. Şekil 5.15-Şekil 5.17'de farklı malzeme ve ortamlarda oluşan perlitik yapının optik ve elektron mikroskop görüntüleri verilmiştir.



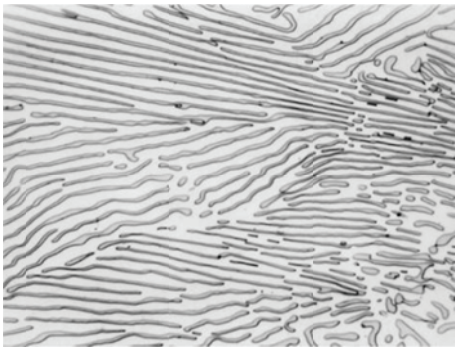
Şekil 5.14- *Perlitin çekirdeklenmesi ve büyümesinin aşamalı olarak şematik olarak gösterimi [8].*

%100 perlit, ötektoid çeliğin yavaş soğuması sırasında ortaya çıkar. Katmanlı veya lamelli yapıda görülen beyaz fazlar ferriti, daha ince olan koyu fazlar ise Fe_3C fazını gösterir. Perliti meydana getiren fazlardan ferrit yumuşak ve sünek, sementit ise sert ve kırılgandır. Perliti meydana getiren α/Fe_3C lamellerinin kalınlıklarının oranı 8/1 kadardır. Birçok çelik ve dökme demir malzemenin yapısında bulunur. Perlit, ferrite göre çok yüksek çekme dayanımına sahiptir. Bu özelliği ferrit ve sementitin lamelli veya yaprak şeklindeki yapısından kaynaklanır. Bu yapı Şekil 5.16'da verilen SEM mikro yapısında daha detaylı olarak görülmektedir.

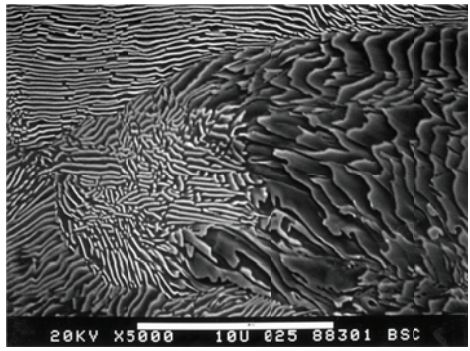
Ticari çeliklerde tam perlitik yapıya nadiren ihtiyaç duyulur. Ray çelikleri ve piyano telleri için sertlik, aşınma direnci ve aynı zamanda da yüksek dayanım için tam perlitik yapıya ihtiyaç duyulur. Aşınma direnci özellikle ray çelikleri için çok önemli olurken yüksek dayanım piyano telleri için mutlak ihtiyaçtır. Şekil 5.18'de ray çeliğinin mikro yapısı verilmiştir. Perlitin çekme dayanımı ve tokluğu lameller arası mesafenin azalması ile artar. Sade karbonlu çeliklerde karbon oranının %0.8'den aşağı, %0.8 ve %0.8'den fazla olduğunda sırası ile ötektoid altı, ötektoid ve ötektoid üstü olarak adlandırılan yapılar oluşur. Çeliklerde karbon miktarının %0.8'in altında bulunması durumunda ve denge şartlarında (yavaş soğuma gibi) yapı perlit ve ötektoid öncesi ferrit fazlarından oluşur.

Her ne kadar perlit, demir ve karbonun birlikte oluşturduğu bir yapı olsa da karbonun yerine geçen ara yer elementlerinden azotun da zaman zaman ara yer atomu olarak görev yaptığı ve yapıda hiç karbon olamadan da perlitik yapının

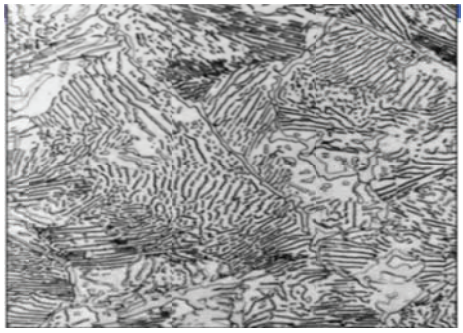
oluştuğu bilinmektedir. Karbon ihtiva eden malzemelerde yaygın olarak karşımıza çıkan perlit, çok nadiren de olsa azot ile de oluşmaktadır. Şekil 5.19'da karbon içermeyen Fe esaslı süperalaşım MA 956 sac malzemenin kapalı döngü gaz türbini oratmına benzetilen 1200^{o}C'de akan %98 azot-%2 oksijen ortamında 4800 h tutulması neticesinde ortaya çıkmış olan perlitik yapı görülmektedir.



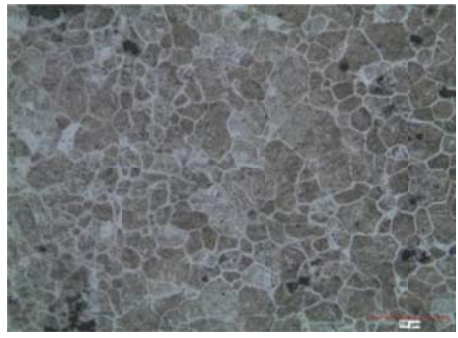
Şekil 5.15- *Ötektoid bileşimdeki 1080 çeliğinde lamelli perlitik yapı. Açık renkli bölgeler ferrit, koyu renkli bölgeler sementittir, 2500X [9] .*



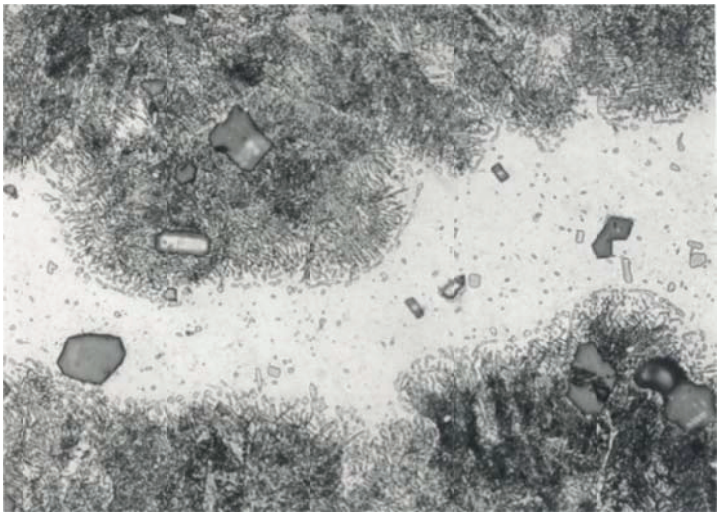
Şekil 5.16- *SEM'de perlitik yapıda plaka şeklindeki sementit yapı görülmektedir. Dağlama: 4% pikral [10].*



Şekil 5.17- *Kısmi küreselleşmiş perlitik çeliğin mikro yapısı X2000 [2].*



Şekil 5.18- *4 R260 ray çeliğinin 900^{o}C'de 1 h östenitlenmesi ile ortaya çıkan tane yapısı. ASTM tane boyutu 8 olarak ölçülmüştür [11].*



Şekil 5.19- *Karbon içermeyen MA 956 sac malzemenin 1200°C'de akan %98 azot, %2 oksijen ortamında 4800 h tutulması neticesinde oluşan yapının optik mikroskop görünümü. Yapıda parmak izi şeklinde oluşan kısımlar azot perlitini, köşeli büyük açık gri renkli olan parçacıklar TiN partiküllerini, daha koyu olan iri partüküllerinde AlN partiküllerini göstermektedir. Özellikle beyaz ferritik bölgedeki küçük ve yoğun parçacıklar da çeşitli inklüzyonları göstermektedir [12].*

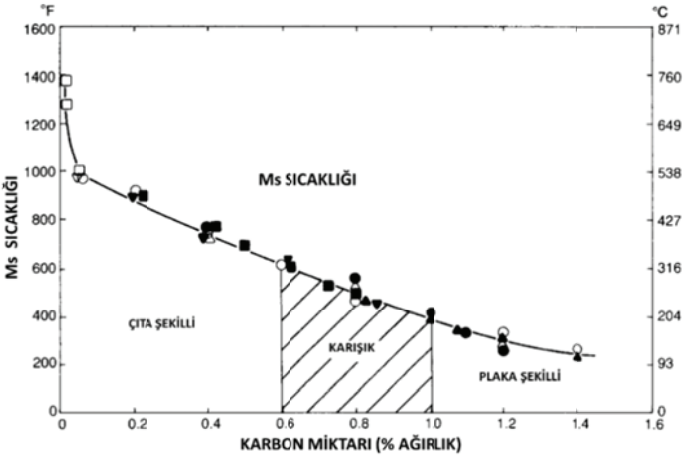
Martenzit

Martenzit, Alman bilim adamı Adolf Martens'in adına ithafen su verilmiş çeliklerde gözlenen mikro yapıya verilen isimdir. *Martenzitik yapı*, genel olarak çeliklerde çok yaygın olarak karşımıza çıkmakla beraber Cu-Al veya Au-Cd alaşımları gibi bazı demir dışı sistemlerde de görülmektedir. Martenzit, denge dışı şartlarda oluşan HMT kristal yapılı bir fazdır. Yeterli karbona sahip çelikler östenitleme sıcaklığına çıkartıldıktan sonra **SSD** (**S**ürekli **S**oğuma **D**iyagramı) eğrilerini kesmeyecek bir soğuma hızı ile soğutulduğunda yapılarında yeni bir faz oluşur. Bu faza *Martenzit* denir. Martenzitin oluşabilmesi için içerisinde yeterli karbon bulunan çeliğin sadece östenit bölgesinden belirli bir hızla soğutulması yeterli değildir. Martenzitik dönüşüm, martenzit başlama (Ms) sıcaklığında başlar ve daha düşük sıcaklıklarda dönüşüm oranı artar. Bu dönüşümde kuşkusuz karbon ve azot en önemli elementlerdir. Bunun yanı sıra karbon ve azot kadar etkili olmasa da krom ve nikelde dönüşüm için önemlidir. Östenitin tamamının martenzite dönüştüğü sıcaklığa, martenzitin son bulma sıcaklığı (Mf) denir. Su verme ortamının sıcaklığı Mf sıcaklığı altında olduğu sürece %100 martenzit oluşur. Fakat su verme ortamının sıcaklığı Ms ile Mf sıcaklıkları arasında kaldığı sürece bir bölüm östenit, martenzite dönüşmeyerek *kalıntı östenit* olarak yapıda kalır. Martenzitik dönüşüm perlit ve beynit gibi atom difüzyonu gerektirmeden gerçekleşir ve saniyeden çok daha kısa bir sürede tamamlanır. Martenzit fazı bu nedenle aşırı doymuş bir katı çözelti şeklinde ve kararsız bir yapıdır. Martenzitin

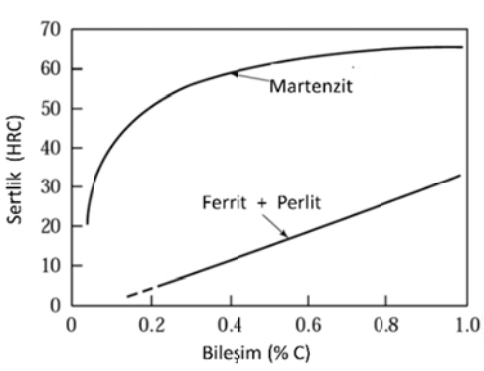
sertliği, karbon ve diğer bazı alaşım elementlerine bağlıdır. Martenzit oluşumu, parça boyutu, soğutma hızı ve çeliğin sertleşebilirliliği gibi faktörlere bağlıdır. Sertleşebilirlik karbon ve diğer bazı alaşım elementler ile ilk östenit tane boyutu artışı ile artar.

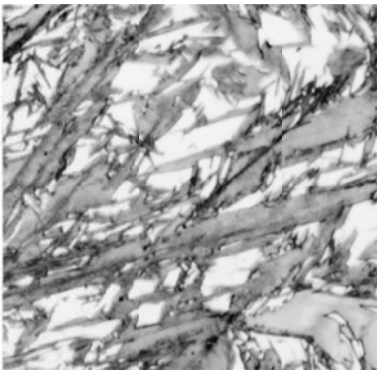
Çeliğin karbon miktarına bağlı olarak temelde iki tür martenzit görülür. Düşük karbonlu çeliklerde (%0.6'dan az) *çıta tipi martenzit* veya *iğnemsi martenzit* oluşurken, yüksek karbonlu çeliklerde (%1.2'den fazla) ise yassı, uzun, *plaka tipi martenzit* oluşur. Bu iki değer arasındaki karbon miktarlarında ise *çıta veya plaka tipli* yapılar gözlemlenebilir. Şekil 5.20'de çelikte karbon miktarına bağlı olarak Ms sıcaklığı ve Fe-C alaşımında çıta, plaka ve karma martenzitik yapı için gerekli kompozisyon verilmiştir. Şekil 5.21'de karbon içeriğinin bir fonksiyonu olarak yapıda martenzitin sertliği, Şekil 5.22-5.29'da çeşitli oranlarda karbon içeren veya ısıl işlem neticesinde küreselleşmiş, çıta ve plaka biçimli martenzit yapıları verilmiştir.

Martenzitin en önemli özelliği, çok yüksek sertliğe sahip olmasıdır. Buna karşın darbe dayanımı çok düşüktür. Yapının sertliği artan karbon miktarı ile artar. Ancak bu, yapının gevrekleşmesine ve dolayısı ile kırılganlığının artmasına neden olur. Martenzit, hacim merkezli tetragonal (HMT) yapıdadır. Tetragonallik karbon miktarındaki artış ile artar. Yani karbon oranının artışı ile kristalin boyunda (c yönünde) uzama meydana gelir. Sertleştirme sonrası martenzite yapılan temperleme işlemi, karbonun kristal yapıdan kısmen uzaklaşması ile yapının kırılganlığını azaltırken sünekliğinde artışa neden olur. Fakat bazı alaşımlı çeliklerde temperleme işlemi belirli sıcaklık aralıklarında temper kırılganlğına sebep olabilir. Uzun süreli temperleme işlemi sonucu aşırı doymuş katı çözeltideki karbon, karbür olarak çökelir ve böylece temperlenmiş martenzit ortaya çıkar. Su verilmiş çelik yapılarının en ilginci takım çeliklerinde görülür. Yüksek karbonlu ve yüksek alaşımlı çeliklerde, yüksek östenitleme sıcaklıklarında östenit içinde çözünemeyen bazı karbürler yapıda kalır. Bunlar, su verme sırasında dönüşmediklerinden martenzit ana yapı içinde dağılmış olarak bulunur. Şekil 5.30'da mikro yapıda görüldüğü gibi çözünmemiş karbür miktarını azaltmak amacıyla daha yüksek sıcaklıklarda veya daha uzun süre östenitleme işlemi uygulandığında su verilmiş yapıda martenzit azalır. Martenzit fazı yüksek sıcaklıkta zamanla karbon atomu oktahedral konumdan difüze ederek karbür oluşturur. Bu da tetragonal yapıda rahatlamaya sebep olur ve Fe-C faz diyagramında olması gereken ferrit ve sementit faz karışımına döner.

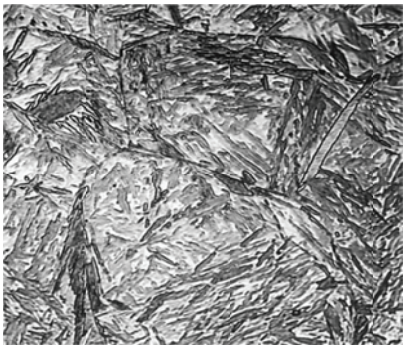


Şekil 5.20- *Çelik içerisindeki karbon miktarına bağlı olarak Ms sıcaklığı. Şekilde Fe-C alaşımında çıta, plaka ve karma martenzitik yapı için gerekli kompozisyon verilmiştir [13] .*





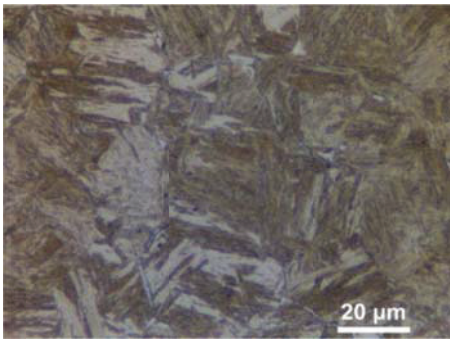
Şekil 5.21- *Karbon içeriğinin bir fonksiyonu olarak yapıda martenzitin sertliğini gösterir grafik (solda) ve %0.8 C içeren çelikte oluşan martenzit yapısı. Gri plaka görünümlü bölgeler martenzit olup, kalıntı östenit (beyaz bölgeler) ile aynı bileşime sahiptir (sağda), X1000 [9].*

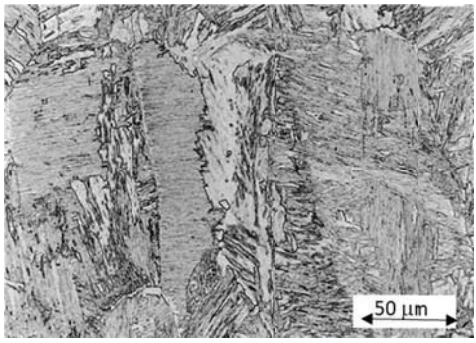


Şekil 5.22- *Düşük alaşımlı çelikte su verilmiş (temperlenmemiş) kırılgan martenzitik yapı. X1000. Dağlama: %4 Pikal-HCl ve 10% sodyum metabisülfit [10].*

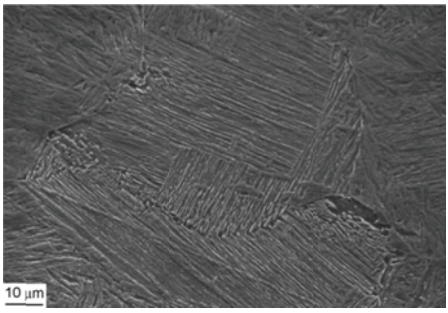


Şekil 5.23- *Plaka türü martenzit yapının görünümü. İğnemsi koyu bölgeler martenziti, açık renkli bölgeler kalıntı östenit bölgelerini göstermektedir [10].*

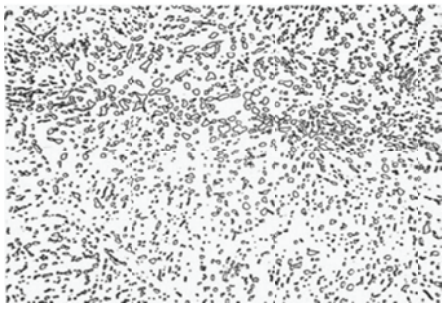




Şekil 5.24- *Orta karbonlu çelikte plaka tipi martenzit (kaba yapılar) ve çıta tipi martenzit (ince yapılar) yapıların birlikte bulunduğu orta karbonlu çelik, X1000. (solda).* Düşük karbonlu çelikte kaynak sonrası hızlı soğutma neticesinde oluşan çıta tipi martenzitin optik mikro yapısı [9].



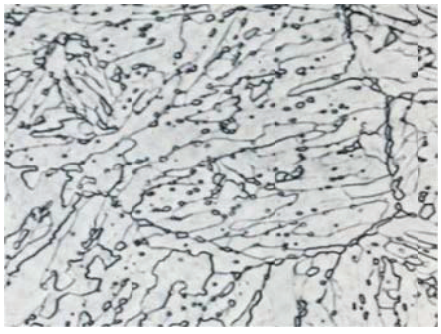
Şekil 5.25- *Çelik malzemede (16Mn, Cr5) çıta tipi martenzit yapının SEM görünümü [7].*



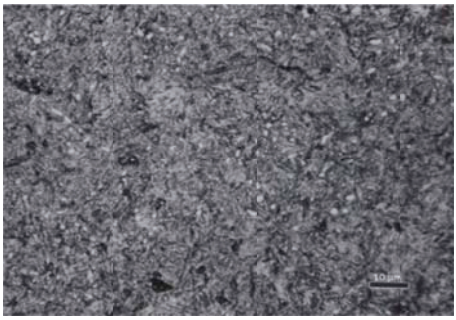
Şekil 5.26-*Fe,0.66C,1Mn çeliğinde martenzit yapıda 700°C'de 24 h sonunda oluşan küreselleşme. Dağlama: Pikral, X1000 [14].*



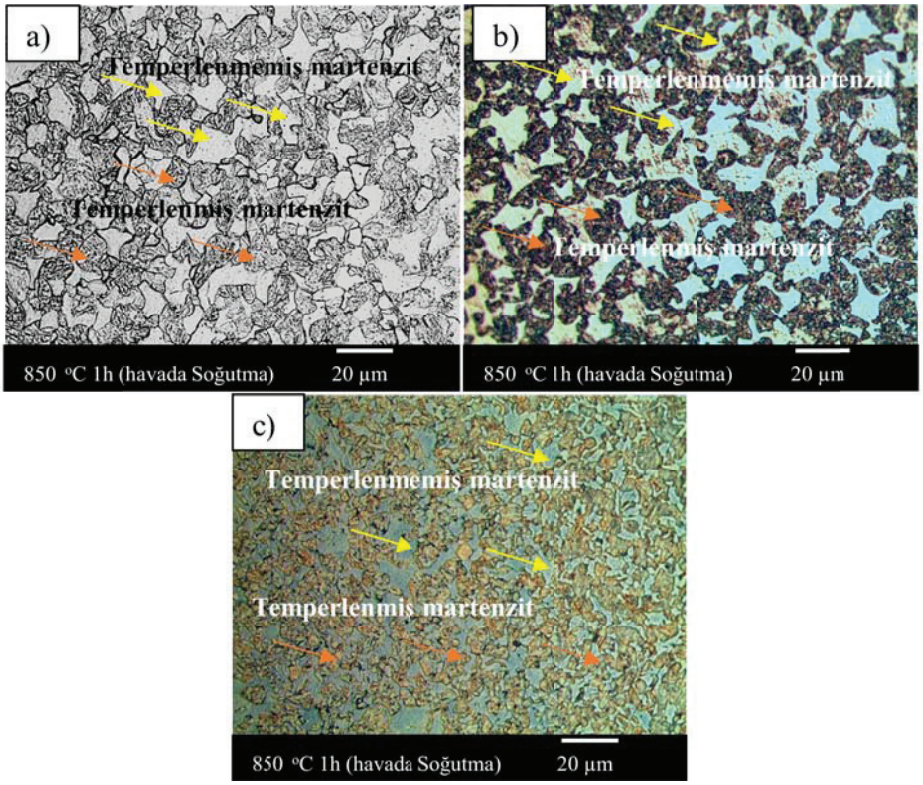
Şekil 5.27- *Fe,32Ni alaşımında ısıl işlem neticesinde plaka tipi martenzit ve kalıntı östenit (açık renkli), X500 [15].*



Şekil 6.28- *Orta karbonlu çeliğin 700°C'de 1 h temperlenmesi ile martenzitik yapıda oluşan kaba küresel parçacıkların görünümü [15].*



Şekil 5.29- *Sertleştirilmiş ve temperlenmiş W1 çeliğinde (Fe, 1.1C, 0.2Mn, 0.2Si) kalıntı karbürler (açık renkli küçük noktalar) ve temperlenmiş martenzit yapı. Yapının, yaklaşık aynı sertliğe sahip 52100 rulman çeliğine benzerliği dikkat çekmektedir. Dağlama: %2 Nital*

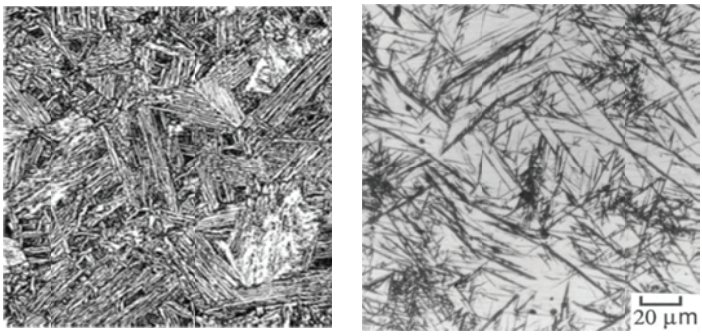


Şekil 5.30- *P92 malzemesinin Ac1-Ac3 çift fazlı bölgesinde uygulanan ısıl işlem sonrası farklı dağlayıcılar kullanılarak elde edilmiş mikroyapıları, a) Pikrik HCl, b) Lepera c) Modifiye LB2 [16].*

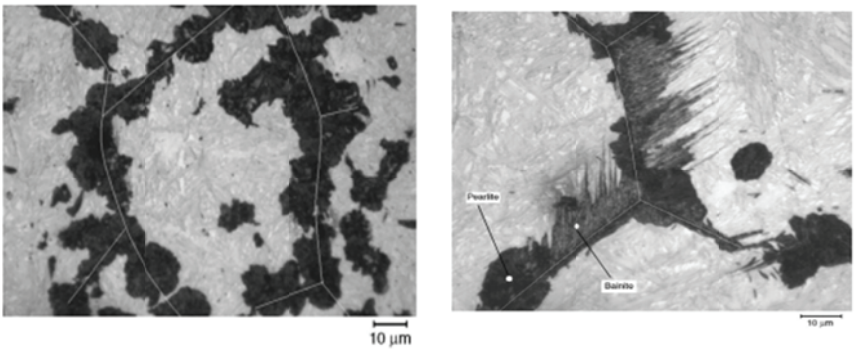
Beynit

Perlit oluşum aralığının altında ancak Ms sıcaklığının üzerinde bir sıcaklıkta östenit dönüşümünden kaynaklanan ferrit ve sementitten oluşan yarı kararlı bir fazdır. 1939 yılında Edgar Collins Bain'e ithafen "Bainite" yapısı olarak isimlendirilmiştir. Perlitle martenzit arası bir yapıdadır. Özellikle temperlenmiş martenzite çok benzer, ancak elektron mikroskop altında bu iki yapı ayırt

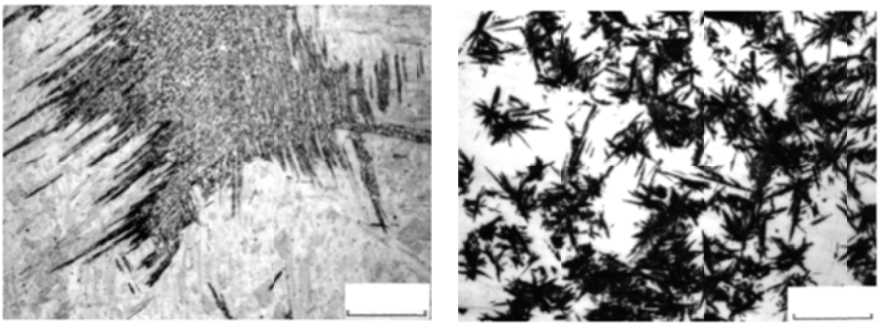
edilebilir. Yaklaşık 450-500°C sıcaklığın altında oluşur. Üst beynit genelde tüy biçiminde görünürken alt beynit asiküler tipi plaka şeklindedir. Üst beynit 350°C'nin üzerinde, alt beynit 250°-350°C aralığında bir sıcakta oluşur. Alaşımsız ötektoid karbon çeliklerinde 550-350°C sıcaklıklar arasında izotermal dönüşümle oluşan üst beynit ile 350-250°C arasında oluşan alt beynitin yapısının birbirinden farklı olduğu kabul edilir ve mikro yapılar da belirtilerek verilir. Bazı durumlarda alt beynit ve üst beynit yapılarını ayırmak kolay olmayabilir. Genel olarak mikroskop altında üst beynitte tüyümsü yapı hâkimken, alt beynit yapısı daha ince ve iğneseldir. Bu farklılık dönüşüm sıcaklığı farkından kaynaklanır. Düşük sıcaklıklarda oluşan alt beynitte karbon atomlarının yayınması daha az olacağından sementit parçacıkları daha ince olur. Beynitik yapı Pikralle dağlandığında siyaha yakın koyu bir renkte ve asiküler yapıda görülür. Bu koyu renk yapıda dağılmış olarak bulunan küçük karbür parçacıklarından kaynaklanır. Aşağıda Şekil 5.31 - Şekil 5.36'da değişik ortam ve sıcaklılarda oluşmuş beynitik yapılar görülmektedir.



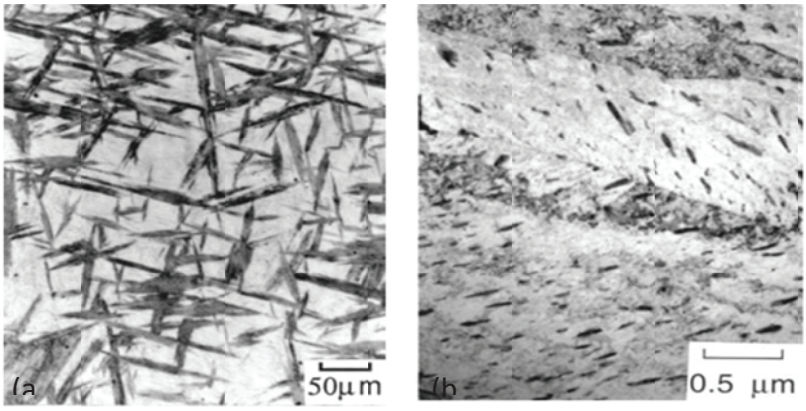
***Şekil 5.31**-Düşük alaşımlı çelikte oluşan beynitik yapının görünümü. 500X. Dağlama: %4 Pikral-%2 Nital, (solda) [10]. Sade karbonlu çelikte alt beynitik yapının optik mikroskop görünümü (sağda) [17].*



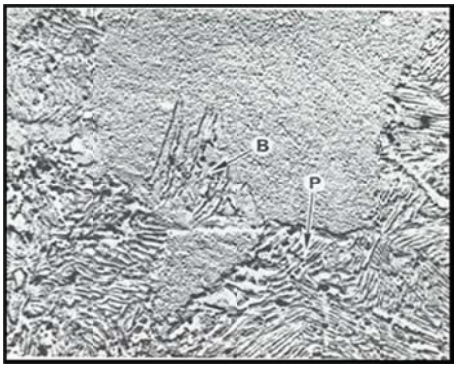
***Şekil 5.32**-Yavaş soğutulmuş 1095 çeliğinde ilk östenit tane sınırlarında oluşan (beyaz çizgi halinde) perlitik nodüller (koyu bölgeler). Dağlama: Nital X600 (solda). Aynı malzemenin hızlı soğutma neticesinde ilk östenit tane sınırlarında oluşan (beyaz çizgi halinde) karışık perlitik ve beynitik yapı (sağda). Dağlama: Nital ve Pikral karışımı X1000 [18].*



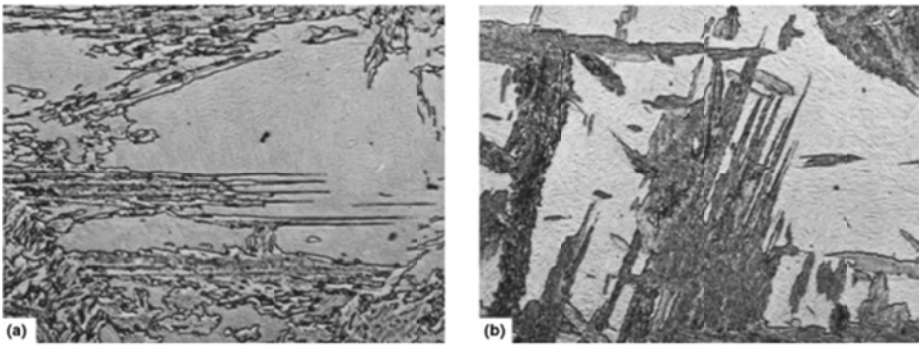
Şekil 5.33- *Fe-Ni-C alaşımında beynitik yapının optik görünümleri. (a) Fe,7Ni-0.2C alaşımda üst beynit, 408°C'de 120 s'de dönüştürülmüş, (b) Fe-7Ni,0.8C alaşımında alt beynit, 150 °C' da 32 s sonunda dönüştürülmüş [5].*



Şekil 5.34- *Fe,0.3C,4Cr ihtiva eden alaşımda 395°C'de kısmen dönüşen alt beynit yapının optik mikroskop görünümü. Yapıda beyaz görülen kısımlar martenzittir (solda). Aynı malzemenin TEM de alt beynitin daha detaylı görünümü verilmiştir (sağda) [17].*



Şekil 5.35- *Çeliğin (0.81C, 0.07 Si, 0.65 Mn) 860°C'de östenitlendikten sonra 500°C'de soğutulması ile yapıda oluşan perlit (P) ve üste beynitin (B) görünümü [19].*



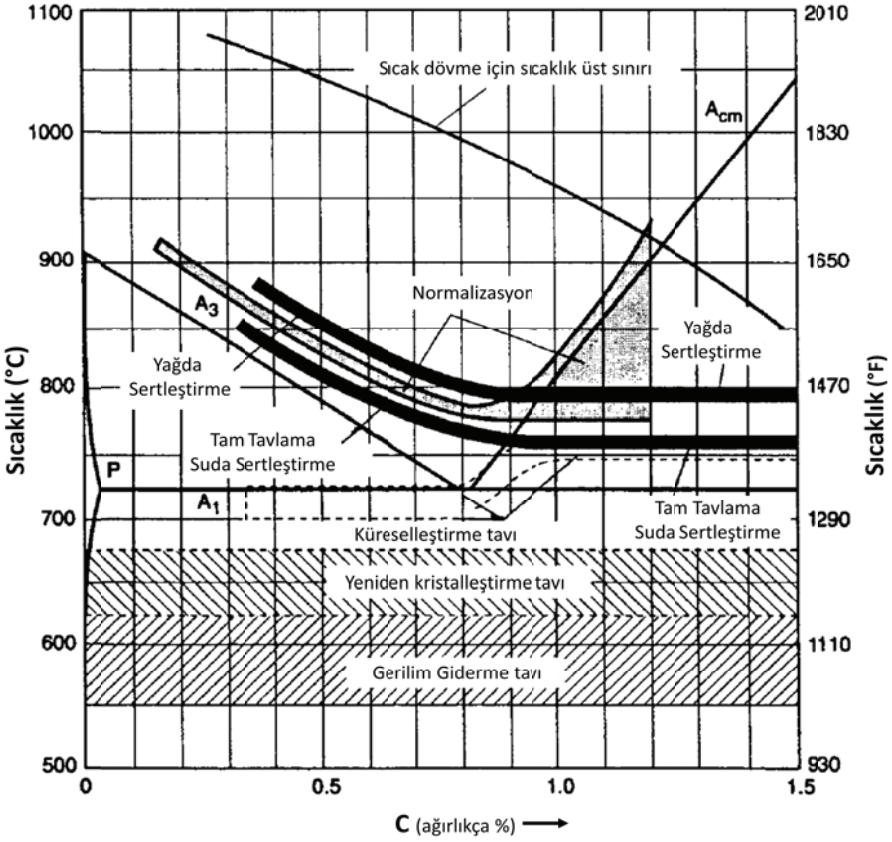
Şekil 5.36- *4360 çeliğinde 495°C'de (a) ve 410°C'de (b) izotermal olarak dönüşmüş üst beynitin optik mikro yapıları, X750 [14].*

TEMEL ISIL İŞLEMLER

Malzemeler çalışacakları ortamlara göre çeşitli ısıl işlemlere tabi tutulurlar. Bu bazen sertleştirme, bazen de tam aksine yumuşatma veya gerginlik giderme şeklinde olabilir. Uygulanacak ısıl işlem malzemenin servis şartlarına bağlı olarak değişir. Kuşkusuz bu işlemler malzemenin mikro yapısında önemli değişikliklere neden olur. Yaygın olarak kullanılan bazı ısıl işlemler ve ortaya çıkan mikro yapılar bu bölümde ele alınmış ve sık olarak karşılaşılan bazı önemli mikro yapılar aşağıda verilmiştir. Malzemeye uygulanan ısıl işlem çeşitli amaçlar için yapılabilir. Bunlardan bazıları şunlardır:

- Soğuk deformasyon veya yüksek sıcaklıktaki bir malzemenin homojen olmayan soğutulmasından kaynaklı gerilmeyi yapıdan uzaklaştırmak,
- Sıcak işlem görmüş ve iri tane yapısına sahip malzemede tane yapısını inceltmek,
- Uygun tane yapısı elde etmek,
- Malzemeyi sertleştirerek hem servis şartlarına hem de aşınmaya karşı direncini artırmak,
- Tokluğu artırıcı işlemler yaparak, çelikte yüksek çekme dayanımı elde etmek ve yüksek süneklik kazandırmak suretiyle tokluk özelliklerini iyileştirmek.
- İşlenebilirliği iyileştirmek,
- Takım çeliklerinin kesme özelliklerini iyileştirmek,
- Elektrik özelliklerini iyileştirmek,
- Çeliklerde manyetik özellikleri değiştirmek veya düzenlemek.

Çeliklere uygulanan bazı temel ısıl işlemler Şekil 5.37 gösterilmiş ve aşağıda kısaca özetlenmiştir:



Şekil 5.37- *Çeliklere uygulanan çeşitli ısıl işlemlerin Fe-C faz diyagramı üzerinde yaklaşık sıcaklık aralıklarının şematik gösterimi [20].*

Tam Tavlama: Malzemeyi yumuşatmak ve daha kolay deforme edebilmek amacıyla yapılan ısıtma ve daha sonra yavaş soğutma işlemidir. Dayanımda düşme meydana gelir. Tam tavlanmış çeliklerde ısıl işlem sonrası eğme ve kesme işlemleri çok kolay bir şekilde gerçekleştirilebilir. Malzeme, östenit dönüşüm sıcaklığının üzerinde bir sıcaklığa tavlanır ve uygun sıcaklığa ulaşıldıktan sonra yavaş bir şekilde soğutulur. Tam tavlamanın belirgin özelliği, sıcaklığın kritik sıcaklığın üzerine çıkılması ve soğumanın oldukça yavaş (genelde fırında) olarak gerçekleştirilmesidir.

Normalizasyon: Demir alaşımları, dönüşüm sıcaklığı üzerinde bir sıcaklığa çıkartılarak burada kısa bir süre tuttuktan sonra havada östenit dönüşüm sıcaklığının altına soğutulur. Normalizasyonun tam tavlamadan en önemli farkı, soğutma hızının nispeten yüksek olmasıdır. Normalizasyonun en önemli özelliği tane yapısının inceltilmesi ve homojen yapı elde edilmesidir. Tane büyüklüğü önemli ölçüde malzemenin östenitleme bölgesinde bekletilme süresine bağlıdır.

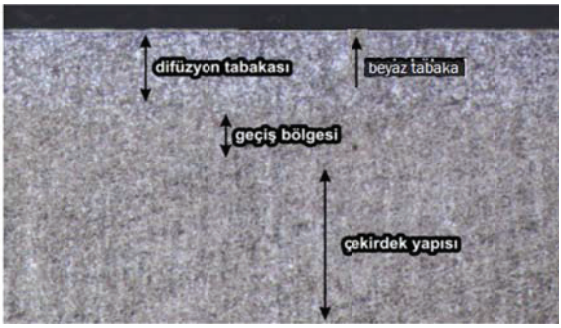
Küçük ve homojen tane yapısı, süneklik ve tokluk gibi mekanik özelliklerde iyileşme sağlar.

Sertleştirme: Demir esaslı malzemelerin en önemli özelliğidir. Demirin allotropik özelliğinden faydalanılır. Malzemede martenzit yapının oluşabilmesi için yapıda yeterli miktarda (C > %0.2) karbon bulunması gereklidir. İşlem, östenit dönüşüm sıcaklığının üzerine tavlanmış çeliğin hızlı bir şekilde soğutulmasıyla oluşur. Çelikler hızlı soğutma için suda, daha yavaş soğutma için yağda (bazı alaşımlı çeliklerde) ve bazı yüksek alaşımlı çelikler için çok daha yavaş soğutma ortamı olan havada soğutulur. Hızlı soğutma ile çelikler sert ve kırılgan olur. Hatta sert bir zemine düştüğünde kırılacak kadar gevrekleşir. Bu problemi ortadan kaldırmak için mutlaka temperleme (menevişleme) yapılır.

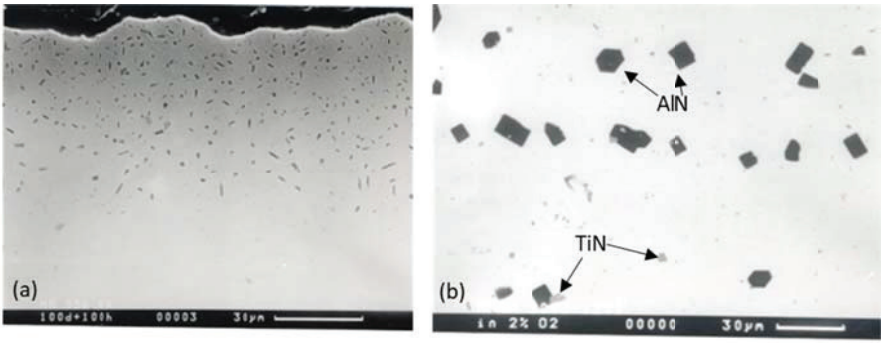
Temperleme: Sertleştirilmiş çeliği, dönüşüm sıcaklığının altında bir sıcaklığa ($T<700^{\circ}C$) tavlayarak o sıcaklıkta belli bir süre tuttuktan sonra oda sıcaklığına soğutma işlemidir. Yapıdaki karbonun bir kısmı difüze olmak suretiyle malzemedeki aşırı stres ve dolayısı ile aşırı sertlik giderilmiş olur ve hem sert, hem de yeterli dayanımda malzeme elde edilir. Aksi belirtilmedikçe temperleme genelde 2 saat süreyle yapılır.

Gerilme Giderme: Soğuk deforme edilmiş çelikler, temperlemede olduğu gibi çeliği dönüşüm sıcaklığının altında bir sıcaklığa tavlayarak özellikle işlem sırasında oluşabilecek kalıntı gerilmeleri, çarpılmaları ve çatlak oluşumunu ortadan kaldırmak için yapılır. Malzemenin dönüşüm sıcaklığı karbon miktarı ve diğer alaşım elementlerine bağlı olarak değişir. Yakın bir zamana kadar dönüşüm sıcaklığı kritik sıcaklık olarak adlandırılmaktaydı.

Nitrürleme: Bir çeşit yüzey sertleştirme işlemi olan nitrürlemede demir esaslı ve azota ilgisi olan alaşım elementi içeren (Cr, Mo, Al, V gibi) malzeme 550-570°C sıcaklıkta azot ihtiva eden bir ortamda tutulmak suretiyle yüzeyde azotça zengin sert bir tabaka oluşturulur. Yüzeyde tekrar bir soğutma veya başka bir işleme gerek yoktur. Nitrürleme işlemi gaz nitrürleme, tuz banyosunda nitrürleme veya plazma nitrürleme şeklinde yapılabilir. Nitrürlenmiş malzemelerin en üstte, azot içeriği en fazla olan "*beyaz (bileşik) tabaka*", altında "*difüzyon tabakası*" ve en altta "*çekirdek bölgesi*" bulunur. Şekil 5.38'de nitrürleme neticesine ortaya çıkan mikro yapı tabakaları görülmektedir. Bazen azot ortamında malzemenin içerisinde azota ilgisi olan alaşım elementlerinin bulunması durumunda yapı içerisinde de nitrürler oluşabilir. Şekil 5.39'da azot ihtiva eden ortamda uzun süre tutulan malzemede oluşan iri ve ince AlN partikülleri görülmektedir.

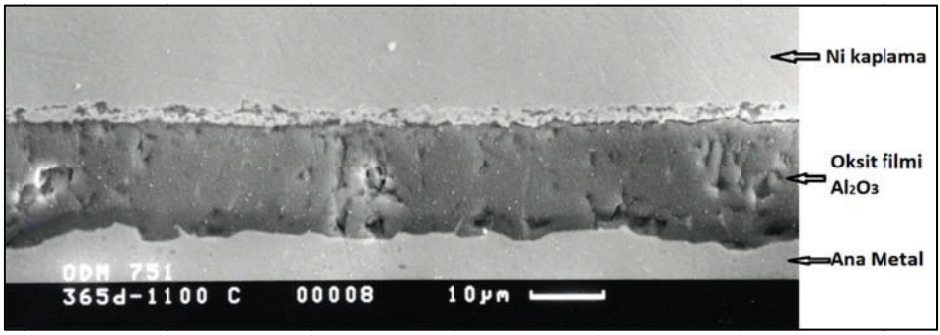


Şekil 5.38- *Nitrürlenmiş çelikte yüzeyden itibaren oluşan nitrürlü tabakalar [21].*

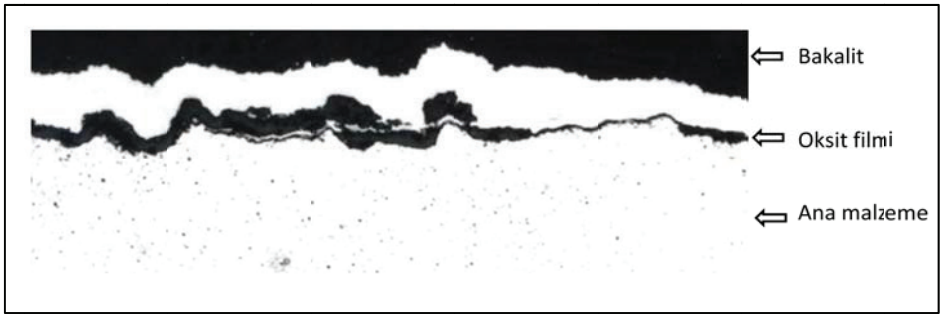


Şekil 5.39- *Kapalı döngü gaz türbini ortamında (%98N_2-%2 O_2) 1200^oC 2500 h tutulan Fe esaslı süperalaşımın yüzeyinin hemen altında oluşan ince dağılmış AlN partikülleri (a) [12]. Aynı malzeme ve aynı ortamda 4800 h sonunda malzemenin iç kısımlarında görülen düzgün kenarlardan oluşan iri AlN ve TiN partiküllerinin görünümü (b) [22].*

Oksitleme: İçerisinde oksitleyici alaşım elementi bulunan malzemeler yüksek sıcaklıkta genelde saf oksijen ortamında belli bir süre bekletilerek yüzeylerinde koruyucu bir film tabakası oluşturulur. Bu tabaka üretim sırasında veya daha sonra uygulanan ısıl işlemle de oluşabilir. Özellikle korozyon direncini artırmada kullanılır. Süper alaşımlarda yaygın olarak kullanılan bir metottur. Alüminyum, krom gibi oksit oluşturan elementlerin malzeme yüzeyinde koruyucu Cr_2O_3 ve Al_2O_3 filmleri oluşturmasında kullanılır. Şekil 5.40'da yüzeyinde koruyucu film oluşturulmuş Fe esaslı bir süper alaşım malzeme ve Şekil 5.41'de yüzey pürüzlülüğünden dolayı yüzey oksit filminin bir kısmı kırılmış malzeme görülmektedir.



Şekil 5.40- *Fe esaslı süper alaşım malzemenin yüzeyinde 1100°C sıcaklıkta 8760 h sonunda büyüyen oksit filmi ve metalografik hazırlık sırasında oksidi koruma amaçlı yapılan Ni kaplama.*



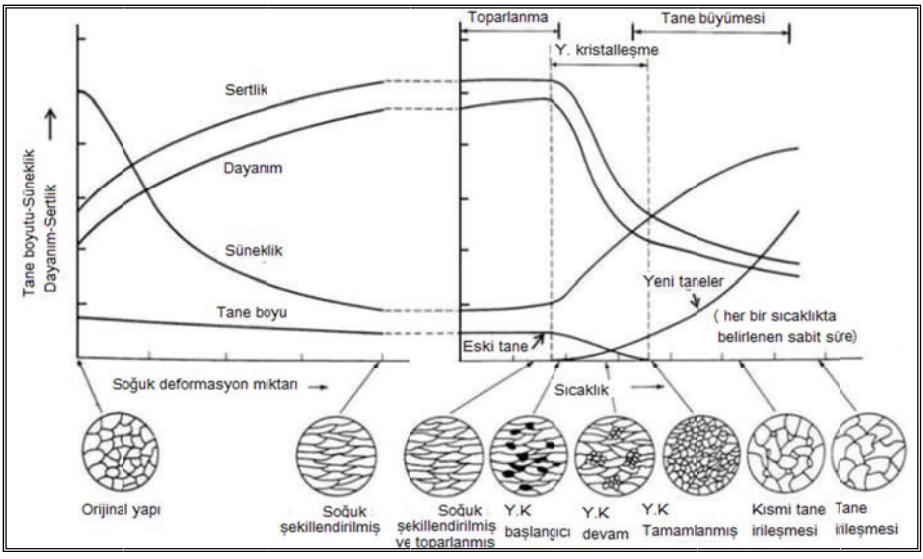
Şekil 5.41- *Yüzeyi bilyalı dövme ile pürüzleştirilen Fe esaslı bir malzemenin yüzeyinde oluşan oksidin görünümü. Oksidin bir kısmı özellikle soğuma sırasında oluşan basma gerilmesi nedeni ile kırılmış ve o bölgeler ortama açık hale gelmiştir.*

Deformasyon, Yeniden Kristalleşme ve Tane İrileşmesi

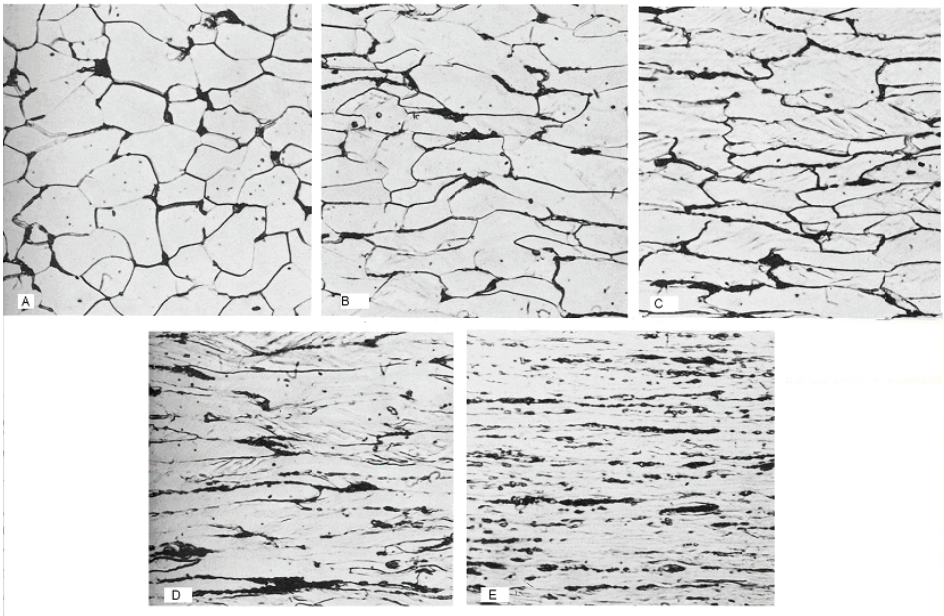
Soğuk deformasyona tabi tutulan ve tane yapısı bozulan metallerde uygun sıcaklıklarda tavlama ile birlikte *toparlanma*, *yeniden kristalleşme* (YK) ve *tane irileşmesi* görülür. Kristal yapılı malzemelerde 0.3-0.5 Tm'den (Tm: malzemenin Kelvin cinsinden ergime derecesi) daha düşük sıcaklıklarda yapılan deformasyon miktarı artıkça noktasal hatalar ve dislokasyon yoğunluğunda artış görülür. Bu sıcaklıklarda yapılan plastik deformasyon işlemleri *soğuk işlemler* olarak adlandırılır. Soğuk deforme edilmiş malzemelerde iç enerji oldukça yüksektir. Yüksek sıcaklıkta tavlanan ve belirli bir süre o sıcaklıklarda tutulan malzemelerde toparlanma ve yeniden kristalleşmeden dolayı iç enerjide azalma görülür. Deformasyondan dolayı oluşan tanelerdeki kırılma, bozulma ve yönlenmede toparlanma görülür. Toparlanma sırasında noktasal hatalar ve dislokasyonlarda düzenlenme olur ancak tane yapısında değişme görülmez. Tavlama işlemi devam ettiği sürece deformasyon sırasında bozulan tane yapısını düzenlemek üzere çekirdekleşme ve YK meydana gelir. Oluşan çekirdeklerin etrafında yeni taneler büyümeye başlar ve ortaya çıkan taneler malzemenin orijinal tane yapısından

daha ince taneli olur. Malzeme YK sıcaklığında uzun süre tutulduğunda ise tane irileşmesi görülür. YK sıcaklığının iyi seçilmesi gereklidir.

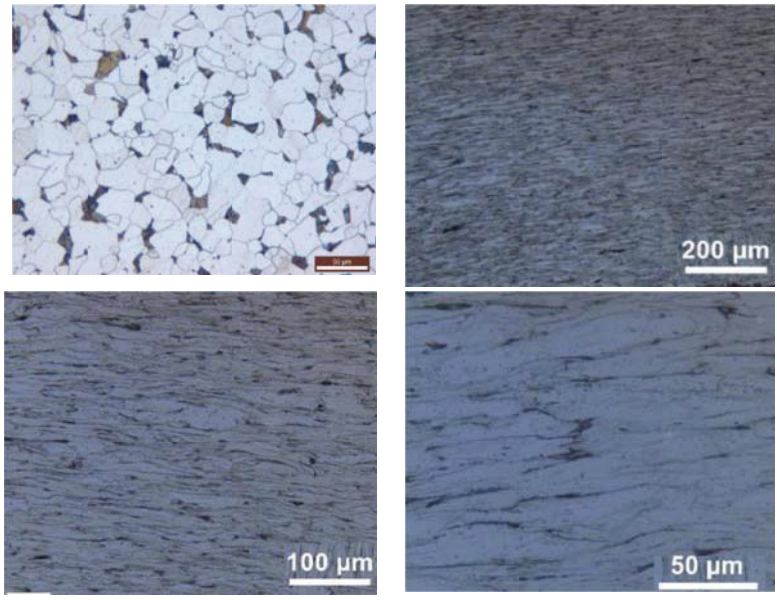
Yeniden kristalleşme sıcaklığı deforme edilmiş tanelerin %95'inin bir saat içerisinde yeniden kristalleştiği sıcaklıktır. Bu sıcaklık malzeme saflığına ve geçirmiş olduğu deformasyon miktarına bağlıdır. Çok saf malzemelerde 0.3 Tm'de YK görülürken alaşımlı malzemelerde bu sıcaklık 0.5-0.6'ya kadar çıkabilir. Bunun sebebi yabancı atomların tane sınır hareketini engellemesinden dolayı tane sınırlarının hareketlerini kısıtlamasındandır. Şekil 5.42'de deformasyon oranına bağlı olarak malzeme özelliklerinde meydana gelen değişimler ve YK aşamalarının şematik olarak gösterilmiştir. Şekil 5.43-Şekil 5.45'te farklı oranda deforme edilmiş yapılarda meydana gelen deformasyon mikro yapıları görülmektedir. Şekil 5.46-Şekil 5.47'de deforme edilmiş malzemelere uygulanan YK ısıl işlemi ile meydana gelen mikro yapısal değişimler ve sürenin uzatılması ile oluşan tane irileşmesi görülmektedir. YK süresi uzadıkça veya tavlama sıcaklığı arttıkça tane irileşmesi meydana gelir. Bu durum pek tercih edilen bir durum olmayıp mekanik özelliklerin düşmesine neden olur. Şekil 5.48'de deformasyon ve sonrasında uygulanan ısıl işleme bağlı olarak tane yapısındaki değişim ile uzun süreli ısıl işlem neticesinde tane irileşmesi görülmektedir.



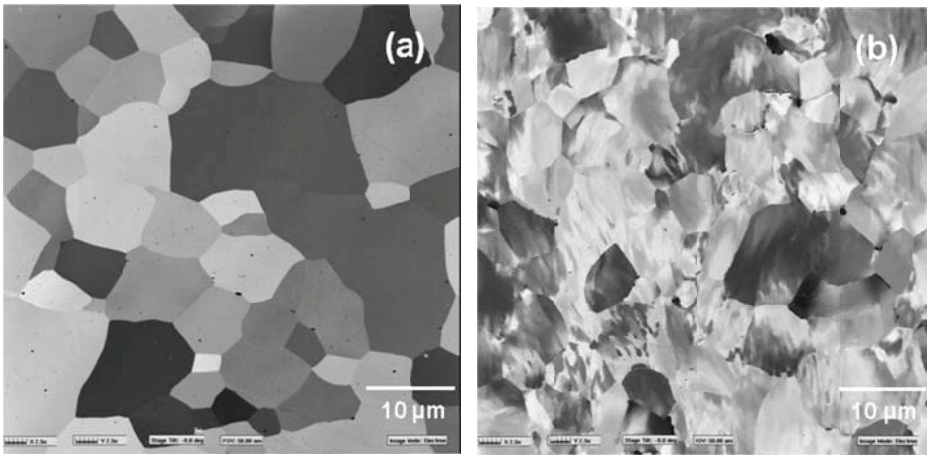
***Şekil 5.42**-Deformasyon oranına bağlı olarak malzeme özelliklerinde meydana gelen değişimler ve yeniden kristalleşme aşamalarının şematik olarak gösterimi [23].*



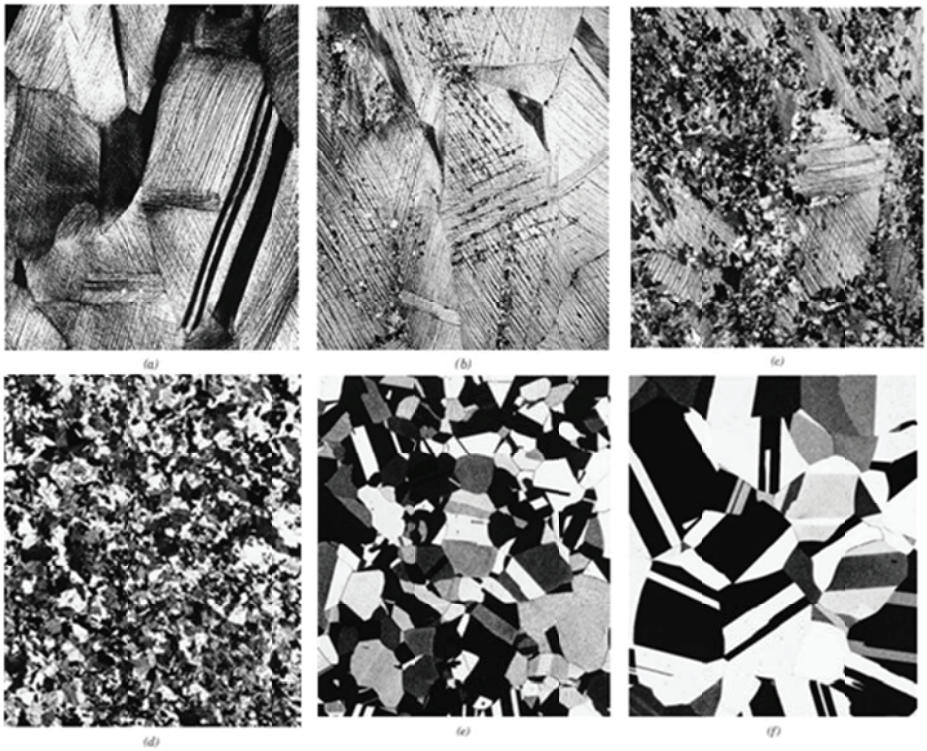
Şekil 5.43- *1008 çeliğinin soğuk haddeleme neticesinde tane yapısında meydana gelen bozulmanın optik mikroskop görünümü. Deformasyon oranları sırası ile %10, %30, %50, %70 ve %90'dır. Dağlama: %4 Nital X 1000 [15].*



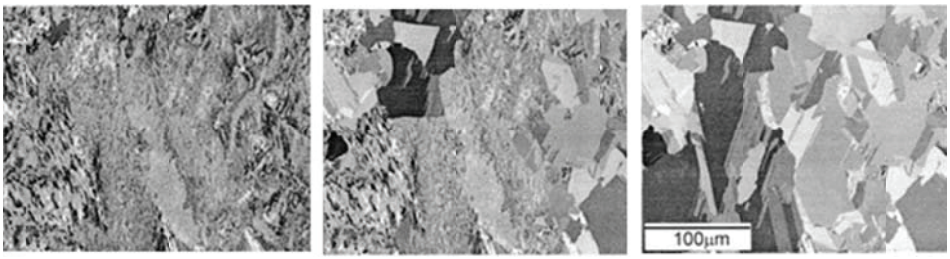
Şekil 5.44- *1020 çeliğinin deformasyonsuz yapısı ve yaklaşık % 60 oranında deforme edilmiş yapılarının farklı büyütme oranlarında deforme olmuş ve yönlenmiş tane yapılarının görünümü.*



Şekil 5.45- *İyon demeti ile hazırlanmış IF çeliğinin (arayer atomu içermeyen) (a) tavlanmış, ve (b) deforme edilmiş yapıların görünümü. Numuneler parlatılmış malzemelerden alınmıştır [24].*



Şekil 5.46- *Pirinçte YK ve tane büyümesi ile ilgili aşamaları gösterir mikro yapı resimleri. (a) %33 soğuk deforme edilmiş yapı, (b) 580^{o}C'de 3 s sonunda YK'nın ilk aşaması, (c) 580^{o}C'de 4 s sonunda soğuk deforme edilmiş yapı ile YK yapının kısmen yer değiştirmesi, (d) 580^{o}C'de 8 s sonunda YK'nın tamamlanması, (e) 580^{o}C'de 15 dk. sonunda tane büyümesi, (f) 700^{o}C'de 10 dk. sonunda tane büyümesi ve ikizlemeler, X75 [2].*

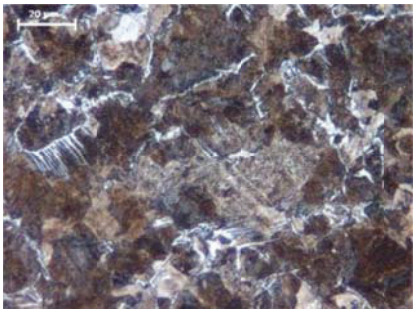


Şekil 5.47-. *In situ tavlama sırasında deforme olmuş bakırın yeniden kristalleşmesinin SEM mikro yapısı [25].*

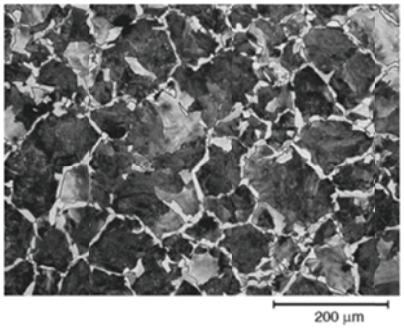


Şekil 5.48- *Kısmi tane irileşmesi görülen tavlanmış (E-Brite-%26 Cr, %1 Mo içeren) ferritik paslanmaz çeliğin mikro yapısı. Dağlama: elektrolitik olarak %60 HNO_3-H_2O [26].*

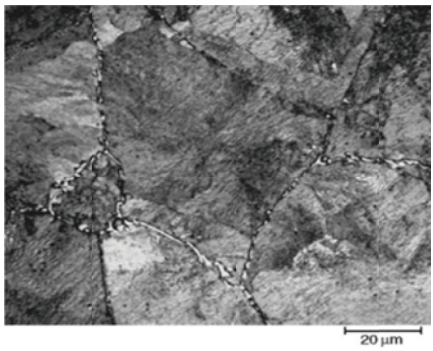
ÇEŞİTLİ ISIL İŞLEM YAPILARI



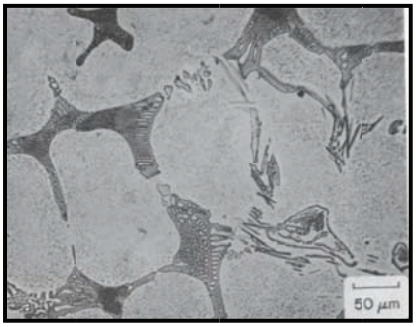
Şekil 5.49- *AISI 1050 çeliğinden imal edilmiş bir milde 830°C'de 2h östenitleme, suda soğutma ve 350°C'de 3h temperleme sonunda oluşan yapı. Merkez, yavaş soğuma neticesinde düşük sertleşme gösterirken, yapıda ağırlıklı olarak ince perlit, iğnemsi (asiküler) perlit, temperlenmiş martenzit (açık kahverengi) ve ince asiküler ferrit (beyaz bölgeler) görülmektedir.*



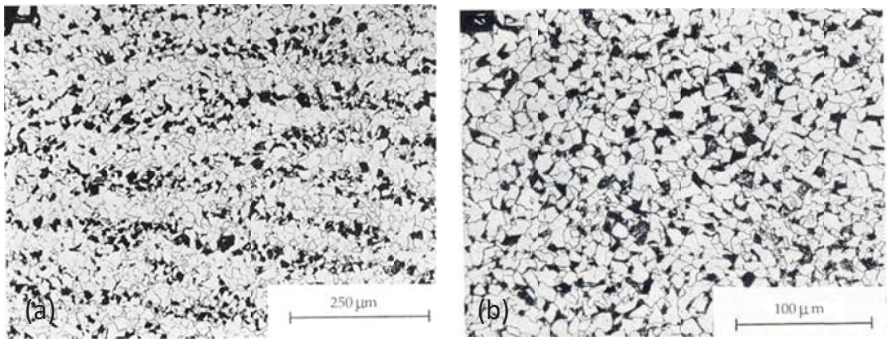
Şekil 5.50- *1045 çeliğinde 850^{o}C'den oda sıcaklığına yavaş soğutulma sonrası perlit tane sınırlarında oluşan ötektoid öncesi ferrit ağı görünümü, X100, Dağlayıcı: Nital [27].*



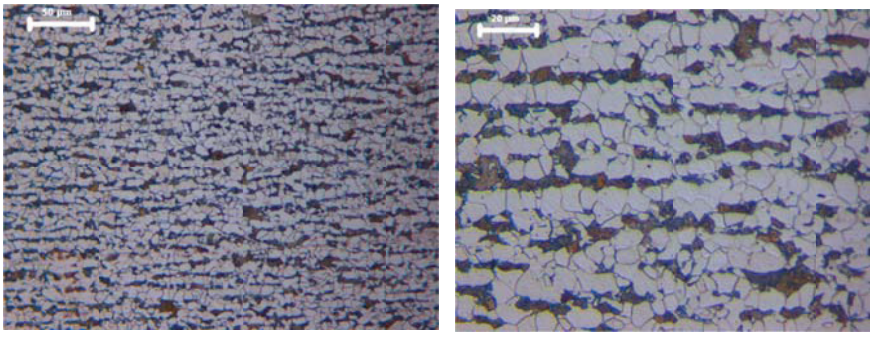
Şekil 5.51- *Ötektoid üstü 1095 çeliğinin 850°C'den oda sıcaklığına soğutulması ile oluşan koyu östenit taneleri ve etrafını saran ince sementit ağı, X500. Dağlayıcı: Nital [27].*



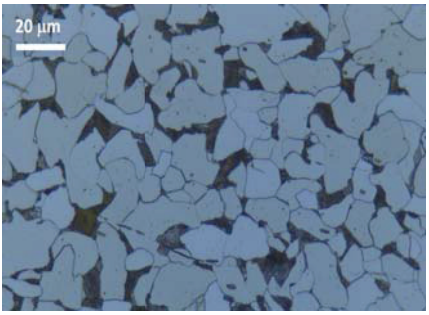
Şekil 5.52- *M2 yüksek hız çeliği içerisinde MC ötektiği, tüy ve balık kılçığı şeklindeki yapılar. Dağlayıcı: $KMnO_4$ [28].*

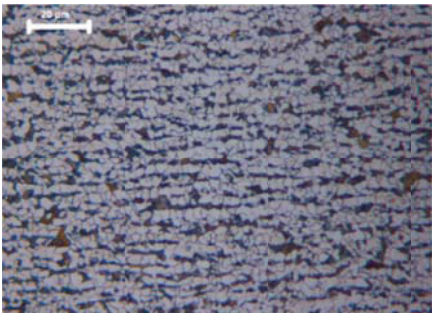


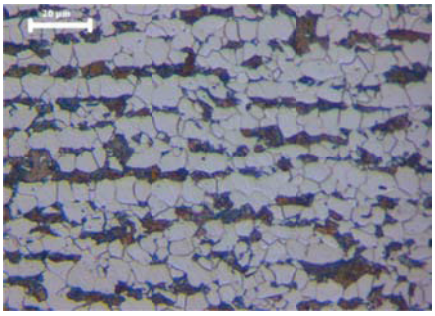
Şekil 5.53- *Termo-mekanik olarak haddelenmiş çelikte (a) yönlenmiş tane yapısı, (b) hızlı soğutulmuş çelikte tane yapısı [29].*



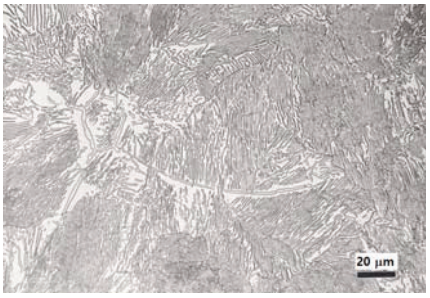
Şekil 5.54-*1030 çeliğinde oluşan bantlı yapının düşük (X200) ve yüksek (X500) büyütmede görünümü.*





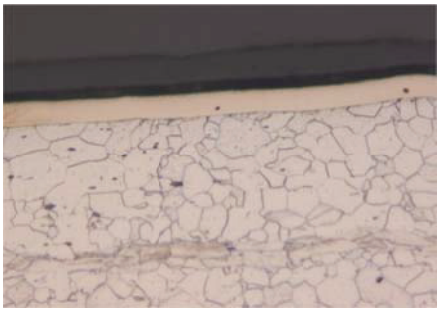


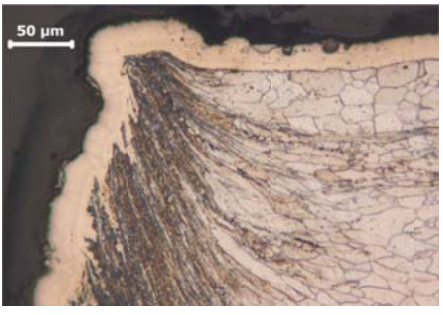
Şekil 5.55- *1040 çeliğinde herhangi bir işleme tabi tutulmayan ve deformasyon işlemi neticesinde oluşan bantlı yapının düşük ve yüksek büyütmede mikro yapı görünümleri.*



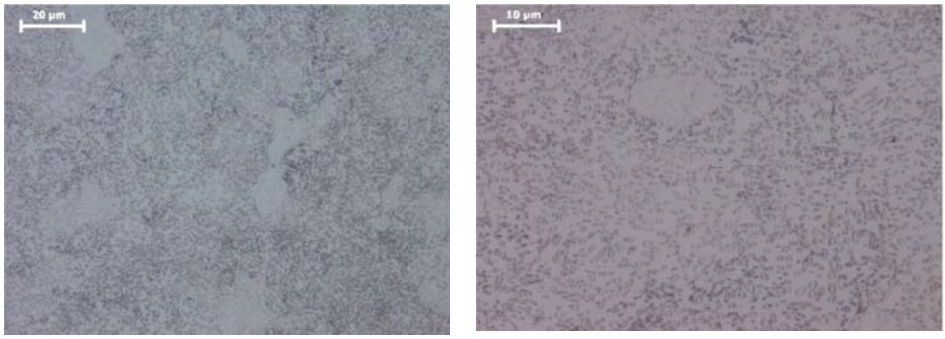


Şekil 5.56- *Sıcak haddelenmiş Fe-%1C alaşımında perlit ve taneler arası ötektoid öncesi sementit yapı. Dağlayıcı: Pikral (solda). Sıcak haddelenmiş Fe-%1.2C alaşımında perlit ve tanelerarası kaba ötektoid öncesi sementit (beyaz) yapı, Dağlayıcı: Pikral (sağda) [1] .*

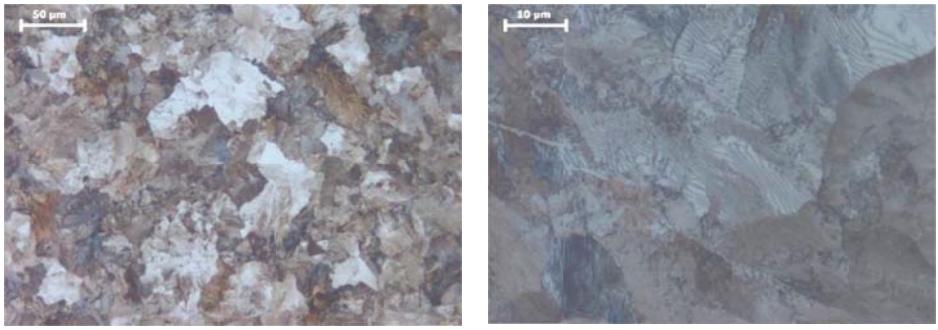




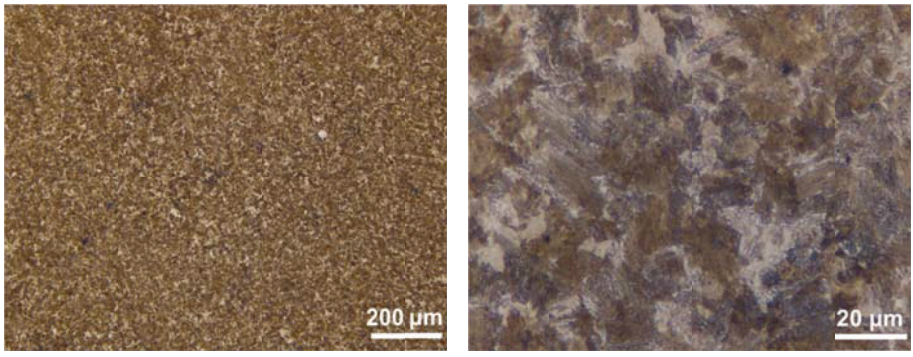
Şekil 5.57- *St37 alaşımın yüzeyinde akımsız nikel kaplama ile oluşan homojen kalınlıkta kaplama (solda) ve numune köşesinde düzensiz kalınlıkta kaplama ve deformasyondan dolayı oluşan tane yönlenmesinin optik mikroskop görünümü.*



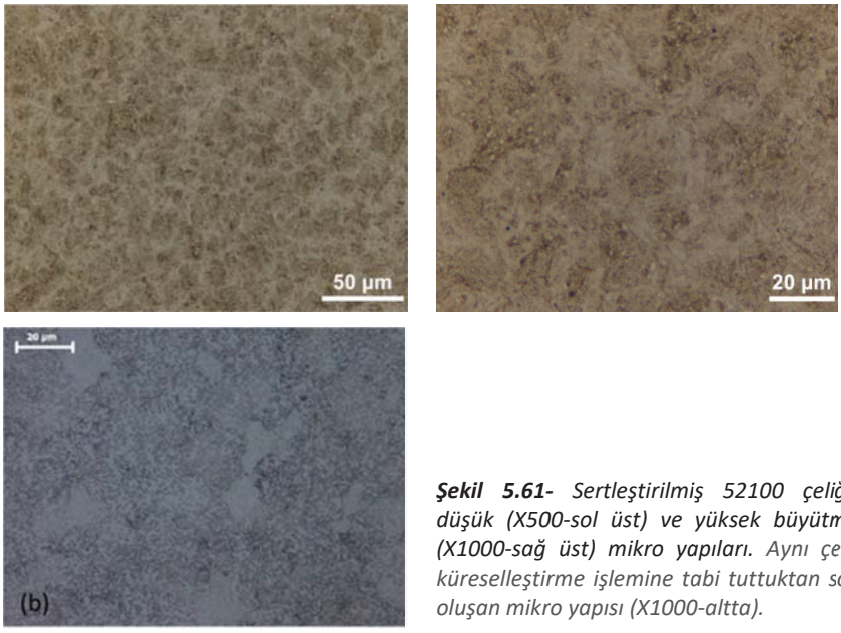
Şekil 5.58- *Küreselleştirilmiş 52100 rulman çeliğinin (0.9-1.05 C, 0.25-0.45 Mn, 0.025 P, 0.015S; 0.15-0.35Si, 0.25 Ni, 1.35-1.60Cr, 0.30 Cu, 0.10 Mo) düşük (X200) ve yüksek (X1000) büyütmede mikro yapıları.*



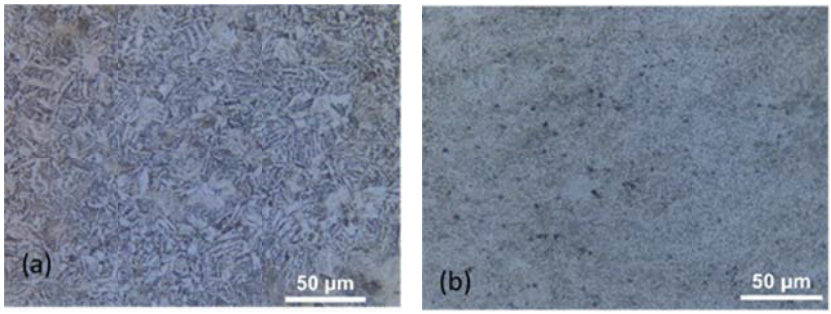
Şekil 5.59- *Isıl işlem uygulanmamış AISI 52100 (100Cr6) rulman çeliğinin mikro yapısı (solda) X200. Aynı malzemenin yüksek büyütmede ağırlıklı olarak lamelli pertlitik yapısı (sağda) X1000.*



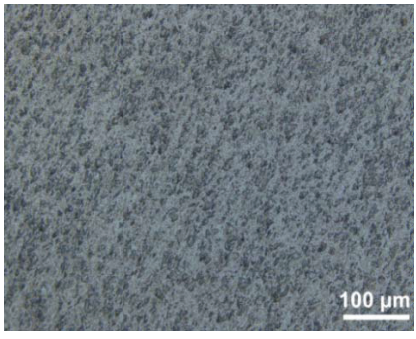
Şekil 5.60- *4140 çeliğinin (Fe, 0.45C, 0.27Si, 0.80Mn, 0.99Cr) düşük ve yüksek büyütmede mikro yapısı.*



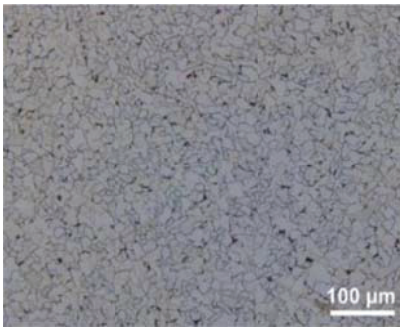
Şekil 5.61- *Sertleştirilmiş 52100 çeliğinin düşük (X500-sol üst) ve yüksek büyütmede (X1000-sağ üst) mikro yapıları. Aynı çeliğin küreselleştirme işlemine tabi tuttuktan sonra oluşan mikro yapısı (X1000-altta).*



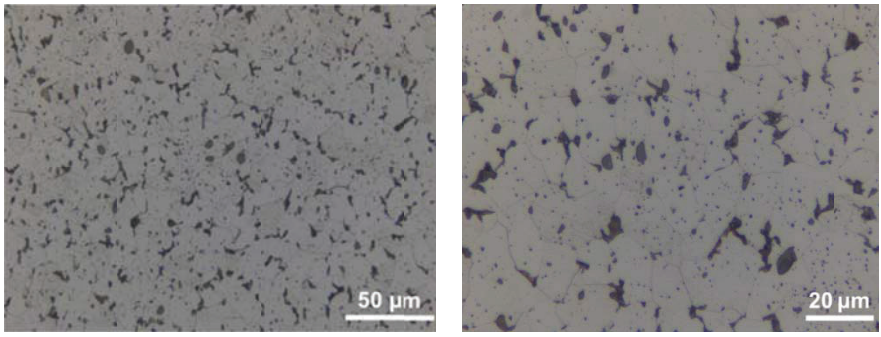
Şekil 5.62- *4140 çeliğinin normalize edilmiş (a) ve küreselleştirilmiş (b) mikro yapısı X 500.*



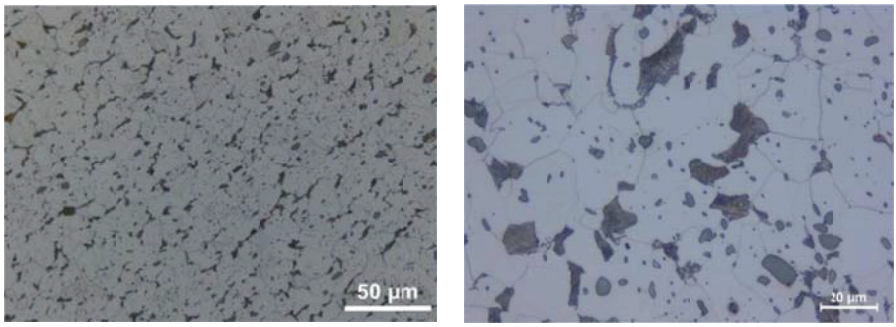
Şekil 5.63- *AS SD-Cr 13 dolgu elektrodunun mikro yapısı. Malzeme ferritik-martenzitik yapıda olup aşınma ve korozyona dirençlidir.*



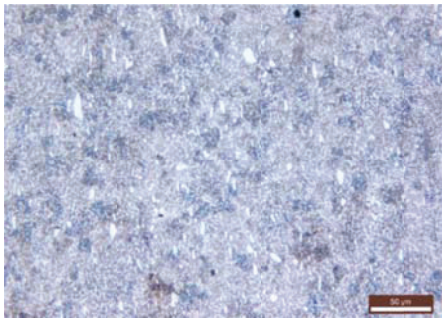
Şekil 5.64*- Haddelenmiş düşük karbonlu çelik numunede haddeye dik yönde mikro yapı X200.*



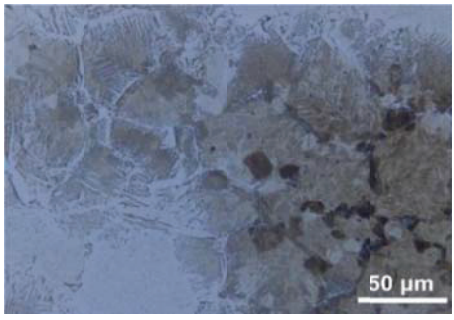
Şekil 5.65- *Yüksek kükürt oranından dolayı iyi işlenebilme özelliğine sahip otomat çeliğinin (0.6-0.7C, 0.15-0.40S, 0.07-0.10P) düşük ve yüksek büyütme mikro yapısı. Yüksek büyütmede yapıda perlit ve ferrit fazlarının yanı sıra nokta halinde inklüzyonlar da dikkat çekmektedir.*



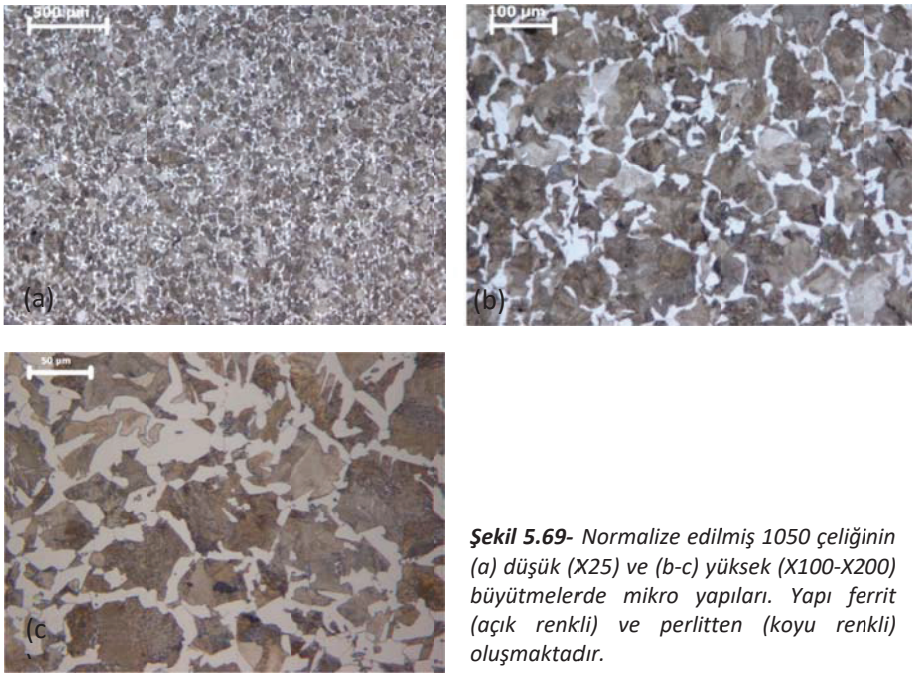
Şekil 5.66- *Otomat çeliğinin düşük (solda-X50) ve yüksek büyütmede (sağda-X500) mikro yapısı. Kükürt kalıntıları yüksek büyütmeli yapıda daha net olarak görülmektedir.* **Otomat çelikleri** *düşük C (%0.07-%0.60) yüksek S (%0.15-%0.40) ve yüksek P (%0.07-0.10) içerir. Mekanik özelliklere olumsuz etkilerine rağmen S ve F'un talaşlı işlem kabiliyetini artırmasından dolayı otomat çeliklerine özellikle ilave edilir ve malzemede metalik kırılganlık sağlayarak, kısa kırılgan talaş oluşumunu sağlar. Bu da işlenebilirliği ve yüzey kalitesini artırır. Bu ilaveler ayrıca yağlama etkisi yaparak, parça dayanımının artmasına ve temiz yüzey elde edilmesine neden olur.*



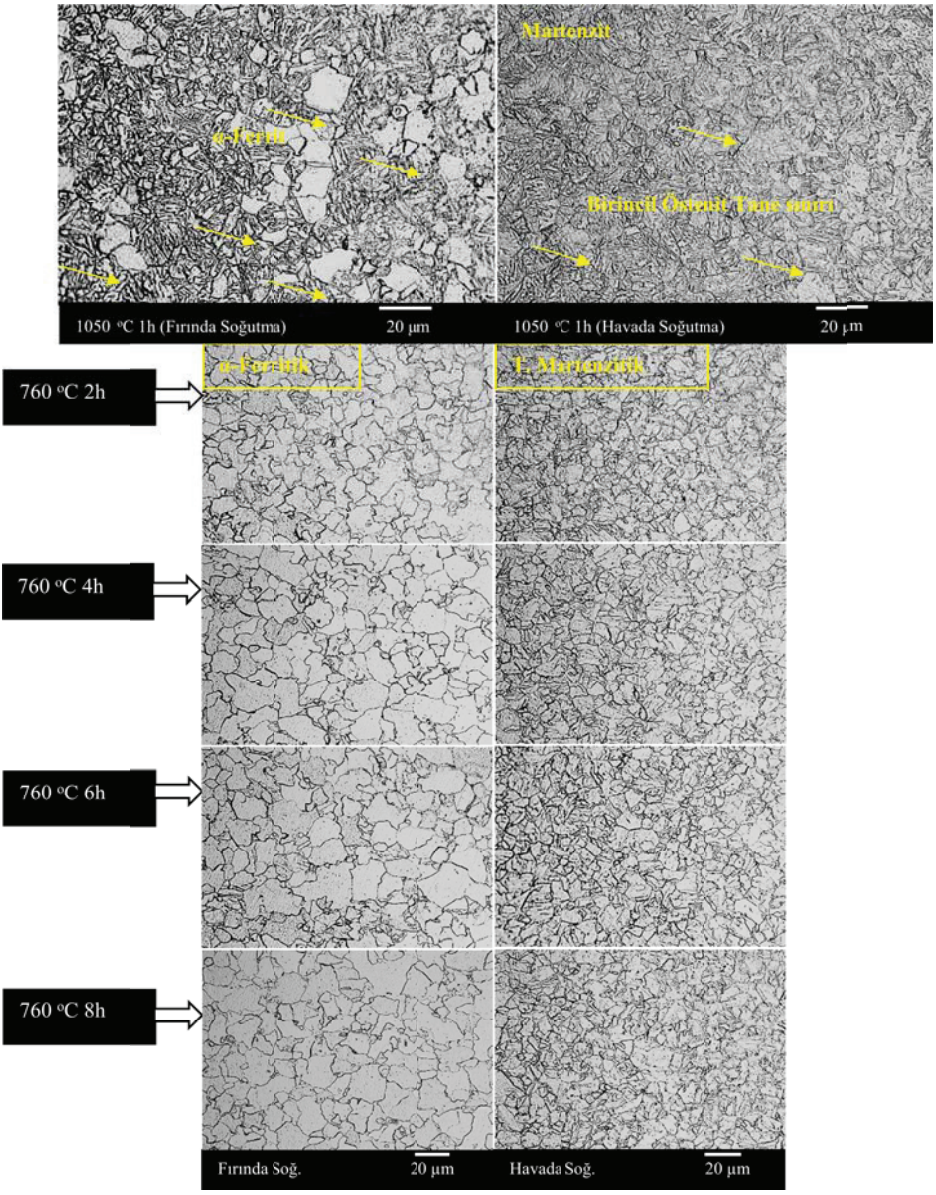
Şekil 5.67- *İşlemsiz 1.2379 (D2) takım çeliğinde beyaz karbür adacıkları. Yüksek C ve Cr içeren malzeme sertleştirilerek yüksek aşınma ve* **tokluk gerektiren ortamlar ile** *kesme ve ezilmeye maruz ortamlarında tercih edilmektedir.*



Şekil 5.68- *Çelik malzemede geniş bir alanda oluşan Widmanstätten yapı (ağırlıklı olarak sol taraftaki bölgede görülmektedir). X500*



Şekil 5.69- *Normalize edilmiş 1050 çeliğinin (a) düşük (X25) ve (b-c) yüksek (X100-X200) büyütmelerde mikro yapıları. Yapı ferrit (açık renkli) ve perlitten (koyu renkli) oluşmaktadır.*



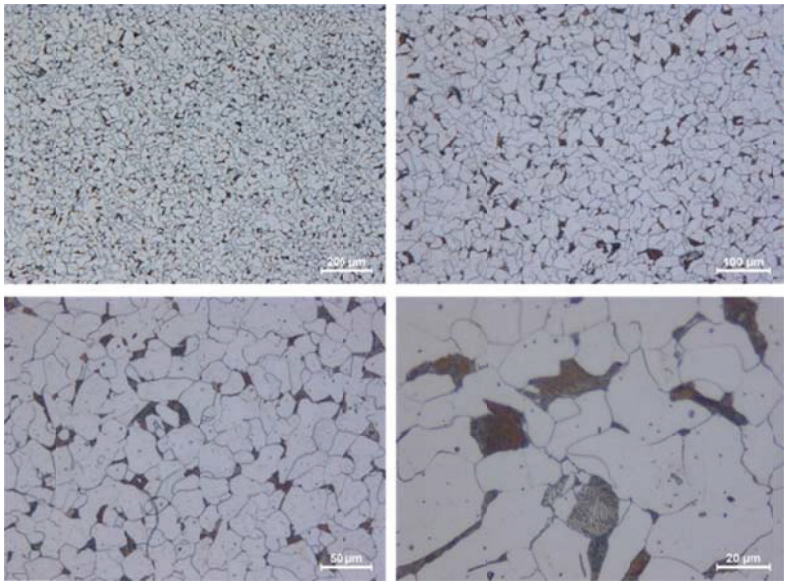
***Şekil 5.70**- P92 yüksek sıcaklık çeliğine uygulanan 1050°C sıcaklıkta normalizasyon ısıl işlemi sonrası havada soğutma ve fırında soğutma neticesinde elde edilen mikroyapılar ile 760°C sıcaklıkta 2-8 h süresince temperleme sonrası elde edilen mikroyapılar [16].*

BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR

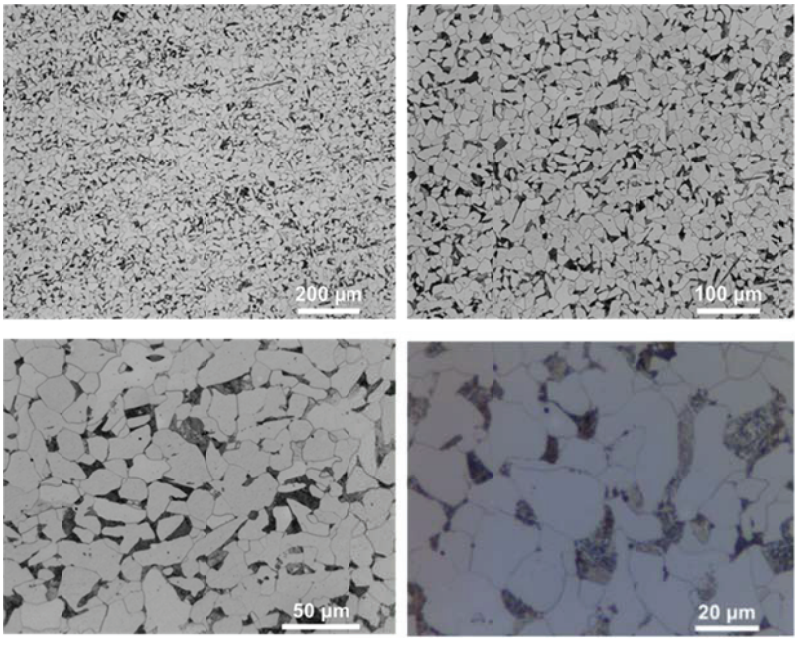
1. *Buehler Seminar Notes, The Microstructure of Ferrous Alloys*. Lake Bluff, IL, USA.
2. Callister Jr, W. D. and G, R. D., *Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Integrated Approach,* John Wiley & Sons, USA, 2008.
3. Vlack, L. H. V., *Elements of Material Science,* Addison-Weslwy Publishing Company, Inc., 1964.
4. Krauss, G., *Steels: Processing, Structure, and Performance,* ASM International, OH, USA, 2015.
5. Pereloma, E. and Edmonds, D. V., *Phase transformations in steels: fundamentals and diffusion-controlled transformations,* Elsevier, USA, 2012.
6. Kabakçı, F., Acarer, M. and Baydoğan, M., *Effect of Co addition on the creep rupture properties of 9Cr-1.8W-xCo weld metals.* Metall Mater Trans A, 2021. 52: p. 129-142.
7. Totten, G. E., *Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies,* CRC press, 2006.
8. Callister, W. D. and Rethwisch, D. G., *Kenal Genel (Çev. Ed.), Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, 8. Baskı,,* Nobel Yayın, 2013.
9. Kalpakjian, S. and Schmid, S. R., *Manufacturing Engineering and Technology,* Prentice-Hall, NJ, USA, 2001.
10. Kutz, M., *Handbook of Materials Selection,* John Wiley & Sons, USA, 2002.
11. Demir, B., *The Effect Of The Annealing Temperature At Austenitic Area On Tensile Properties Of The Rail Road Steel*, in *3. Uluslararsı Raylı Sistemler Mühendisliği Sempozyumu (ISERSE'16)*. 2016: Karabük, Türkiye. p. 587.
12. Turker, M., Cama, H. and Hughes, T., *The performance of ferritic ODS alloys at high temperatures in nitrogen-containing environments.* Corrosion science, 1995. 37(3): p. 413-428.
13. Marder, A. R. and G.Krauss, *The morphology of martensite in iron, carbon alloys.* 1967. 60: p. 651-660.
14. Krauss, G., *Steels: Processing, Structure and Performance,* ASM International, USA, 2005.
15. *Metal Handbooks, Vol. 7, Atlas of Microstructures of Industrial Alloys,* ASM USA, 1972.
16. Kabakçı, F., *T/P92 Çelikleri için Elektrod Örtüsünde Ni/Co İlavesi ile Kaynak Metali Mikroyapı ve Mekanik Özeliklerinin İyileştirilmesi,* Selçuk Üniversitesi, Doktora Tezi, Konya, 2017.
17. Bhadeshia, H. K. D. H., *Bainite in Steels* The University Press of Cambridge, UK, 1992.
18. Verhoeven, J. D., *Steel Metallurgy for the Non-Metallurgist,* ASM International, 2007.
19. Samuels, L. E., *Optical Microscopy of Carbon Steel,* ASM, OH, USA, 1992.
20. Thelning, K. E., *Steel and its Heat Treatment,* Butterworth-Heinemann, Oxford, UK, 1984.
21. https://www.istanbulisil.com/bilgi-sayfalari/nitrurleme-nitrasyon-nedir, [Erişim yılı: 2021].

22. Türker, M., *The Effect of High Temperature Exposure on the Structure and Properties of Ferritic ODS Alloys,* The University of Leeds School of Materials, Ph.D. Thesis, UK, 1993.
23. Kayalı, E. S. and Ensari, C., *Metallerer Plastik Şekil Verme İlke ve Uygulamaları,* İTÜ Ofset Atölyesi, İstanbul, 2000.
24. Maaz, K. E., *The Transmission Electron Microscope Theory and Applications,* InTechOpen, Rijeka, Crotia, 2015.
25. Humphreys, F. J. and Hatherly, M., *Recrystallization and Related Annealing Phenomena,* Elsevier Science Ltd., New York City, NY, USA, 1995.
26. Krauss, G., *Steels: Heat Treatment and Processing Principles,* ASM International, OH, USA, 1993.
27. Verhoeven, J. D., *Steel Metallurgy for the Non.* Metallurgist, 2007.
28. Krauss, G., *Steels: Heat Treatment and Processing Principles,* ASM International, 1990.
29. Svensson, L.-E., *Control of Microstructures and Properties in Steel Arc Welds,* Butterworth&Heinemann, UK, 1994.

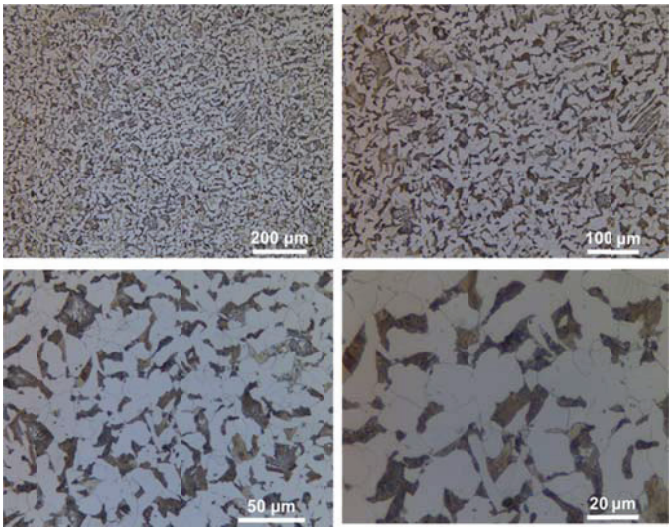
FARKLI KARBON ORANLARINA SAHİP ÇELİKLERDE OPTİK MİKRO YAPILAR



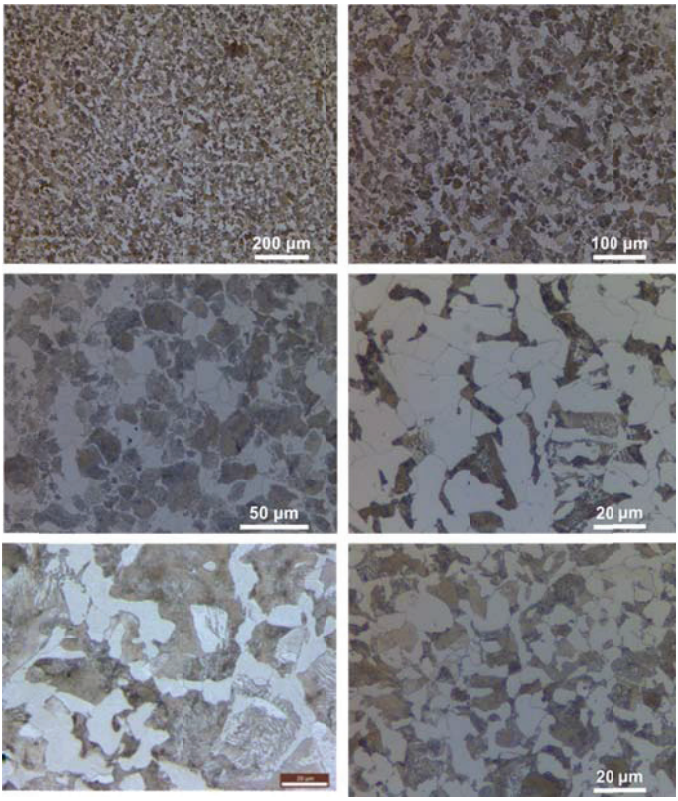
Şekil 5.71- *AISI 1010 çeliğine ait mikro yapıların değişik büyütmelerde görünümleri. Yoğun beyaz bölgeler ferrit, siyah bölgeler ferrit fazını göstermektedir.*



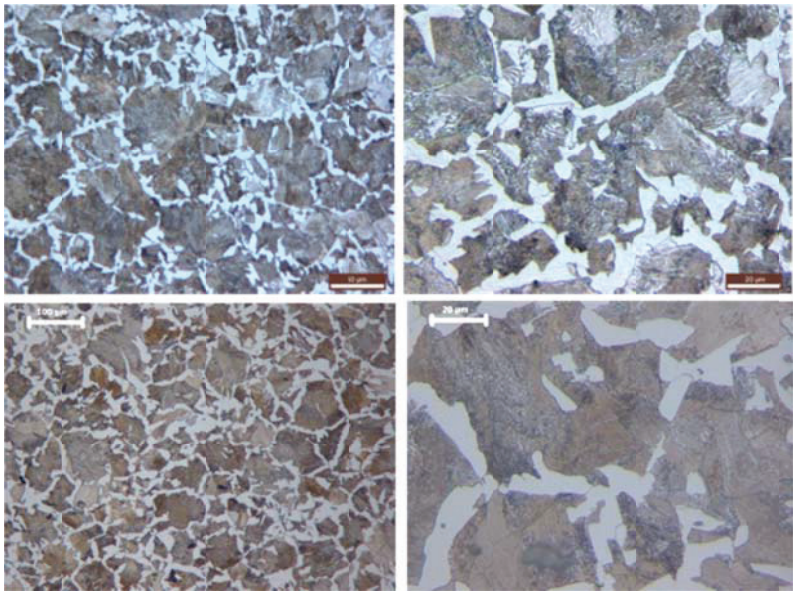
Şekil 5.72- *AISI 1020 çeliğine ait farklı büyütme oranlarında elde edilen mikro yapı resimleri. Ferrit (beyaz) ve perliti (siyah) fazları görülmektedir.*



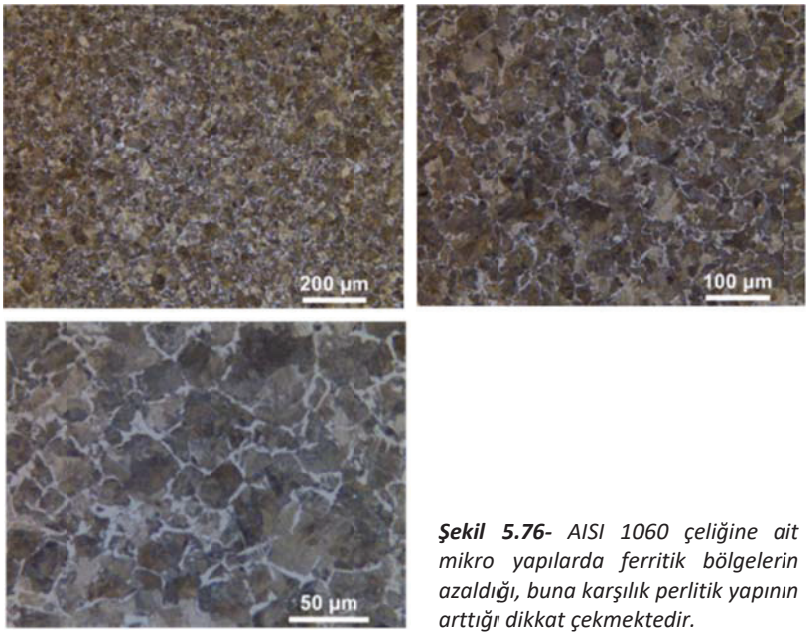
Şekil 5.73- *AISI 1030 çeliğine ait mikro yapılarda ferritik ve perlitik bölgelerin görünümü. Yapıda karbon miktarının artışına bağlı olarak perlitik bölgelerde artış görülmektedir.*



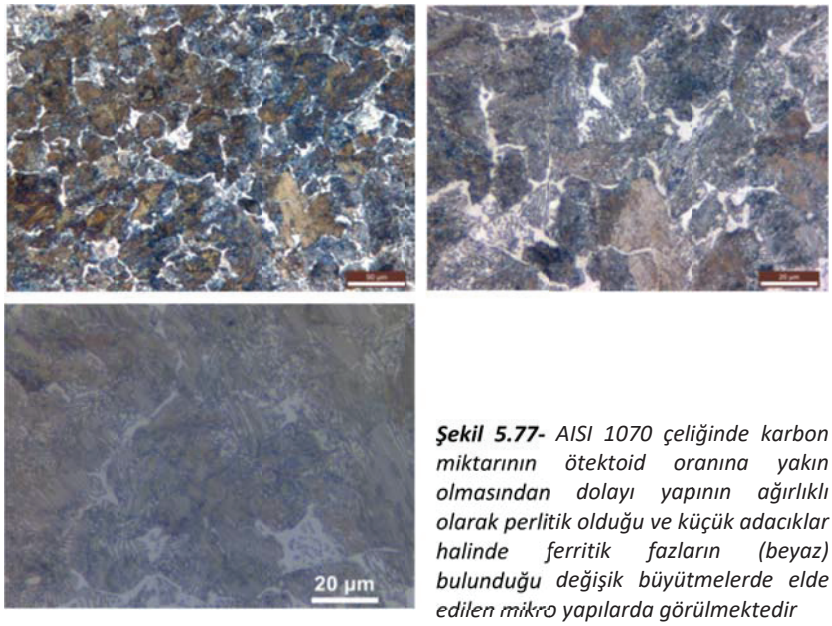
Şekil 5.74- *AISI 1040 çeliğine ait mikro yapıların değişik büyütmelerde görünümü. Düşük karbonlu çeliklerle mukayese edildiğinde yapıda karbon miktarının artışına bağlı olarak perlitik yapının da arttığı ve yüksek büyütmede yapıda perlit lamelleri net olarak görülmektedir.*



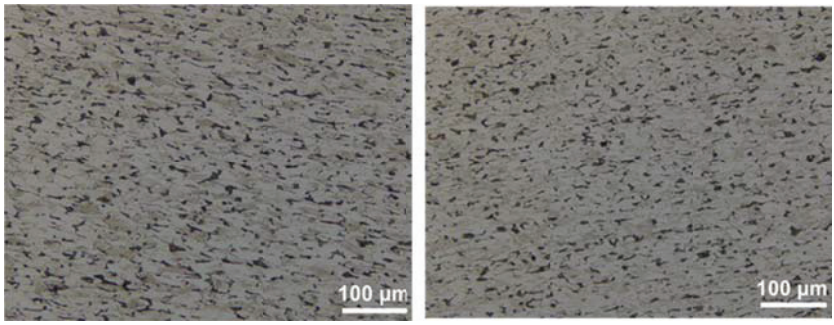
Şekil 5.75- *AISI 1050 çeliğine ait mikro yapıların farklı büyütme oranlarında görünümü.*



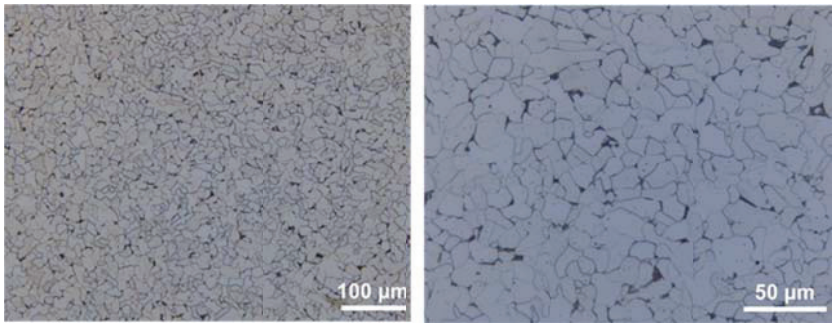
Şekil 5.76- *AISI 1060 çeliğine ait mikro yapılarda ferritik bölgelerin azaldığı, buna karşılık perlitik yapının arttığı dikkat çekmektedir.*



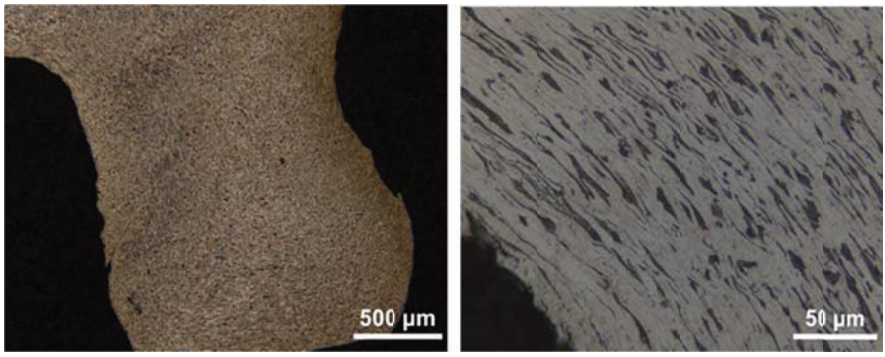
Şekil 5.77- *AISI 1070 çeliğinde karbon miktarının ötektoid oranına yakın olmasından dolayı yapının ağırlıklı olarak perlitik olduğu ve küçük adacıklar halinde ferritik fazların (beyaz) bulunduğu değişik büyütmelerde elde edilen mikro yapılarda görülmektedir*



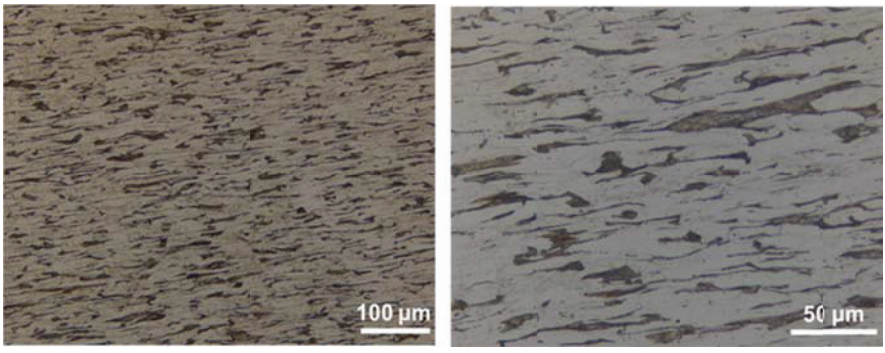
Şekil 5.78- *Deformasyona tabi tutulmuş AISI 1010 çeliğinin deformasyona dik (solda) ve deformasyona paralel yönde (sağda) mikro yapısı X200.*



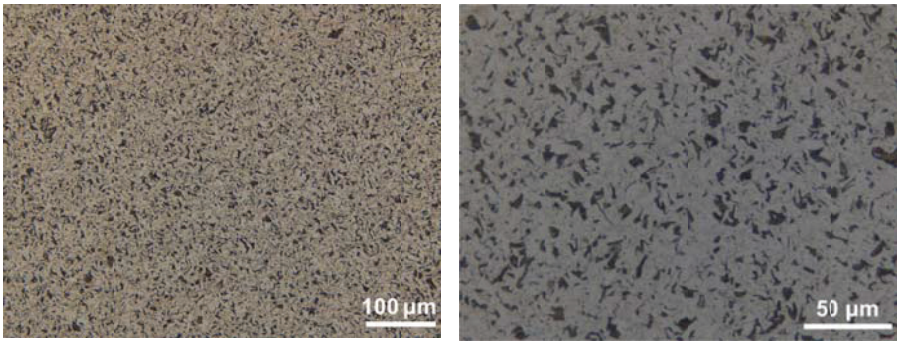
Şekil 5.79- *Düşük karbonlu çelik sac malzemenin haddeye dik yönde ağırlıklı olarak eş eksenli mikro yapısının düşük ve yüksek büyütmede optik mikro yapı görünümü X200.*



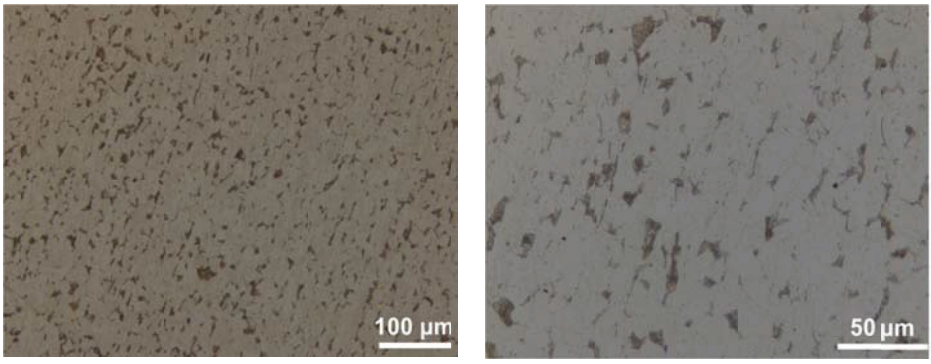
Şekil 5.80- *Düşük karbonlu çelikten imal edilen bir çivinin baş kısmının mikro yapısı (solda-X50) ve aynı malzemenin baş ve gövde kısmı arasındaki kavisli bölgenin daha yüksek büyütmede yapısı (sağda-X500). Yapıda tane yönlenmeleri net bir şekilde görülmektedir.*



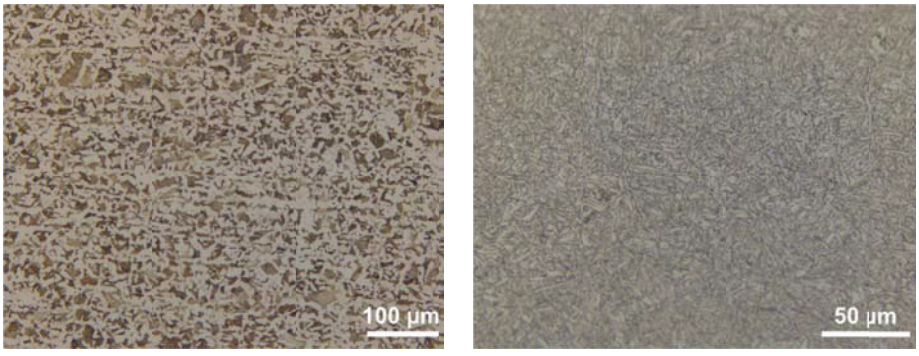
Şekil 5.81- *Çivi gövdesinin haddeye paralel yönde elde edilen mikro yapısının düşük (solda-X200) ve yüksek büyütmede (sağda-X500) görünümü.*



Şekil 5.82- *Çivinin haddeye dik yönde mikro yapısının düşük (solda-X200) ve yüksek büyütmede (sağda-X500) görünümü.*

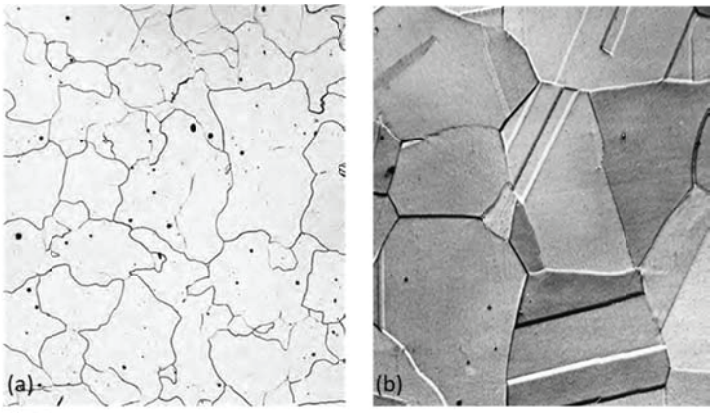


Şekil 5.83- *Kırık bir zincirden alınan, genelde dişli yapımında kullanılan 16 MnCr5 alaşımının düşük (X200-solda) ve yüksek büyütmede (sağda-X500) mikro yapısı.*

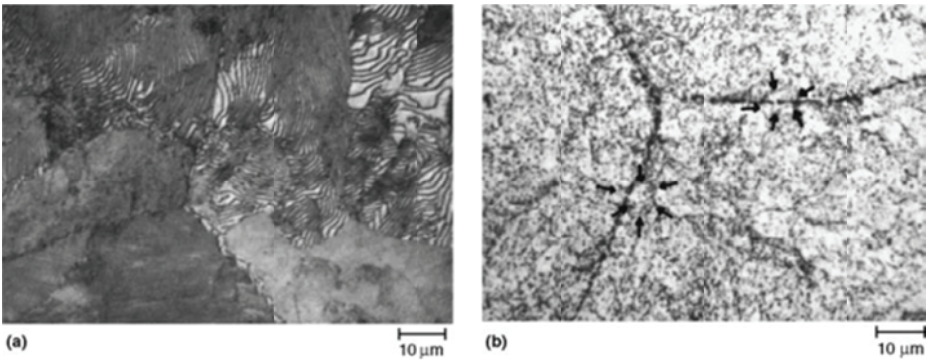


Şekil 5.84-*S420 tipi nervürlü inşaat demirinin (0.45C, 0.005S, 0.005P) haddeye paralel yönde mikro yapısı. Yapıda ferrit ve perlit bantları görülmektedir (solda). Aynı malzemenin 900°C'den hızlı soğutulması ile oluşan ince martenzitik yapının görünümü.*

ÇEŞİTLİ FERRİTİK MALZEMELERE AİT MİKRO YAPILAR



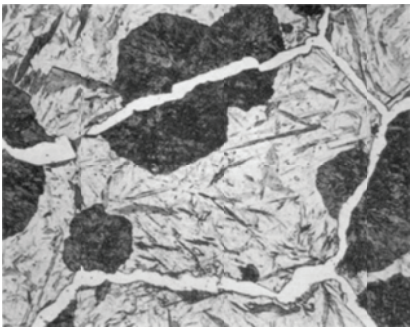
Şekil 5.85- *Ferit (a) ve östenit (b) yapının görünümü. Ferritik yapıda siyah noktalar halinde inklizyonlar görülürken, östenitik yapıda ikizlemeler dikkat çekmektedir [1].*



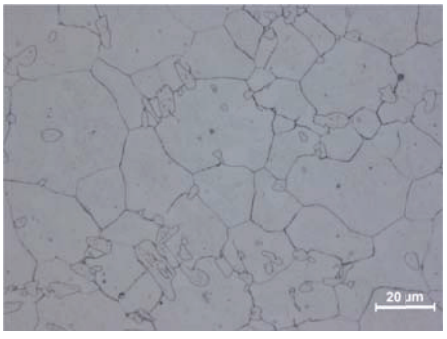
Şekil 5.86-*Normalizasyon ısıl işlemine tabi tutulmuş 52100 çeliğinde perlitik yapıda ötektoid öncesi sementit ağı (a). Sertleştirilmesi için 850°C'de östenitleme sonrası mikro yapıda oluşan kalıntı sementit ağının görünümü (b). Çok ince parçacıklar, perlit içerisindeki sementitin küreselleşmesinden kaynaklanmakta ve yapıda görülen siyah oklar, östenitlenme işlemi sırasında oluşan ince östenit taneleridir. Dağlama: Nital [2].*



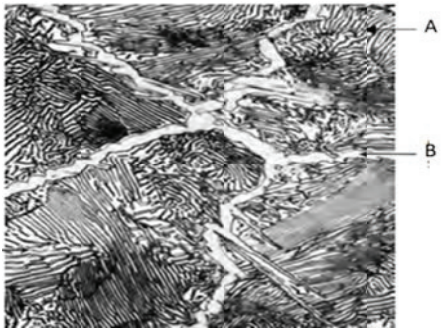
Şekil 5.87- *Sıcak haddelenmiş Fe,1.31C, 0.35Mn, 0.25Si çeliğinin alkali sodyum pikrat ile 90°C'de 60s dağlanması ile tane sınırında ortaya çıkan karbür ağı. Yapıda tane sınırlarında ağ şeklinde sementit yapı görülmektedir. Orijinal yapı X500 [3].*



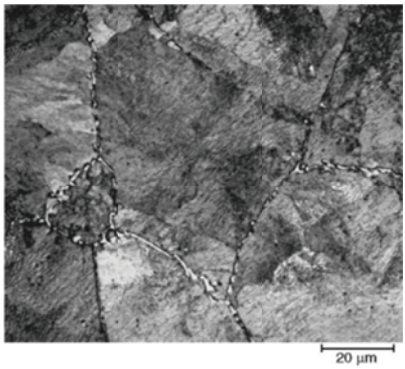
Şekil 5.88- *780°C'de 30 dak. tutulan Fe,1.22C alaşımında tane sınırlarında beyaz hat şeklinde oluşan ötektoid öncesi sementit yapı. Koyu bölgeler perlit kolonileri, diğer bölgeler martenzit ve kalıntı östenittir. Dağlama: Nital, X600 [4].*



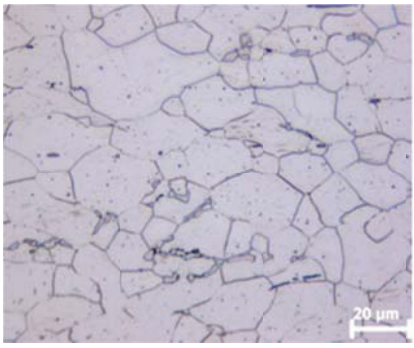
Şekil 5.89- *1150°C'den havada sertleştirilmiş AISI D2 çeliğinde ilk östenit tane sınırları. Dağlama: Vilella, X500 .*



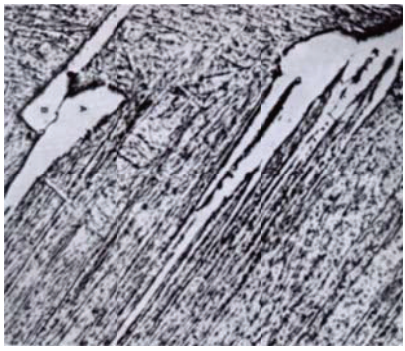
Şekil 5.90- *Ağırlıkça %1.4 C ihtiva eden çelikte perlit kolonileri (A) ve çevreleyen beyaz bir ötektoid öncesi sementit ağından (B) oluşan yapı [5].*



Şekil 5.91- *850°C'den oda sıcaklığına soğutulan ötektoid üstü 1095 çeliğin mikro yapısı. Yapıda koyu östenit taneleri ince sementit taneleri ile çevrelenmiştir. Dağlama: Nital, X500 [6].*



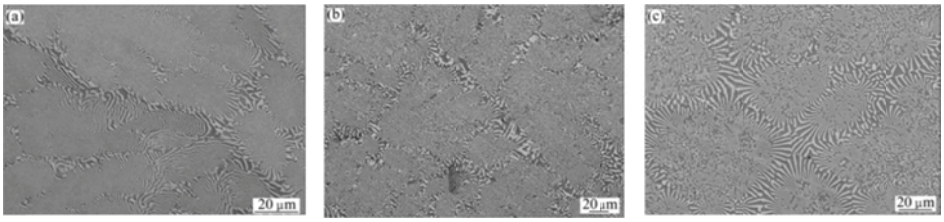
Şekil 5.92- *St-37 çelik malzemeni düzgün tane sınırları ve yoğun inklüzyon (tane içerisindeki siyah noktalar) içeren mikro yapısı.*



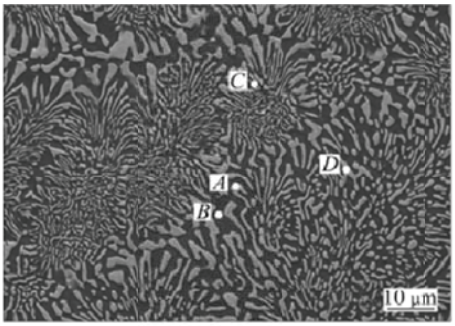
Şekil 5.93- *Su verilmiş Fe,0.2C çeliğinde Widmanstätten kenar plakaları. Tane A ve B, tane sınırı ile ayrılmış, farklı östenit tanelerine doğru büyüme eğilimi göstermiştir, X7500 [7].*



Şekil 5.94- *Hiper ötektoid çelikte perlit ve tane sınırı sementitinin görünümü. Sementit yapı tane sınırlarında açık renkli olarak görülmektedir [7].*

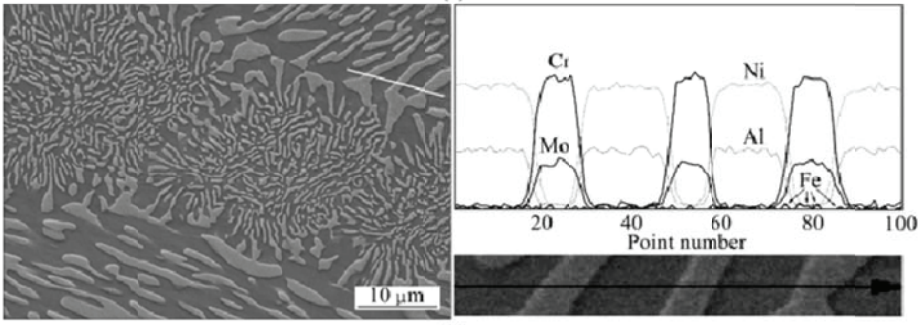


Şekil 5.95- *NiAl-28Cr-6Mo ötektik alaşımının mikro yapısı. (a) Dökümü yapıldığı şekilde enine yönde mikro yapı. (b) Homojenleştirme ısıl işlemi uygulanan enine yönde ve (c) boyuna yönde mikro yapı [8].*



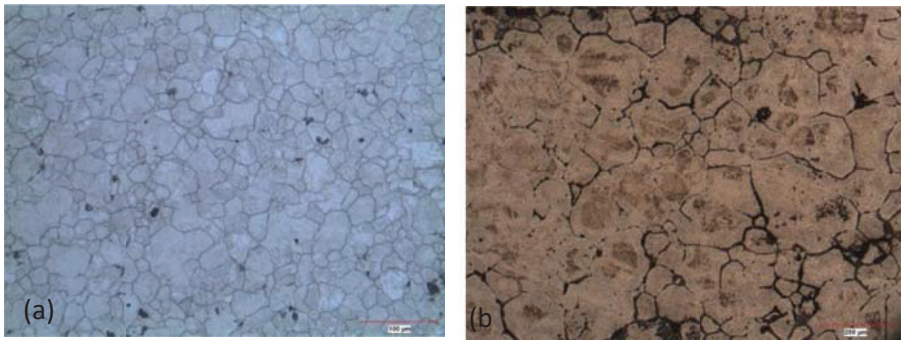
Nokta	Element (% Ağ.)				
	Al	Cr	Fe	Ni	Mo
A	5.38	76.12	0.48	2.89	15.13
B	50.04	2.32	0.41	47.13	0.10
C	49.74	2.51	0.34	47.01	0.40
D	4.97	76.61	0.48	3.64	14.29

(a)

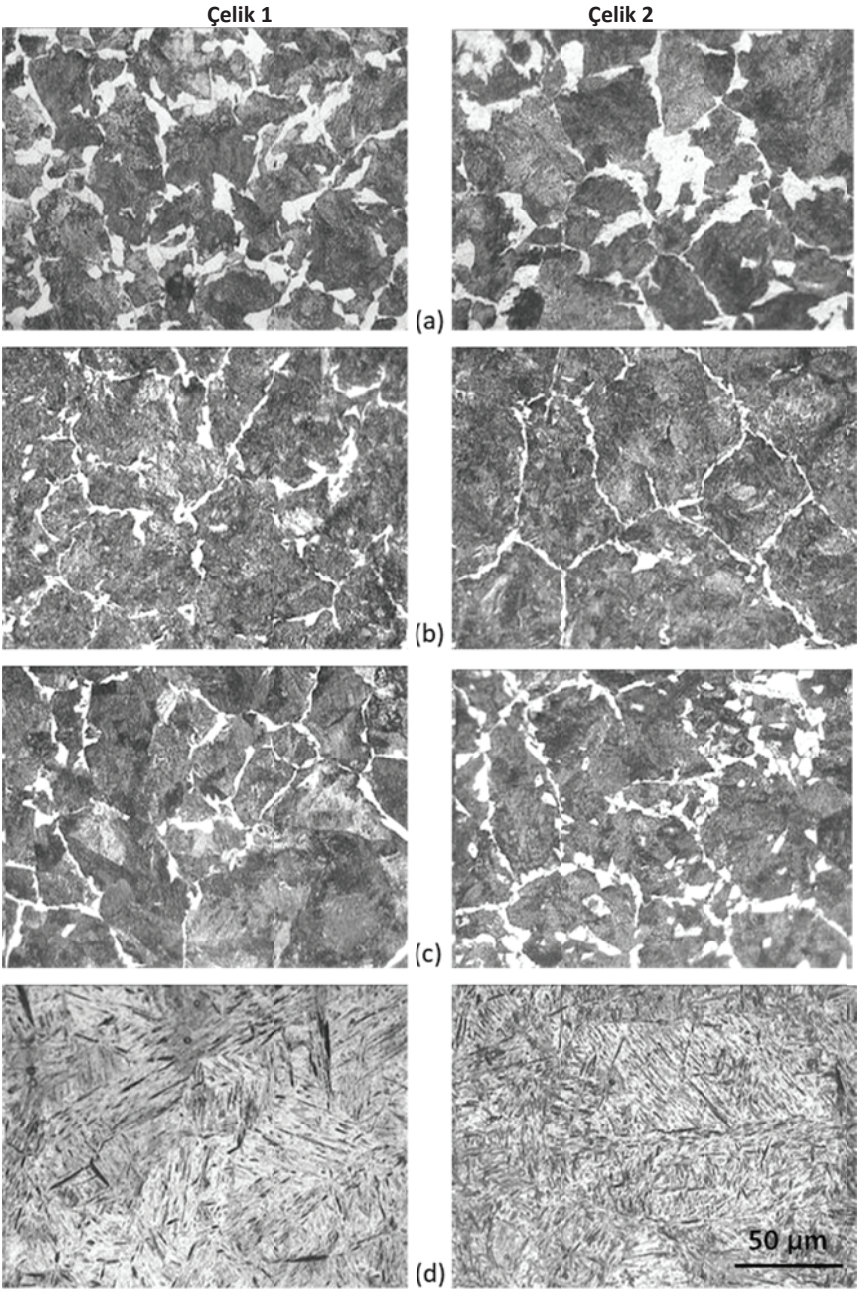


(b)

Şekil 5.96- *% 0.2 Fe içeren NiAl, 28Cr,6Mo ötektik alaşımında SEM mikro yapı ve EDX nokta (a) ve çizgi (b) analizi [8].*



Şekil 5.97- *4 R260 ray çeliğinin farklı sıcaklıklarda 1 h süreyle östenitlenmesi ile elde edilen östenit tane boyut ve mikro yapıları. (a) 1000 °C'de ASTM tane boyutu 7, (b) 1100°C'de ASTM tane boyutu 6 olarak belirlenmiştir [9].*



Şekil 5.98- *Değişik oranlarda V ve Al ihtiva eden orta karbonlu Çelik 1 (0.39C, 0.53Si, 1.27Mn, 0.016P, 0.022S, 0.016Al, 0.0048N) ve Çelik 2 (0.38C, 0.52Si, 1.28Mn, 0.016P, 0.027S,0.08V, 0.007Al, 0.0056 N) olarak adlandırılan mikro alaşım çelikleri 1100°C'de 30 dakika ısıtıldıktan sonra dövülerek %36 oranında deforme edilmiş daha sonra değişik ortamlarda soğutulmuştur. Resimde mikro alaşım çeliklerinin soğutma ortamlarına bağlı olarak elde edilen mikro yapılar görülmektedir. a) işlemsiz, b) kumda, c) havada d) suda soğutma [10].*

BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR

1. Asthana, R., Kumar, A. and Dahotre, N. B., *Materials Processing and Manufacturing Science,* Elsevier, USA, 2006.
2. Nakazawa, K. and Krauss, G., *Microstructure and fracture of 52100 steel.* Metallurgical Transactions A, 1978. 9(5): p. 681-689.
3. Evcil, A., *The Microstructure of Ferrous Alloys*. 2016, Buehler Ltd.
4. Krauss, G., *Steels: Processing, Structure and Performance,* ASM International, USA, 2005.
5. Callister Jr, W. D. and G, R. D., *Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Integrated Approach,* John Wiley & Sons, USA, 2008.
6. Verhoeven, J. D., *Steel Metallurgy for the non-Metallurgist,* ASM International, USA, 2007.
7. Wagoner, G. M. a. R. H., *Steel, Physical Metallurgy of Steel (Lecture Notes),* The Ohio State University, USA 2001.
8. Gungor, A. and Demirtas, H., *Microstructure and mechanical properties of Fe-doped NiAl–28Cr–6Mo eutectic alloys.* Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2016. 26(4): p. 1025-1031.
9. Demir, B., *The Effectof the Annealing Temperature at Austenitic Area on Tensile Properties of the Rail Road Steel*, in *3. Uluslararsı Raylı Sistemler Mühendisliği Sempozyumu (ISERSE'16)*. 2016: Karabük, Türkiye. p. 587.
10. Gündüz, S. and Çapar, A., *Influence of forging and cooling rate on microstructure and properties of medium carbon microalloy forging steel.* Journal of Materials Science, 2006. 41(2): p. 561-564.

PASLANMAZ ÇELİKLER

Demir esaslı alaşımlardan olup özellikle yüksek korozyon direnci nedeni ile ön plana çıkmaktadır. Paslanmaz çelik alaşımlarında en önemli elementlerinden biri Cr (Cr >%12) olmakla beraber Ni ve Mo'de önemli alaşım elementlerindendir. Bu ve diğer alaşım elementleri malzeme özellikleri ve mikro yapısı üzerinde etkilidir. Bu nedenle farklı paslanmaz çelik malzemeler değişik ortamlarda kullanılır. Örneğin; yüksek tokluğa sahip östenitik paslanmaz çelikler, kriyojenik ortamlarda kullanılabildiği gibi yüksek sıcaklıklarda da sürünme direncinin iyi olmasından dolayı tercih edilir. Östenitik paslanmaz çelikler genelde korozif ortamlar için tercih edilir. Ancak 310 paslanmaz çelik gibi bazı alaşımlar yüksek sıcaklıklarda (650^{o}C'ye kadar) tercih edilir. Martenzitik paslanmaz çelikler yüksek sertlik ve dayanıma sahip olduklarından bıçak ve kalıp yapımında kullanıldığı gibi yüksek dayanım gerektiren uzay araçlarında da tercih edilirler.

Yaygın olarak kullanılan paslanmaz çelikler Çizelge 6.1'de verilmiştir. 200 ve 300 serisi paslanmaz çelikler östenitik Cr-Ni alaşımları olup, östenitik yapı Ni ilavesi ile elde edilmektedir. Tane sınırlarında çökelen krom karbür problemini ortadan kaldırmak ve taneleraras korozyonu engellemek için yapı içeresindeki karbon miktarı %0.3'ün altında tutulur (304 L) veya alaşıma kuvvetli karbür yapıcı Ti (321 alaşımı), Nb, Ta (347 alaşımı) gibi alaşım elementleri ilave edilir. Bu alaşım elementlerinin karbona ilgisi fazladır. Dolayısıyla C ile reaksiyona bunlar girerek Cr'un reaksiyonunu engellenmek suretiyle östenitik paslanmaz çelikte Cr için kritik seviye olan %12'den aşağı düşmesine engel olurlar. Böylece taneleraras korozyon engellenmiş olur. Benzer şekilde düşük karbonlu çeliklerde de tane sınırlarında Cr ile reaksiyona girecek yeterli miktarda C olmadığı için Cr kritik seviyenin altına düşmemektedir.

200 serisi paslanmaz çelikler de östenitiktir, ancak yapıda Ni ile beraber Mn ve N bulunur. Fiyatları düşüktür. Östenitik yapıyı yüksek sıcaklıklarda muhafaza eder ve malzeme klasik su verme ile sertleştirmeye karşı duyarsızdır. Bu çelik kaliteleri için tam tavlama, soğutma, gerilme giderme, yüzey sertleştirme ve nitrürleme gibi ısıl işlemler uygulanır.

Martenzitik paslanmaz çelikler esas olarak Cr ihtiva ederler. Ancak Cr miktarı östenitik paslanmaz çeliklere oranla düşüktür. Yüksek sıcaklıkta östenit oluşur ve hızlı soğutma ile oda sıcaklığına yakın sıcaklıkta martenzite dönüşür. Östenitik paslanmaz çeliklerle beraber bu çelik tipi, çatal-bıçak takımı yapımında kullanılır. Ni miktarı düşüktür (maks. %2.5). Korozyon direnci östenitik çeliklerden hatta bazen ferritik çeliklerden dahi düşüktür. Bu alaşımlar sadece su verme ile sertleştirilmez, aynı zamanda %0.4'ten az C içeren paslanmaz çeliklerde

nitrürleme ile yüzey sertliği elde edilir. 403 tipi paslanmaz çeliklerde 40 HRc'ye kadar sertlik elde edilebilir ve bu alaşımlar türbin uygulamalarında kullanılır.

Ferritik paslanmaz çelikler (400 serisi) daha ucuzdur. Korozyon dirençleri östenitik çeliklerden daha düşük, martenzitik çeliklerden daha yüksektir. Yapı tamamen ferritiktir ve yüksek sıcaklıklarda dahi bu yapı korunur. Östenitik çeliklerde olduğu gibi bu malzemede sertleşme klasik yöntem olan ısıtma ve su verme ile gerçekleşmez. Düşük sıcaklıklara tavlayıp soğuk deformasyonla dayanım kazanırlar. 404 tipi çelikten daha yüksek Cr ihtiva eden 446 tip paslanmaz çelikler, ferritik çelikler grubundadır. 405 tipi paslanmaz çelikler düşük miktarda C içerir ve Al ilavesi, düşük Cr miktarına rağmen martenzit oluşumunu engeller. 430 tipi paslanmaz çelik %17 Cr içerir ve herhangi bir sıcaklıkta östenit oluşumu engellenir. Bu alaşım sadece soğuk deformasyon ile sertleştirilebilir.

Çökelme sertleşmesi uygulanan paslanmaz çelikler, 600 serisidir. Korozyon dirençleri kendi içlerinde farklılık göstermesine karşın östenitik paslanmaz çeliklerinkine yakındır. 44 HRc sertliğe kadar sertleştirilebilirler. Çökelme sertleşmesi işlemi, demir dışı alaşımlara uygulanan işlemlere benzer. Çözelti ısıl işlemi, hızlı soğutma ve daha sonra düşük sıcaklıkta yaşlandırma işlemini kapsar.

Korozyon dirençli döküm alaşımları, kimyasal bileşim ve özellikler bakımından biçimlendirilebilen paslanmaz çeliklerin özelliklerine benzer. Biçimlendirilebilen alaşımlardan kimyasal bileşim farkı, bazen sadece iyi dökülebilirlik içindir. Bunlardan başka henüz kısa gösterimi olmayan standart dışı çelikler de mevcuttur. Çizelge 6.1'de gösterilen çelikler çökelti sertleşmesi uygulanabilen paslanmaz çeliklerdir.

Dubleks paslanmaz çelikler birbirlerine yakın oranlarda ferrit ve östenitik yapı elde etmek için alaşımlandırılmış ve işleme tabi tutulmuş çeliklerdir. Al 2205 (0.02C, 22.0Cr, 5.5Ni, 3.0Mo ve 0.15N), 7-Mo Plus alaşımı (0.02C, 26.0Cr, 4.7Ni, 1.4Mo ve 0.20N), ferralium 255 alaşımı (<0.08C, 25.5Cr, 5.5Ni, 3Mo ve >0.1N, 1.3-1.4Cu), DPI (<0.03C, 18.5Cr, 4.75Ni, 2.75Mo), ve U 45 (<0.03C, 22.0Cr, 5.75Ni, 3Mo ve <0.2N) alaşımları dubleks paslanmaz çeliklerdendir ve genelde %17-30Cr, %3-13Ni ihtiva eder. Yüksek Cr ve düşük Ni ferrit dengeleyici kompozisyonudur. Yapıda bulunan Mo ise ferrit dengeleyicidir. Bu alaşımlar yüksek Cr ve Mo ihtiva eder ve bu nedenle çok iyi oyuk korozyon direnci, sülfürlenme ve klorlu ortamlarda gerilme korozyon direnci gösterir. Yapı ferrit ve östenitten oluşur. Miktarları sıcaklığa bağlı olarak değişir. Östenit solvus sıcaklığının üzerinde bir sıcaklıktan havada soğutma ile yapıda Widmanstätten veya asikular yapı oluşabilir. Yüksek alaşımlı dubleks yapılı çeliğin dağlama ile tane yapılarının ortaya çıkarılması zordur. Bu nedenle çoğu mikro yapı resminde iki fazın da tane sınırlarını tam görmek mümkün olmamaktadır.

Mikro yapılar

Çoğu yüksek sıcaklık paslanmaz alaşımları esas bileşen olarak Fe ihtiva eder ve yapı ferrit, östenit ve karbür fazlarından oluşur. Tavlanmış durumdaki östenitik yapı metalurjist için zor bir fazdır. Parlatma sırasında yüzeyde akma meydana gelir ve çiziklerin civarında bölgesel dönüşümler veya akmanın yoğun olduğu bölgelerde ciddi yapısal değişmeler meydana gelir. Bu nedenle elektrolitik parlatma veya bir keçe üzerinde vibrasyonlu parlatma yüzey kusurlarını en aza indirmek ve yapıda değişimi mümkün olduğunca azaltmak için tercih edilir. Paslanmaz çeliğin korozyon direnci yüksektir. Dağlayıcı (örneğin Nital) ise yüzeyin oksitlenmesine ve yüzeyin pasifleşmesine sebep olur. Bu nedenle yaygın olarak Glyceregia kullanılır. Bu dağlayıcı bir birim HNO_3, 2 birim HCl ve 3 birim gliserinden oluşur. Dağlama %10 oksalik asit kullanılarak elektrolitik olarak da yapılabilir.

Paslanmaz çeliklerde ısıl işlemler

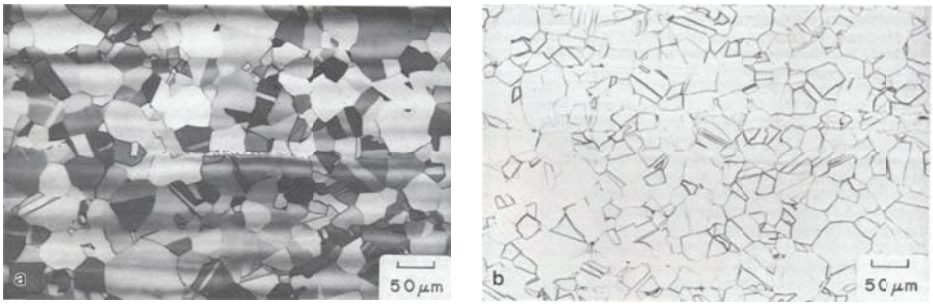
Östenitik paslanmaz çelikler karbon çeliklerinden farklı olarak ısıl işleme tabi tutulur. Tavlama sıcaklığından yavaş soğutma bu tür çelikler için tercih edilmez. Isıl işlem sırasında yaklaşık $1035^{o}C$ $(FeCr)_4C$ fazı çözündürülmeli ve daha sonra östenit tane sınırlarında karbür çökelmesini engellemek için havada veya suda hızlı soğutulmalıdır.

Standart olmayan bir grup paslanmaz çelikte hem korozyon direnci hem de yüksek dayanım aynı anda görülür. Bu grupta bazı ferritik ve östenitik paslanmaz çelikler mevcuttur. Bunlardan en önemli ikisi 17-4PH ve 17-7PH çeliklerdir. 17-4PH çelikleri östenitten düşük karbonlu martenzite dönüşür ve daha sonra çökelti sertleşmesi ile dayanım kazanır. 17-7PH çelikleri ise yarı östenitik alaşım olarak bilinir ve çökelti sertleşmeli martenzitik yapıyı elde etmek için daha karmaşık ısıl işleme ihtiyaç duyulur. Buna benzer özellikte 15-7PH alaşımları geliştirilmiş ve bu alaşımda Ni miktarı düşürülmüş, östenit kararlılığı da azalmıştır. Yapıya ilave edilen Al ve Ti, uyumlu çökeltiler oluşturmayı sağlamaktadırlar.

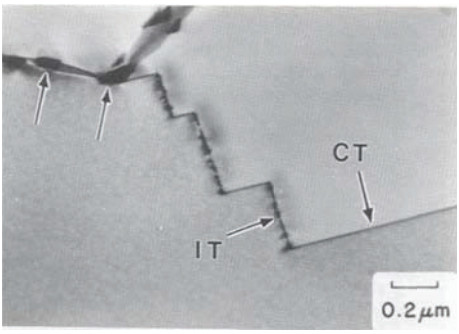
17-7PH çeliğinin anma bileşimi %0.07C, 17Cr, 7Ni, 1Al'dir. Alaşım $1065^{o}C$'de çözelti ısıl işlemine tabi tutulup hızlı soğutulduğunda yapıda %5-20 δ ferrit oluşur. Ferrit oluşumu yapıda bulunan Al'den kaynaklanmaktadır. Çünkü Al ferrit oluşturucudur. Tavlanmış durumda alaşım çok yumuşak ve kolay şekillendirilebilir durumdadır. 301 kalite gibi, 17-7PH paslanmaz çelik de düşük Ni muhtevasından dolayı soğuk işlemle hızlı bir şekilde sertleşir. Bu çeliğinin en önemli özelliği hiç şüphesiz ısıl işlemle sertleştirilebilmesidir. Şekil 6.1-6.23'te çeşitli paslanmaz çelik malzemelere ait mikro yapı resimleri verilmiştir.

Çizelge 6.1- *Paslanmaz çelik kimyasal bileşimleri [1].*

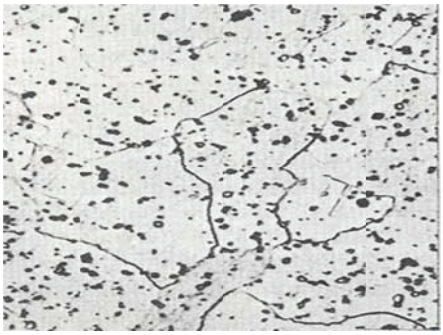
AISI tipi	C	Mn	Cr	Ni	Diğer
				Östenitik	
201	0.15 maks	7.5	16-18	3.5-5.5	% 0.25 N maks
202	0.15 maks	10.0	17-19	4.0-6.0	% 0.25 N maks
301	0.15 maks	2.0	16-18	6-8	
302	0.15 maks	2.0	17-19	8-10	
304	0.08 maks	2.0	18-20	8-12	
304L	0.03 maks	2.0	18-20	8-12	
309	0.20 maks	2.0	22-24	12-15	
310	0.25 maks	2.0	24-26	19-22	
316	0.08 maks	2.0	16-18	10-14	% 2-3 Mo
316L	0.03 maks	2.0	16-18	10-14	% 2-3 Mo
321	0.08 maks	2.0	17-19	9-12	(5 x % C) Ti min
347	0.08 maks	2.0	17-19	9-13	(10 x % C) Nb-Ta min
				Martenzitik	
403	0.15 maks	1.0	11.5-13		
410	0.15 maks	1.0	11.5-13		
416	0.15 maks	1.2	12-14		
420	0.15 maks	1.0	12-14		%0.15 S min
431	0.20 maks	1.0	15-17	1.2-2.5	
440A	0.60-0.75	1.0	16-18		% 0.75 Mo maks
440B	0.75-0.95	1.0	16-18		% 0.75 Mo maks
440C	0.95-1.20	1.0	16-18		%0.75 Mo maks
				Ferritik	
405	0.08 maks	1.0	11.5-14.5		0.1-0.3 Al
430	0.15 maks	1.0	14-18		
446	0.20 maks	1.5	23-27		
				Çökelti sertleştirilebilen	
17.4PH	0.04	0.4	16.50	4.25	%0.25 Nb, % 3.6 Cu
17-7PH	0.07	0.7	17.0	7.0	%1.15 Al



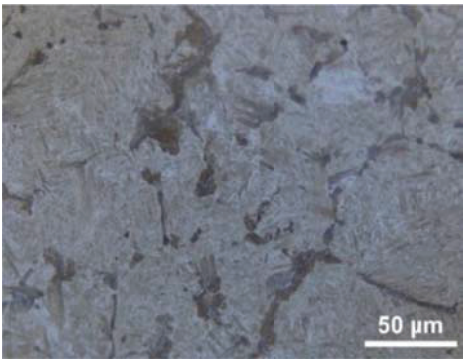
Şekil 6.1-*Tavlanmış 316L tipi paslanmaz çeliğin farklı dağlayıcılarla elde edilen tane yapısı. a) %20 HCl, %2 NH_4FHF, %0.8 PMP ile, b) susuz Kallings çözeltisi ile dağlanmış [2].*



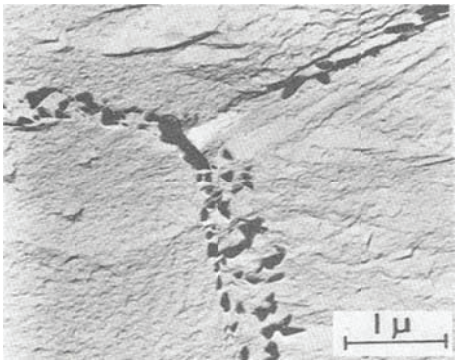
Şekil 6.2- *304 tipi paslanmaz çelikte tane sınırlarında krom karbür çökeltileri. Sol üst köşede okla gösterilen bölgelerde yüksek açılı tane sınırlarında oluşmuş büyük karbürlerdir. Şekildeki IT ve CT sırasıyla uyumsuz ve uyumlu ikiz tane sınırlarını göstermektedir [2].*



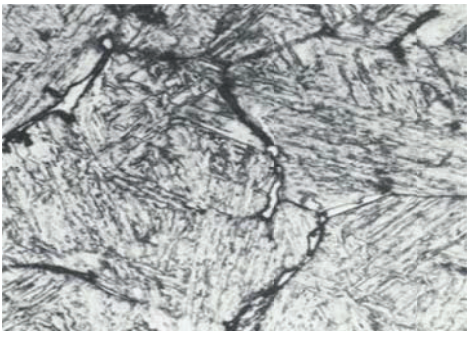
Şekil 6.3- *Sıcak hadde 430 tipi paslanmaz çelik (18Cr, 0.09C), 790°C'de tavlanıp havada soğutulmuştur. Yapı ferritik olup $(CrFe)_4C$ tipi karbür (yuvarlakımsı) içermektedir. Siyah nokta şeklinde örüntüler oksitlerdir. X1000, Glyceregia [1].*



Şekil 6.4- *İçerisinde perlitik fazları da ihtiva eden ağırlıklı olarak martenzitik paslanmaz çeliğin mikro yapısı X500.*



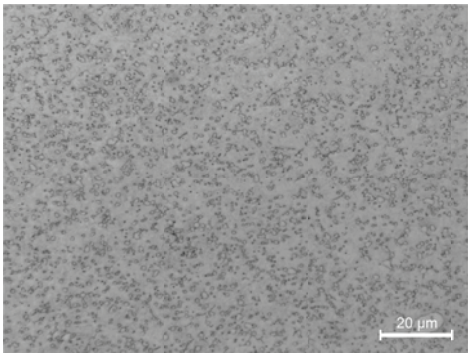
Şekil 6.5- *13Cr-Ni paslanmaz çelikte 680°C sıcaklıkta 8h sonunda tane sınırlarında $Cr_{23}C_6$ çökeltilerinin TEM görünümü [3].*



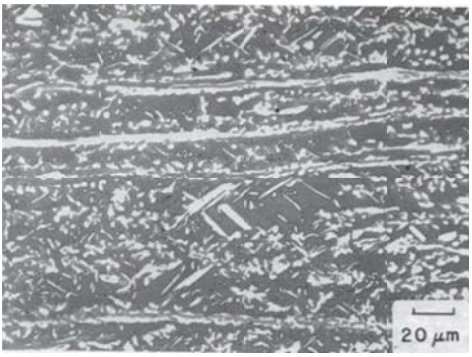
Şekil 6.6- *CA-6NM döküm paslanmaz çeliğin yavaş soğutma ile oluşan mikro yapısı. Düşük karbonlu martenzitik matriste tane sınırlarında krom karbür (koyu renkli) ve ferrit fazları görülmektedir. Dağlama: Vilella, X200 [4].*



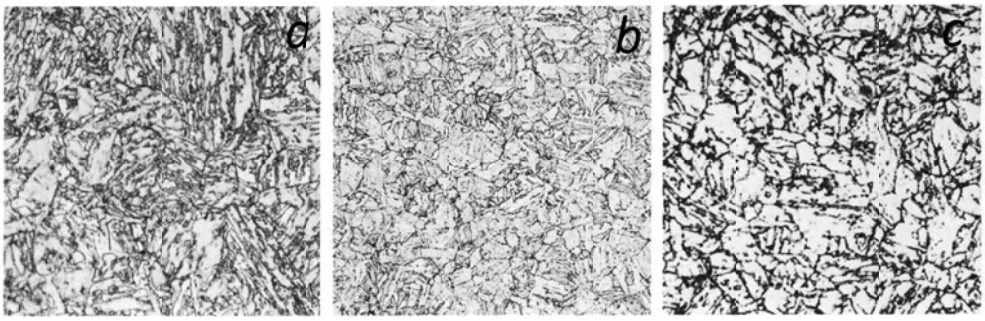
Şekil 6.7- *928-1010°C'den yağda sertleştirilip 566°C'de temperlenmiş 416 tipi martenzitik çelik. Temperlenmiş martenzit matriste sıralı halde MnS (koyu renkli) ve blok halinde ferritler (açık renkli) görülmektedir. Dağlama:Vilella X500 [4].*



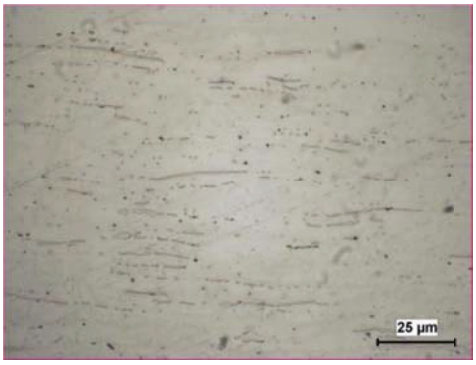
Şekil 6.8- *Martenzitik paslanmaz çeliğin (T7 bıçak çeliği) mikro yapısı, Dağlama: Villella çözeltisi, X1000.*



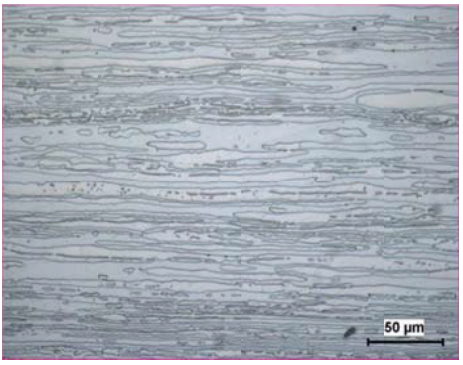
Şekil 6.9- *Dubleks paslanmaz çelikte gri fazlar perlit, beyaz fazlar östenittir. Dağlama: Elektrolitik %20 NaOH çözeltisi [2].*



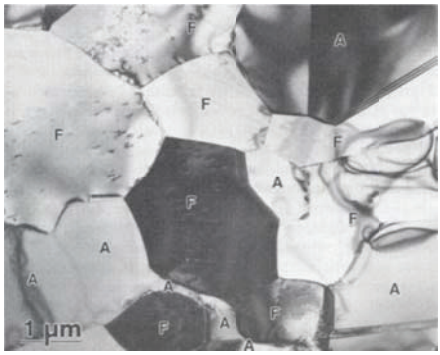
Şekil 6.10- *(a) PH13-8Mo çökelti sertleştirilmiş paslanmaz çelik (475 HV), çözeltiye alınmış ve yaşlandırılmış. Mikro yapı temperlenmiş martenzittir. Dağlama: Fry çözeltisi. X1000, (b) 17-4PH çökelti sertleştirilmiş paslanmaz çelik, çözeltiye alınmış ve yaşlandırılmış. Mikro yapı temperlenmiş martenzittir (δ-ferrit yok). Dağlama: Fry çözeltisi. X200, c) Özel 450 sertleştirilmiş paslanmaz çelik (360 HV), çözeltiye alınmış ve yaşlandırılmış (H1050 temperi). Mikro yapı temperlenmiş martenzittir. Dağlama: Fry çözeltisi. X1000 [5].*



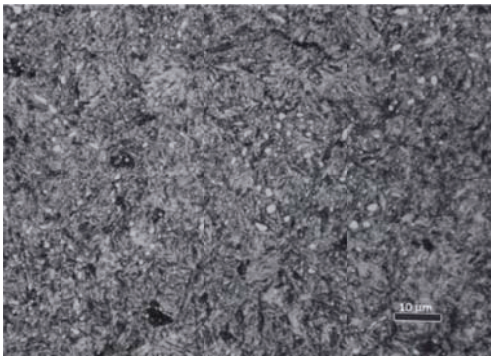
Şekil 6.11- *Ticari AISI 316 paslanmaz çeliğin mikro yapı görüntüsü [6].*



Şekil 6.12- *AISI 2205 kalite paslanmaz çelik malzemenin mikro yapısı [6].*



Şekil 6.13- *Soğuk haddelenmiş ve tavlanmış Al 2205 dubleks paslanmaz çeliğin TEM görünümü. F ferriti, A östenittir. Yapıda tavlama ikizleri görülmektedir. Her iki faz da YK ince tane yapısında olup az miktarda dislokasyon mevcuttur. Taneler tipik 120^{o} açılıdır [2].*



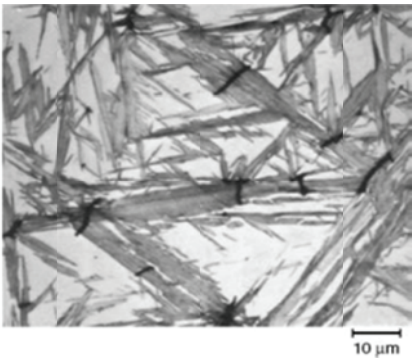
Şekil 6.14- *Sertleştirilmiş W1 tipi takım çeliğinde (Fe-%1.1C, %0.2Mn,%0.2Si) kalıntı karbürler ve temperlenmiş martenzit. Benzer işlem ve sertliğe sahip 52100 rulman çeliğine olan mikro yapı benzerliği dikkat çekmektedir. Dağlama: %2 Nital [7].*



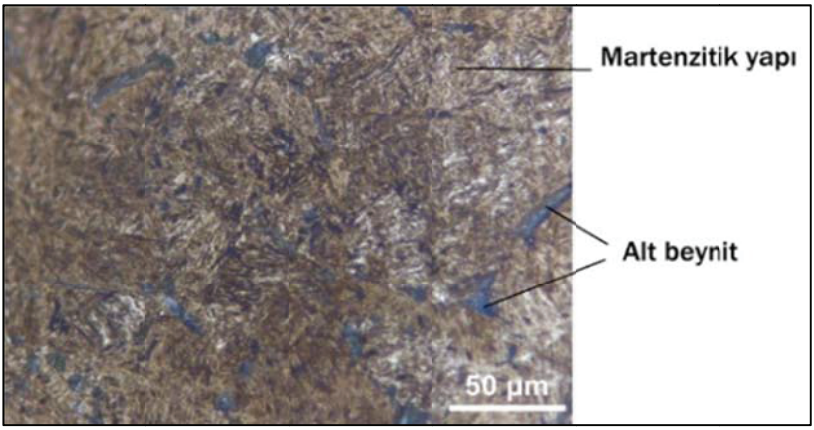
Şekil 6.15- *a) Düşük karbonlu alaşımlı bir çelikte çıta tip martenzit (%0.03C, 2Mn), b) %0.57C içeren orta karbonlu çelikte çıta tip martenzit ve plaka tip (mixed-karışık) martenzit, c) %1.2C içeren yüksek karbonlu çelikte plaka tip martenzit, beyaz bölgeler kalıntı östenit , Dağlama: %2 Nital, X1000 [5].*



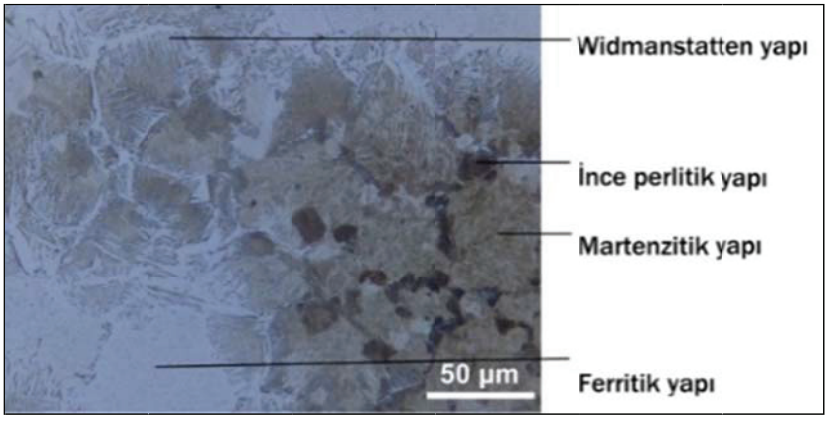
Şekil 6.16- *Fe-33.5 Ni alaşımında, östenitik kristalin -196 ^{o}C'ye soğutulması ile oluşan plaka tipi martenzit yapı X200 [8].*



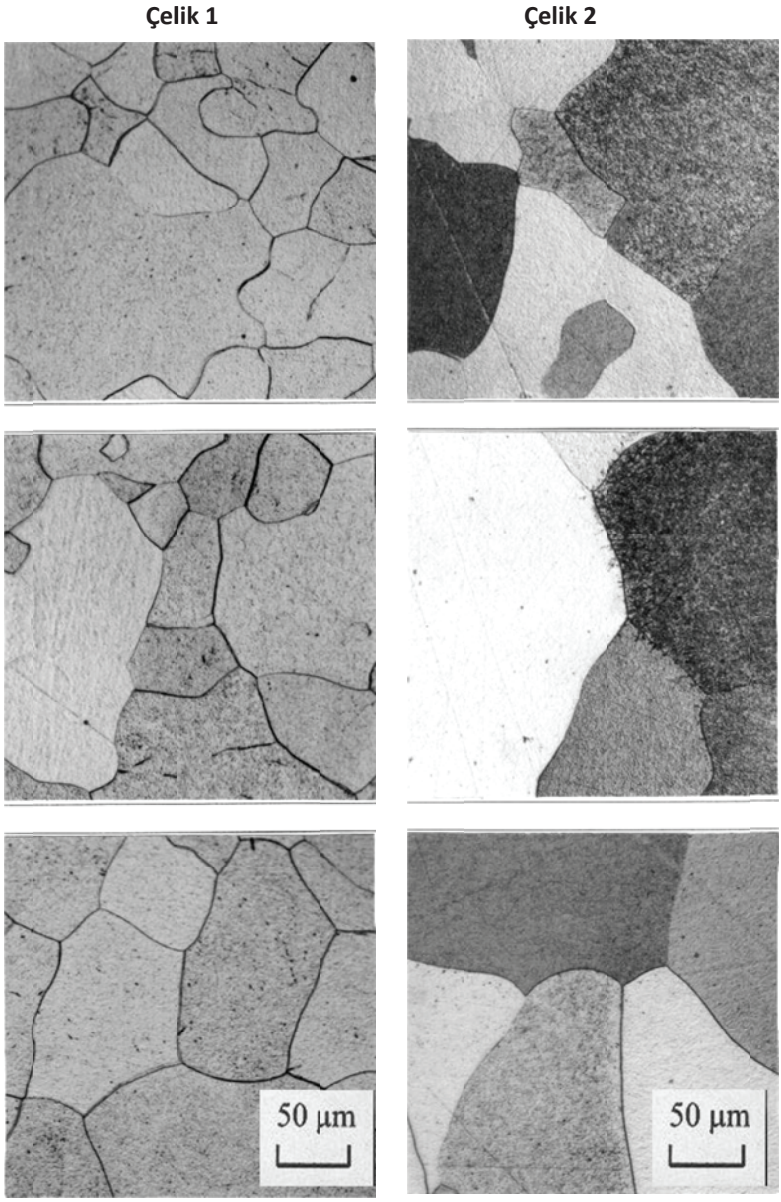
Şekil 6.17- *Fe-1.4C alaşımında plaka tipi martenzitte oluşan siyah olarak görülen mikro çatlaklar [9].*



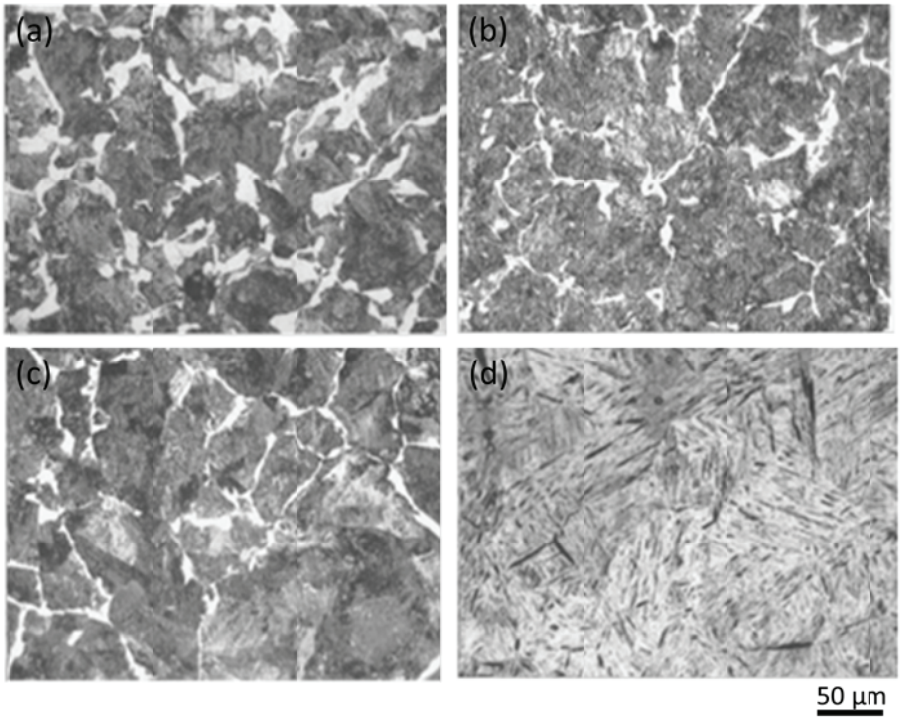
Şekil 6.18- *Martenzitik ve beynitik yapılar ihtiva eden paslanmaz çeliğin mikro yapısı X500.*



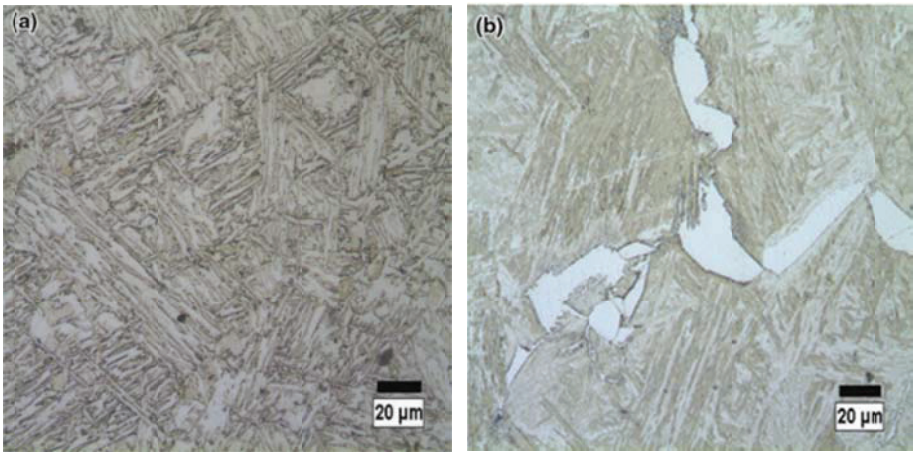
Şekil 6.19- *Mandrel dişinin hemen altında bulunan mikro yapı. Yapı sert (650 HV) martenzit ve beynitten oluşmaktadır. Malzemenin gövdesinin mikro yapısında yüzeyden merkeze doğru gidildikçe daha yumuşak fazların (yaklaşık 150 HV) hakim olduğu görülmektedir.*



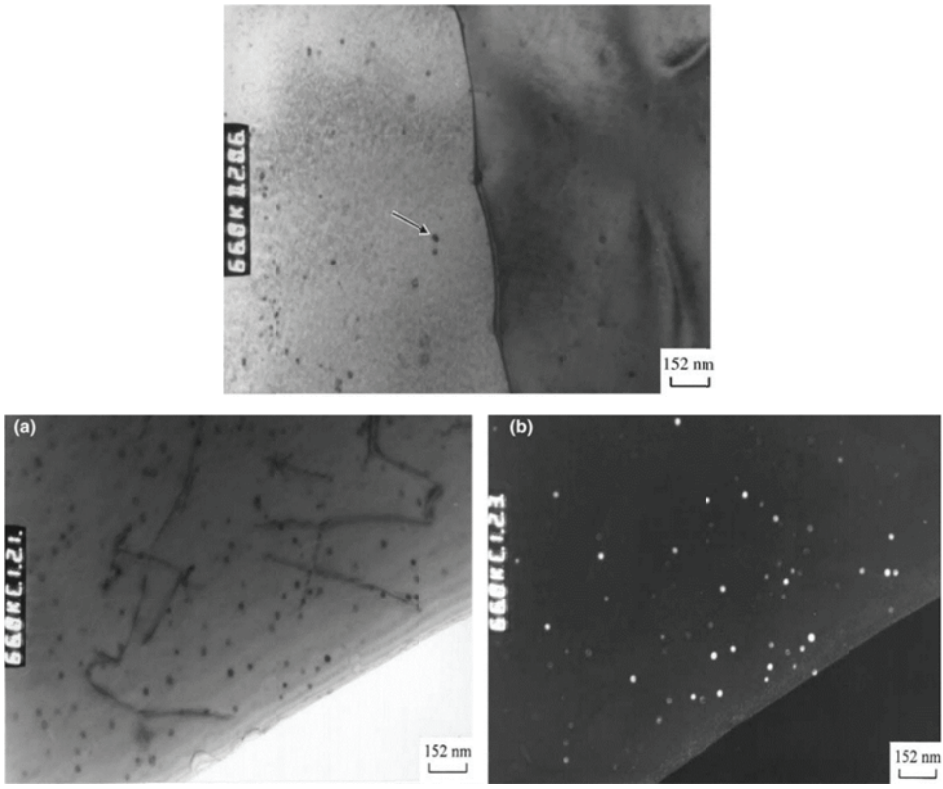
Şekil 6.20- *950℃'de 15 dak. östenitlenen Çelik 1 (0.007C, 0.02Si, 0.23Mn, 0.004S, <0.005P, 0.042V, 0.046Al, 0.0033 O, 0.0024N) ve Çelik 2 (0.003C, <0.02Si, 0.21Mn, 0.004S, <0.005P, 0.056Ti, <0.005V, 0.029 Al, 0.0026 O, 0.0022N) kodlu British Steel'den temin edilen iki farklı IF çeliğinin (arayer atomu içermeyen) değişik ortam ve hızda soğutulmaları ile ortaya çıkan optik mikro yapıları. Havada 5.9℃/s (üstte), kumda 4.2℃/s (ortada) ve fırında 0.06℃/s (altta) soğutma hızlarında soğutulmuş numunelere ait yapılar [10].*



Şekil 6.21- *Mikro alaşımlı orta karbonlu çelikte (0.39C, 0.53Si, 1.27Mn, 0.016P, 0.022S, 0.016Al, 0.022N) soğuma hızına bağlı olarak değişen tane yapısının görünümü. (a) üretildiği şekilde (b) kumda, (c) havada ve (d) suda soğutulmuş [11].*

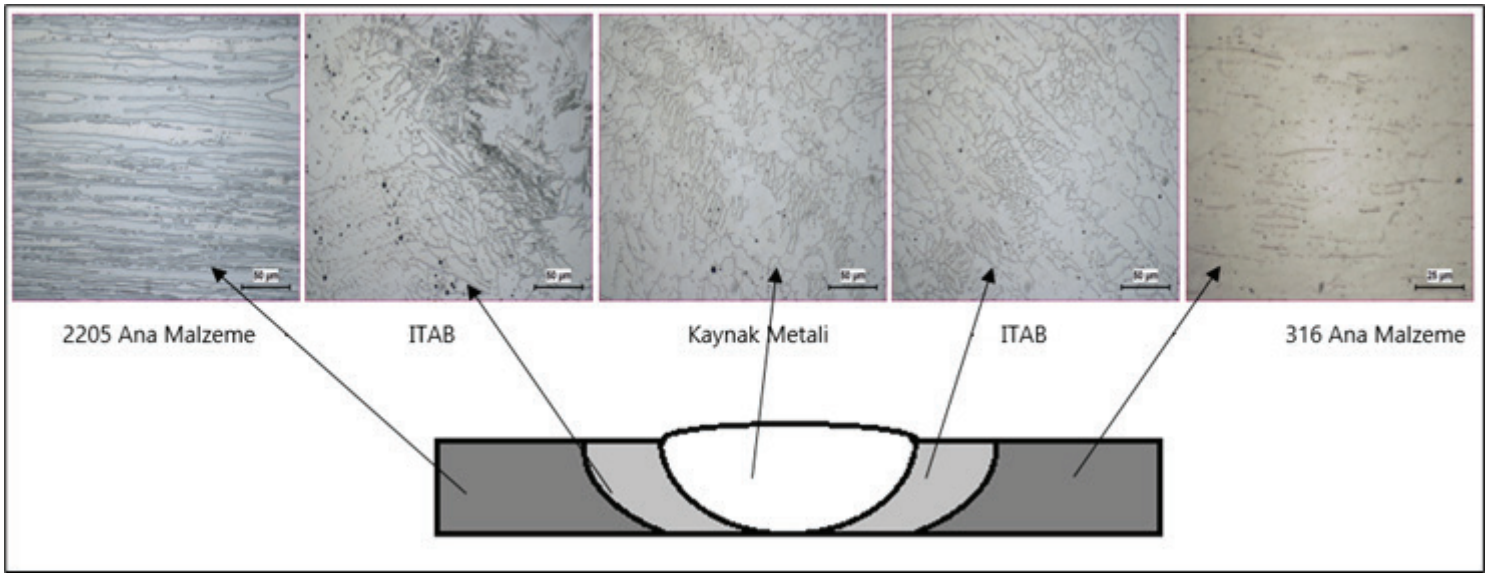


Şekil 6.22- *Arakritik olarak 820 ^{o}C'de tavlanmış çift fazlı karbon çeliğinin mikro yapısı. a) Çıta martenzit yapı, b) kütle martenzit yapı [12].*

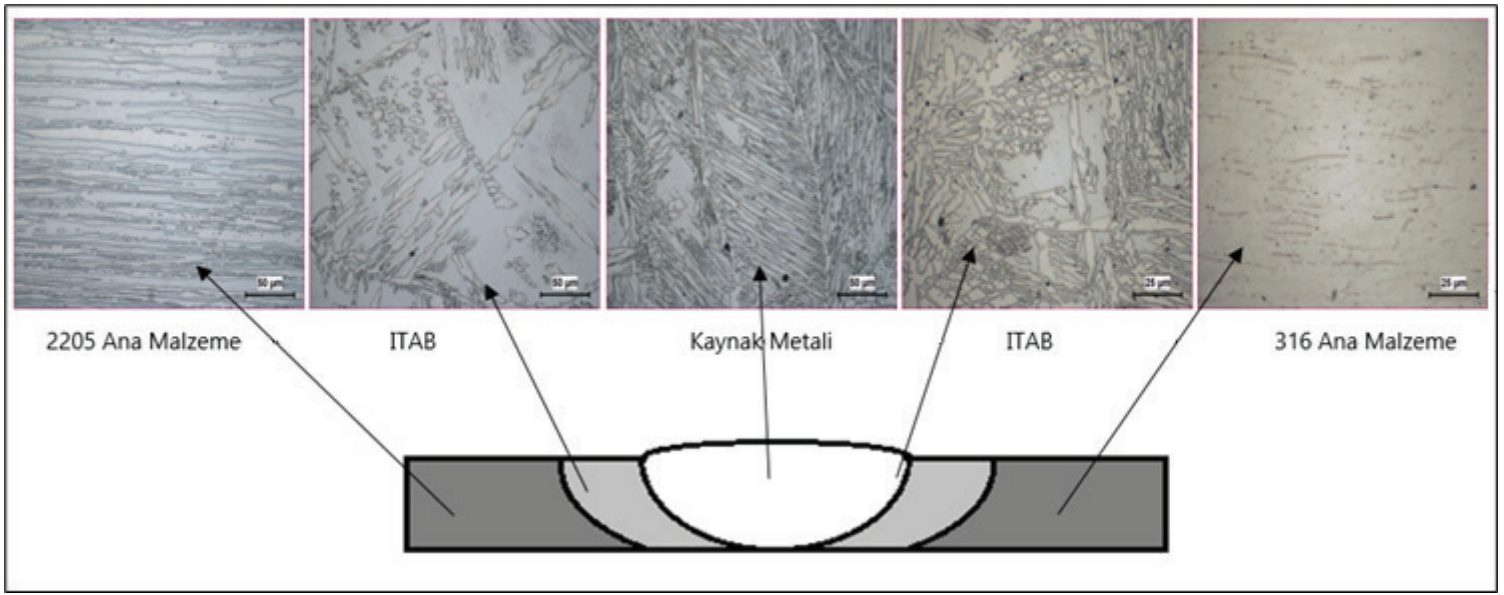


Şekil 6.23- *Yüksek dayanımlı C,Mn,Al,V,N çeliğinde (Britsteel 55) üretim sırasında oluşan VC partiküllerinin TEM görünümü (üstte). Aynı numunede 600 ^{o}C'da 100 dak. tutulduktan sonra oluşan yaklaşık 10 nm çapında çökeltiler ve etrafında oluşan dislokasyonların (a) aydınlık alan TEM görüntüsü ve (b) aynı numunenin karanlık alan görüntüsü [13].*

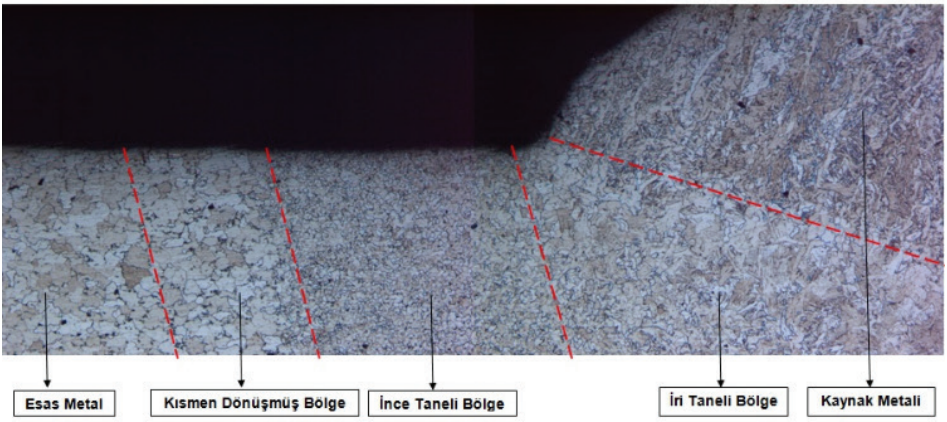
KAYNAKLI YAPILAR



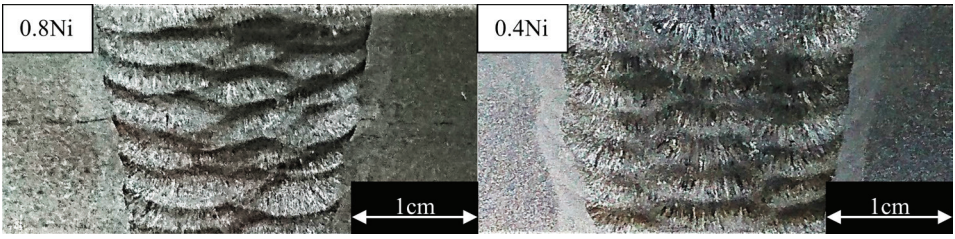
Şekil 7.1- *2205 ile 316 paslanmaz çelik malzemelerin E308 L elektrot kullanılarak elektrik ark kaynağı ile birleştirilmesi neticesinde ana malzemeler, kaynak bölgesi ve ITAB'ın görünümü .*



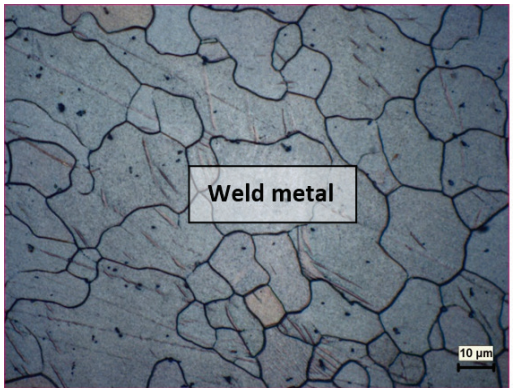
Şekil 7.2- *2205 ile 316 paslanmaz çelik malzemelerin 2209 elektrot kullanılarak elektrik ark kaynağı ile birleştirilmesi neticesinde ana malzemeler, kaynak bölgesi ve ITAB'ın görünümü [6] .*



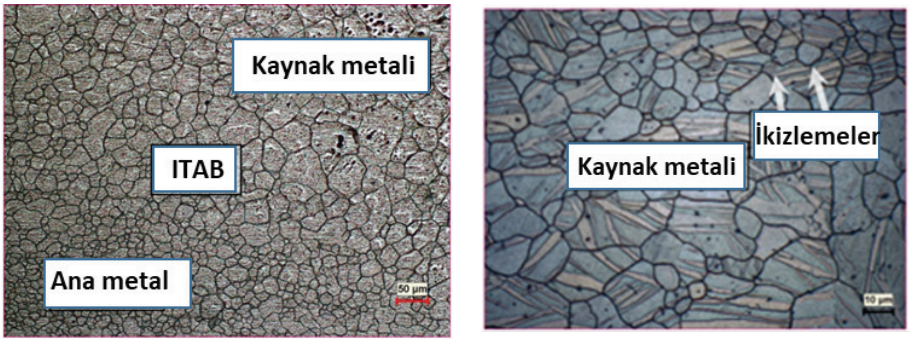
***Şekil 7.3**--Elektrik ark kaynak işlemine tabi tutulan düşük karbonlu çelikte ana yapı ve ısıdan etkilenen bölgenin (ITAB) yapısı.*



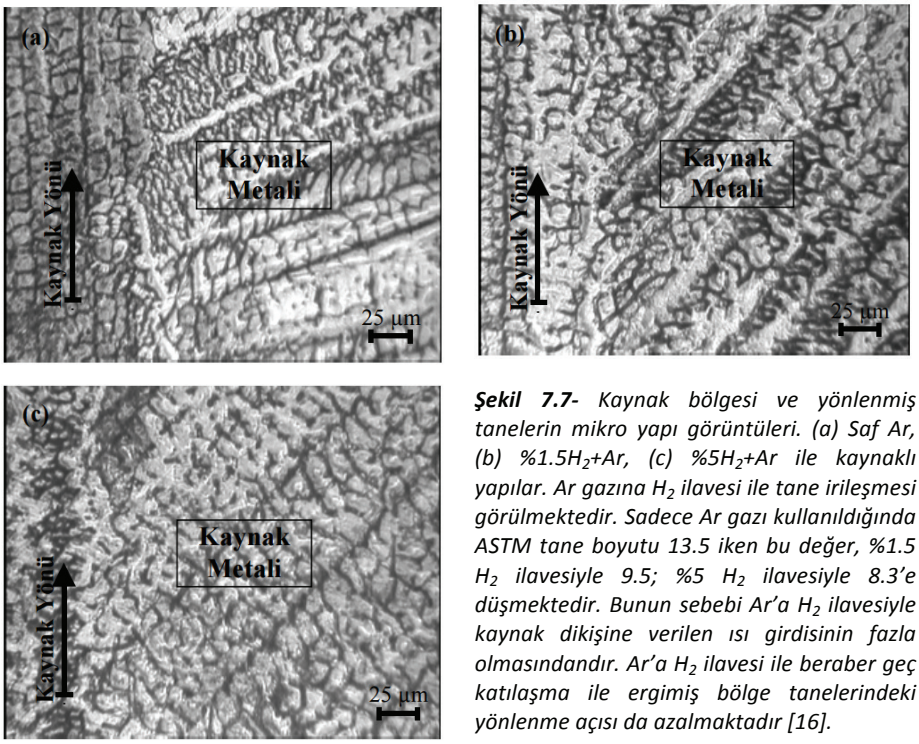
***Şekil 7.4**- %0.8Ni ve 0.4Ni içeren kaynak metallerine ait makro fotoğraflar, Dağlama $FeCl_3$ [14].*



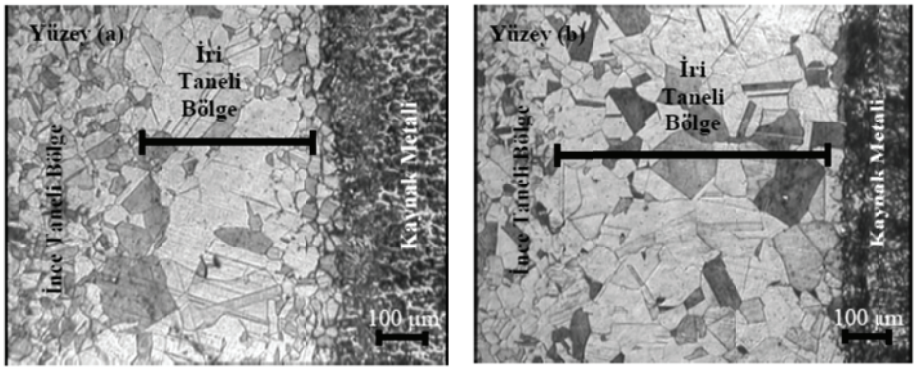
***Şekil 7.5**-TIG kaynağı ile kaynaklanan AZ31 Mg alaşımının (96Mg, 3Al ve 1Zn) ana malzeme mikro yapısının görümümü [15].*



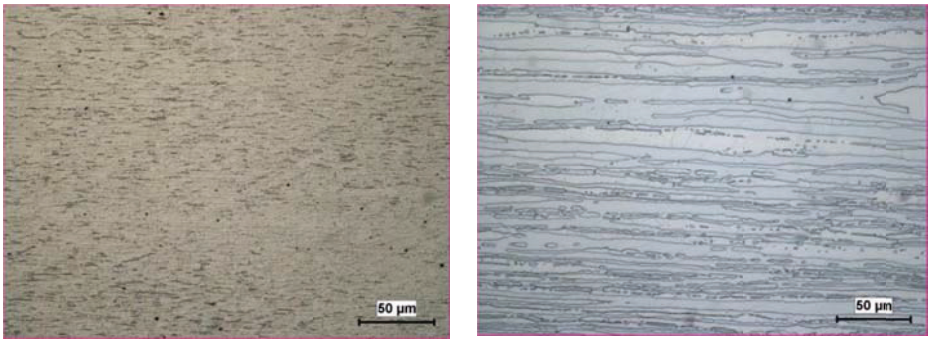
Şekil 7.6- *TIG ile AZ31 Mg alaşımının kaynağında ana yapı, ITAB ve kaynak bölgesinin görünümü. Ana yapı ince taneli bölgeyi oluştururken, ITAB daha iri tanelerden, kaynak metali ise kaynak hatalarının da olduğu daha iri taneler ve gözeneklerden oluşmaktadır (solda). Aynı malzemede ana yapısında oluşan ikizlemeler dikkat çekmektedir (sağda) [15].*



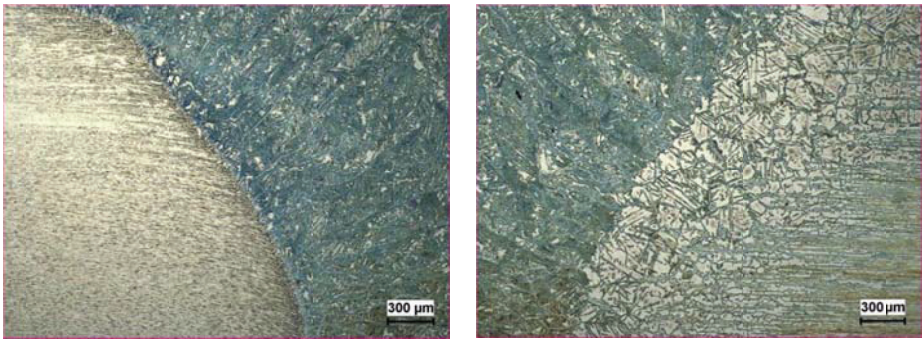
Şekil 7.7- *Kaynak bölgesi ve yönlenmiş tanelerin mikro yapı görüntüleri. (a) Saf Ar, (b) %1.5H_2+Ar, (c) %5H_2+Ar ile kaynaklı yapılar. Ar gazına H_2 ilavesi ile tane irileşmesi görülmektedir. Sadece Ar gazı kullanıldığında ASTM tane boyutu 13.5 iken bu değer, %1.5 H_2 ilavesiyle 9.5; %5 H_2 ilavesiyle 8.3'e düşmektedir. Bunun sebebi Ar'a H_2 ilavesiyle kaynak dikişine verilen ısı girdisinin fazla olmasındandır. Ar'a H_2 ilavesi ile beraber geç katılaşma ile ergimiş bölge tanelerindeki yönlenme açısı da azalmaktadır [16].*



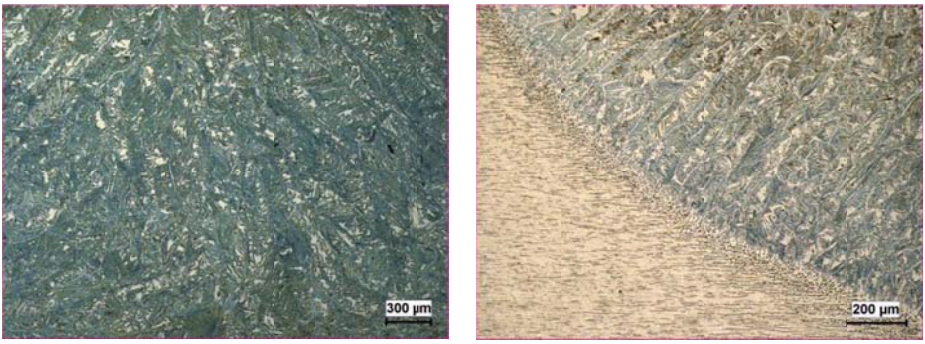
Şekil 7.8- *Östenitik paslanmaz çeliğin TIG kaynağında Ar gazına %1.5 ve %5 H_2 ilave edilmesi ve H_2 miktarındaki artışa bağlı olarak tane irileşmesi ve ITAB'da genişlemesini gösterir mikro yapı [16].*



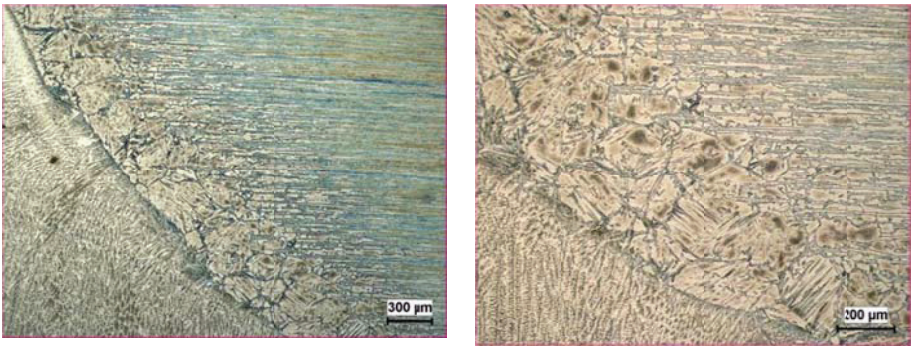
Şekil 7.9- *Aşağıda kaynaklı yapıları gösterilen 316L paslanmaz çelik ana malzeme mikro yapısı (solda) Aşağıda kaynaklı yapıları gösterilen 2205 dubleks paslanmaz çelik ana malzeme mikro yapısı (sağda) [6].*



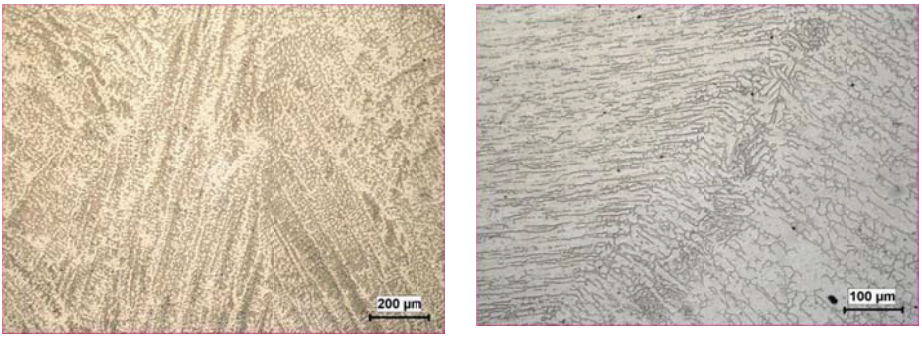
Şekil 7.10- *316L paslanmaz çelik ile 2209 dubleks paslanmaz çeliğin 2209 elektrod ile birleştirilmesi neticesine oluşan mikro yapının 316 tarafı (solda) ve 2209 tarafı (sağda) [6].*



Şekil 7.11- *Aynı numunenin 2209 elektrod ile yapılan kaynak metali tarafı (solda) ve ITAB ile 316 paslanmaz çelik tarafı (sağda) [6].*

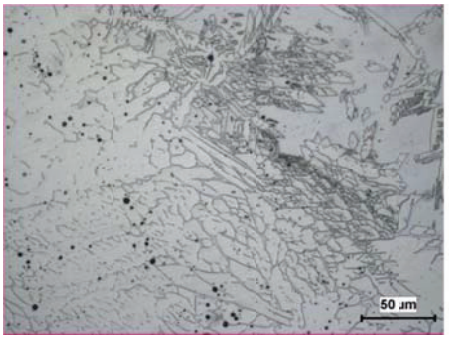


Şekil 7.12- *316L paslanmaz çelik ile 2209 dubleks paslanmaz çeliğin 308L elektrod ile birleştirme ile ortaya çıkan yapının 2209 tarafı (solda) ve 2209 paslanmaz çelik ve ITAB tarafı (sağda) [6].*



Şekil 7.13- *316L paslanmaz çelik ile 2209 dubleks paslanmaz çeliğin 308L elektrot ile birleştirme ile ortaya çıkan yapının kaynak metali bölgesinden farklı görüntüler [6].*

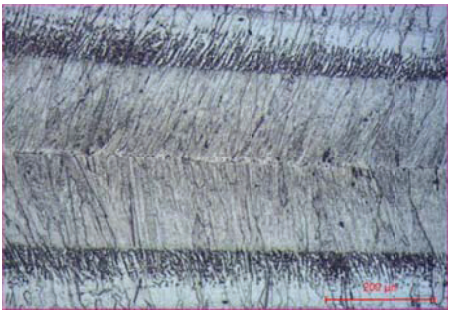




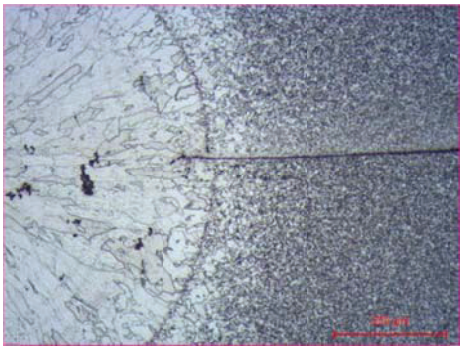
Şekil 7.14- *316L paslanmaz çelik ile 2209 dubleks paslanmaz çeliğin 308L elektrod ile birleştirme ile elde edilen mikro yapının 316 L tarafının (solda) ve 2209 paslanmaz çelik ve ITAB tarafının (sağda) görünümü [6].*



Şekil 7.15- *TWIP çeliğinin (**Tw**inning **I**nduced **P**lasticity-İkizleme kaynaklı plastisite) herhangi bir işleme tabi tutulmamış ana malzeme yapısı [6].*

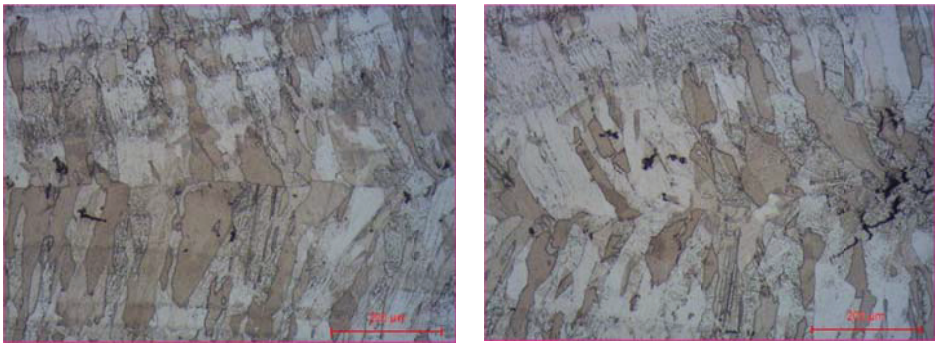


Şekil 7.16- *TWIP çeliğinin nokta direnç kaynağı ile birleştirilmesiyle oluşan kaynak metalinin görünümü. Dağlama: %10 HNO_3 ve %90 su çözeltisinde elektrolitik, sonra %3 HNO_3 ve %97 etanol içeren çözelti ile [6].*

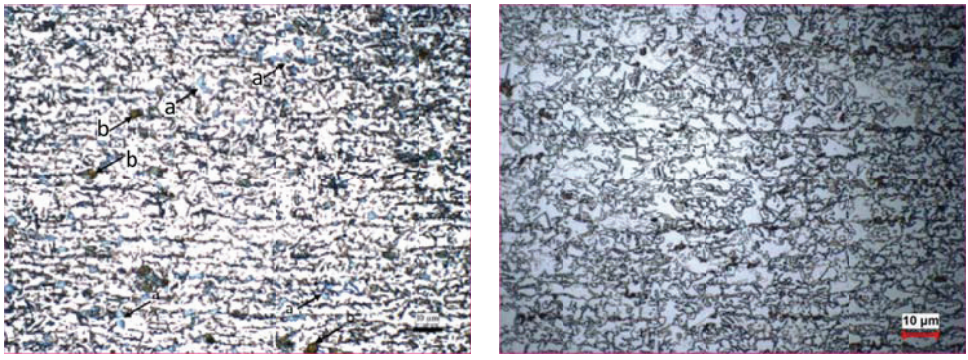




Şekil 7.17- *TWIP çeliğinin nokta direnç kaynağı ile kaynatılması ile oluşan kaynak metali bölgesi ve ITAB'ın optik mikroskop görüntüleri [6].*

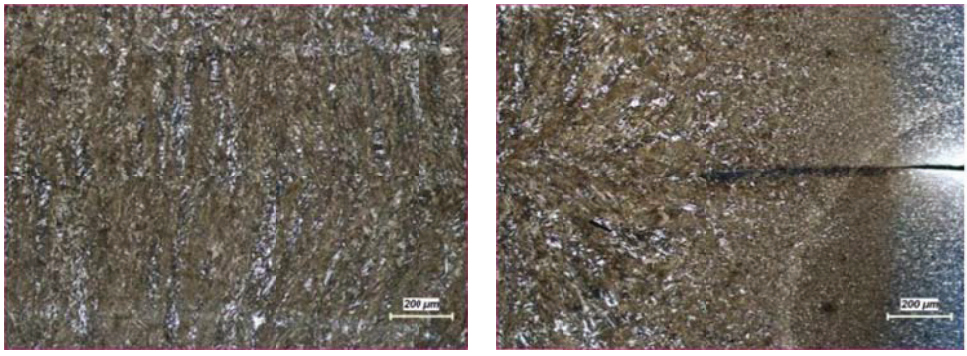


Şekil 7.18- *TWIP çeliğinin nokta direnç kaynağı sonrası oluşan kaynak metali bölgesi tane yapısının optik görüntüleri. Her iki malzemede de küçük gözenekler görülmektedir. Sağdaki malzemenin merkezinde önemli bir kusur ve çatlak dikkat çekmektedir [17].*

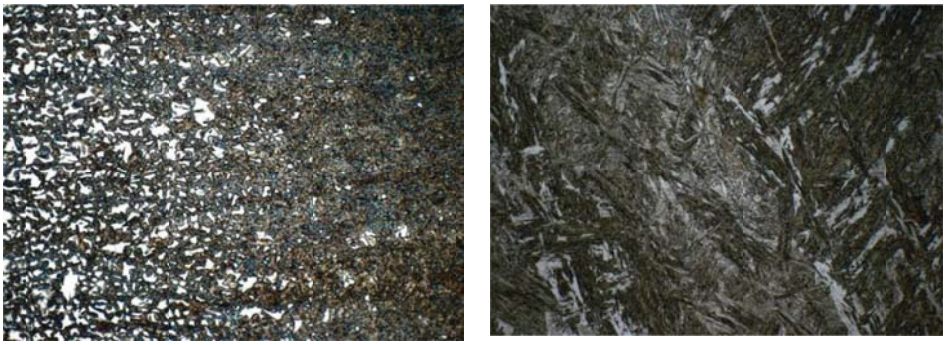


Şekil 7.19- *TRIP çeliğinde (**T**ransformation **I**nduced **P**lasticity-Dönüşüm kaynaklı plastisite)* ***renkli*** *dağlama ile ortaya çıkan mikro yapı. Dağlama; %4 **P**ikral 15s, %1 sodyum metabi-sülfit-su çözeltisinde 30s. Bu dağlama ile kalıntı östenit/martenzit açık mavi ("a" gösterilmiştir), beynit kahverengi ("b" gösterilmiştir), ferrit tan rengine dönüşmektedir (beyazımsı kısımlar) (solda). Aynı çeliğin %2 Nital ile 5 s dağlama ile oluşan yapının optik mikroskop görünümü (sağda) [18] .*

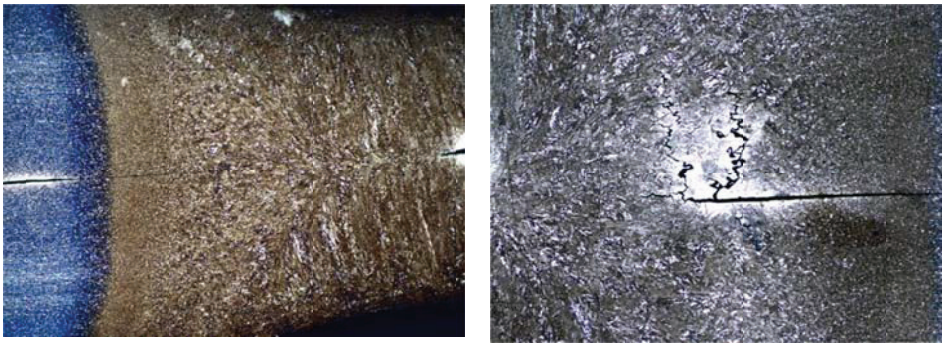
Not: *Trip çeliklerinde ana yapı ferrittir. Yapıda en az %5 kalıcı östenit ferrit içerisinde görülür. Östenitin yanı sıra çeşitli oranlarda martenzit ve beynit gibi sert fazlar da bulunur. TRIP çeliklerini orta sıcaklıkta bir süre izotermal tavlanması ile beynit oluşur. Yapıdaki yüksek Si ve C bulunması mikro yapıda kalıcı östenit oluşmasına sebep olur.*



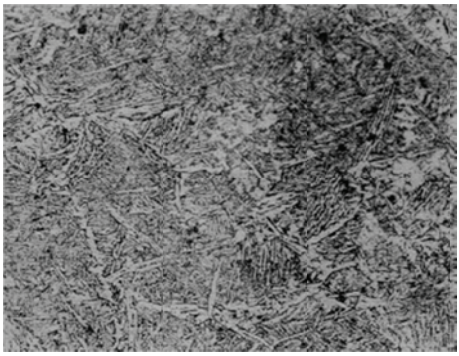
Şekil 7.20- *TRIP çeliğinin kaynaklanması neticesine oluşan kaynak metalinin optik mikroskop görünümü (solda) ve geçiş bölgesi ve hatalı kaynak bölgesinin görünümü (sağda) [18].*



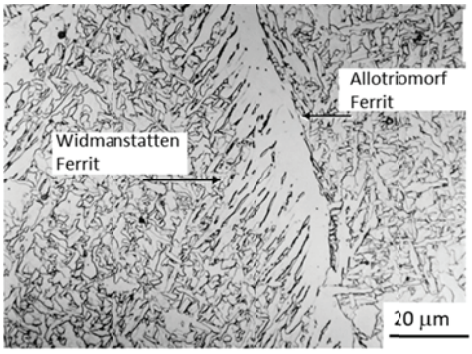
Şekil 7.21- *TRIP çeliğinin kaynaklanması neticesine oluşan ana malzeme ile ITAB arasındaki geçiş bölgesi (solda) ve kaynak metalinin (sağda) görünümü [18].*



Şekil 7.22- *TRIP çeliğinde geçiş bölgesinin düşük büyütmede optik mikroskop görünümü (solda) ve yine geçiş bölgesinde meydana gelen çatlamanın görünümü (sağda) [18].*

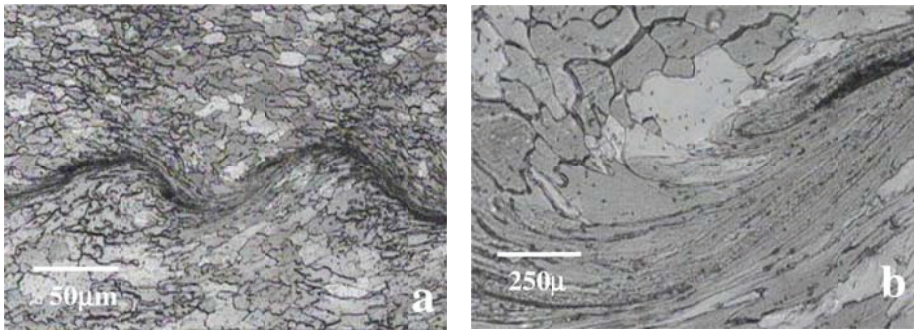


Şekil 7.23- *Kaynak metali merkezinde tane sınırı ferrit,* **Widmanstätten** *ferrit ve asiküler yapıyı bir arada gösterir mikro yapı. (Prof. Dr. Adem Kurt'un* **izni ile.***)*

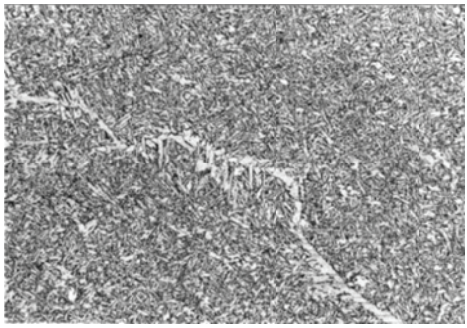


Şekil 7.24- *Fe-C-Mn çeliğinde kaynak sonrası sürekli soğutma ile elde edilen ikincil Widmanstätten ferrit mikro yapısı. Bu plakaların büyümesi, allotriomorfik* ferritin yalnızca bir tarafında meydana gelir [19].*

****Allotriomorfik:*** *Hızlı kristalleşmede erken oluşmuş kristaller arasındaki geç kristalleşme nedeniyle normalde tipik olan harici kristal formunu geliştirmemiş bir yapıdır.*

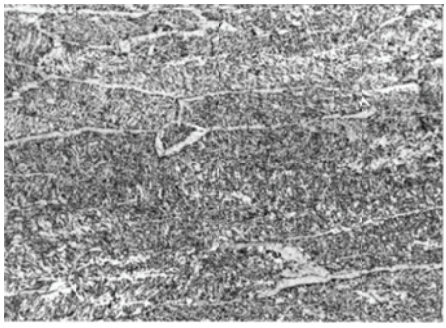


Şekil 7.25- *Patlamalı kaynak ile birleştirilen çelik-çelik çiftinin birleşme arayüzeyinin düşük ve yüksek büyütmeli mikro yapısı. Özellikle yüksek büyütmede tanelerde meydana gelen deformasyon ve dalgalanmalar açıkça görülmektedir [20].*

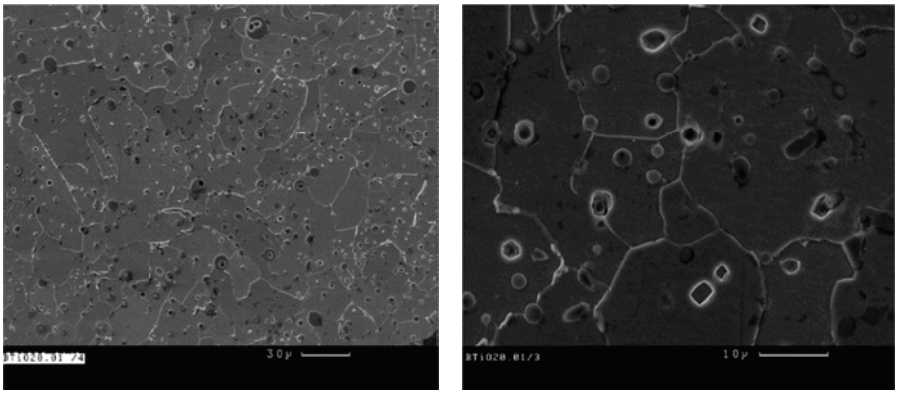


Şekil 7.26- *BTi351303 (% 0.075C, 1.5Ti,0.35 Ti) kaynak bölgesinde yüksek miktarda asiküler ferrit içeren mikro yapı. Kaynak bölgesinde Ti bulunmaktadır. Rutil elektrot ile kaynak sonrası kaynak metalindeki Ti oksitlerin çekirdeklenme etkisiyle oluşmuştur. Tane sınırları kısmen Widmanstätten ferritle kaplanmış, tane içi ise %100 asiküler ferrit yapıdadır. Asiküler ferrit yüksek tokluk ve sünekliğe sahiptir X100. Dağlayıcı: %1 Nital*

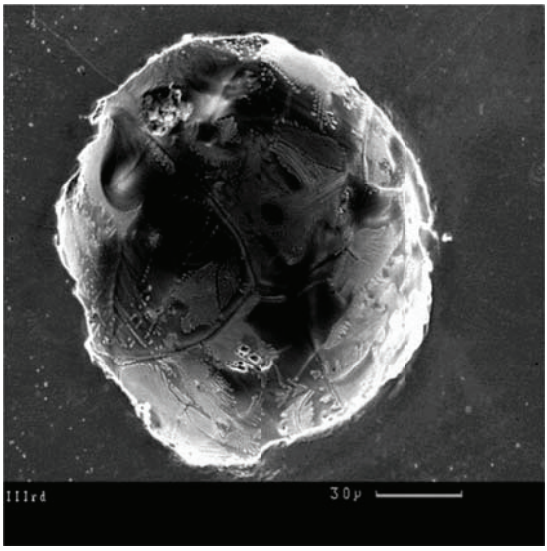
Not: *Yapıların daha kontrollü bir şekilde ortaya çıkmasını sağlamak amacıyla nitrik asit oranı düşük tutulmuştur. (Prof. Dr. Şükrü Talaş'ın izni ile.)*



Şekil 7.27- *BTi451308 alaşımında (%0.075C,1.5Ti, 0.45Ti) kaynak metali yapısı. Tane sınırları, tane sınırı ferriti ile kaplanmakta ve Widmanstätten benzeri yapı içermemektedir. Sürekli ve homojen kalınlık ve iğnemsi yapı eksikliği buna işarettir. Sütunsal olarak büyümüş bu mikro yapıda ince tanelerde asiküler yapı ferrit yan plakaları (FSP), bazen de alt beynit yapılarına benzer şekilde oluşmuştur. Bu yapı oran olarak az da olsa yapı içerisinde yüksek Ti'un (%19) etkisiyle dönüşüm sıcaklığı düşmüş ve tane içi yapısı olan asiküler ferrit plakaları arasında tane irileşmesi ortaya çıkmıştır. Yer yer yapışık pirinç tanesi şeklindeki görünümün sebebi, asiküler ferrit taneleri arasındaki düşük açılı tane sınırlarının kaybolması nedeniyle ortaya çıkmaktadır, X 100. Dağlayıcı:%1 Nital. (Prof. Dr. Şükrü Talaş'ın izni ile.)*



Şekil 7.28- *CMnTi (%0.075C, %1.5Mn, %0.2 Ti) alaşımında yüksek miktarda TiO ve TiN içeren kaynak bölgesinin elektrolitik olarak dağlanmış düşük büyütmedeki görünümü (solda) ve yandaki kaynak bölgesinin elektrolitik olarak dağlanmış, ikincil elektron modunda, yüksek büyütmedeki görünümü (sağda). Şekilde dairesel yapılar oksitler (TiO, Ti_2O_3 gibi), dikdörtgen şekilli yapılar ise TiN partikülleridir.* *(Prof. Dr. Şükrü Talaş'ın izni ile.)*



Şekil 7.29- *CMnTi20 (% 0.075C, %1.5 Mn ve %0.2Ti) malzemenin ektrolitik dağlama sonucu ortaya çıkmış olan yaklaşık 60 μm çapında kaynak metalinde oluşmuş bir inklüzyon. Yüzeyindeki ötektik oluşumlar oldukça belirgindir. (Prof. Dr. Şükrü Talaş'ın izni ile.)*

BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR

1. Brick, R. M., *Structure and Properties of Engineering Materials,* McGraw-Hill, USA, 1977.
2. Krauss, G., *Steels: Heat Treatment and Processing Principles,* ASM International, OH, USA, 1993.
3. Iwabuchi, Y. and Sawada, S., *Metallurgical Characteristics of a Large Hydraulic Runner Casting of Type 13Cr-Ni Stainless Steel*, in *The Symposium on Stainless Steel Castings, Bal Harbour, Florida, ASTM STP 756,* , Melilli, E.b.V.G.B.a.A.S., Editor. 1980 p. 198.
4. *Metal Handbooks, Atlas of Mrostructures of Industrial Alloys,* ASM, OH, USA, 1972.
5. *ASM Handbook, Metallography and Microstructures, Vol. 9,* ASM, USA, 1992.
6. Emre, H. E., Kaçar, R., Bülbül, A. and Manisali, B., *AISI 316-AISI 2205 Farkli paslanmaz çelik çiftinin kaynak kabiliyeti.* Nigde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 2017. 6(1): p. 244-256.
7. Evcil, A., *The Microstructure of Ferrous Alloys, Seminer Notları,* 2017, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA,
8. Krauss, G. and Pitsch, W., *Fine structure and habit planes of martensite in an Fe-33 wt % Ni single crystal.* Transactions of the Metallurgical Sciety of AIME, 1965. 233(5): p. 919-921.
9. Marder, A. R., Benscoter, A. O. and Krauss, G., *Microcracking sensitivity in Fe-C plate martensite.* Metallurgical Transactions, 1970. 1(6): p. 1545-1549.
10. S.Gündüz, Kaçar, R. and Gülenç, B., *The Effect of Cooling Rate on the Yield Behaviour in Ti-V-Al Interstitial Free Steels.* Pamukkale University Journal of Engineering Sciences, 2001. 7(2): p. 199-205
11. Gündüz, S. and Çapar, A., *Influence of forging and cooling rate on microstructure and properties of medium carbon microalloy forging steel.* Journal of Materials Science, 2006. 41(2): p. 561-564.
12. Türkmen, M. and Gündüz, S., *Bake-hardening response of high martensite dual-phase steel with different morphologies and volume fractions.* Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2014. 27(2): p. 279-289.
13. Gündüz, S. and Cochrane, R. C., *Influence of cooling rate and tempering on precipitation and hardness of vanadium microalloyed steel.* Materials&Design, 2005. 26(6): p. 486-492.
14. Kabakçı, F., *T/P92 Çelikleri için Elektrod Örtüsünde Ni/Co İlavesi ile Kaynak Metali Mikroyapı ve Mekanik Özeliklerinin İyileştirilmesi,* Selçuk Üniversitesi, Doktora Tezi, Konya, 2017.
15. Alzahoug, A., Demir, B. and Durgutlu, A., *The effects of the welding current characteristics on properties of the AZ31 alloy sheet joint welded by GTAW.* International Research Journal of Engineering and Technology (IRJET), 2017. 4(4): p. 1267-1273.
16. Kahraman, N., Durgutlu, A. and Gülenç, B., *316L Paslanmaz Çeliğin TİG Kaynağında Koruyucu Argon Gazına Hidrojen İlavesinin Kaynak Bölgesi Tane Morfolojisine Etkilerinin Araştırılması.* Politeknik Dergisi 2004. 7(3): p. 223-228

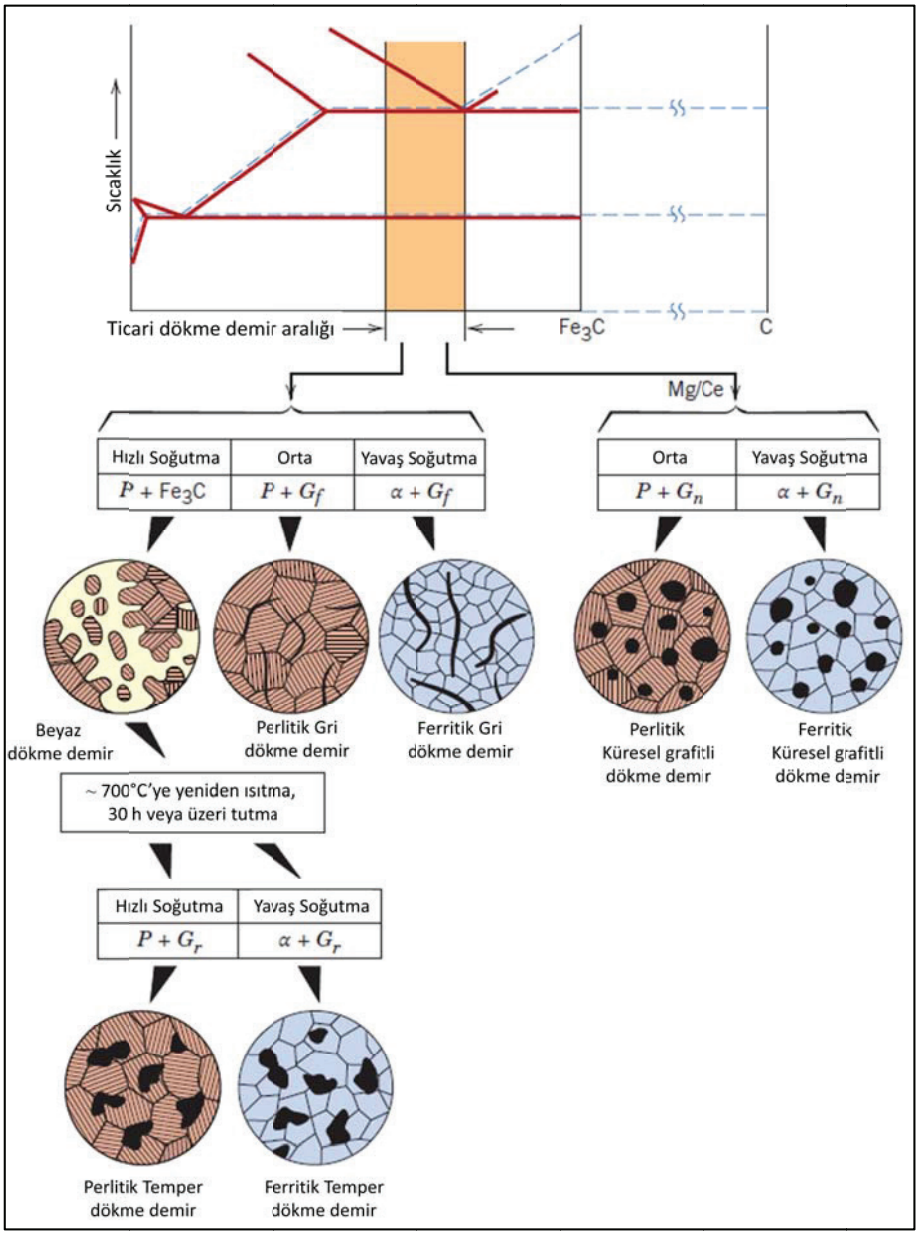
17. Zeytin, H. K., Ertek, E. H. and Kaçar, R., *Properties of Resistance Spot-Welded TWIP Steels.* Metals, 2017. 7(1): p. 14-27.
18. Emre, H. E., *TRIP 800 Çeliğinin Nokta Kaynak Kabiliyetinin Araştırılması,* Karabük Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İmalat Mühendisliği, Doktora Tezi, Karabük, 2016.
19. Totten, G. E., *Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies,* CRC press, 2006.
20. Acarer, M., *Patlamalı Kaynak İşlem Parametrelerinin Birleşmeye Etkisi,* Doktora Tezi, Sakarya Üniv., Fen Bilimleri Enst, 2001.

DÖKME DEMİRLER

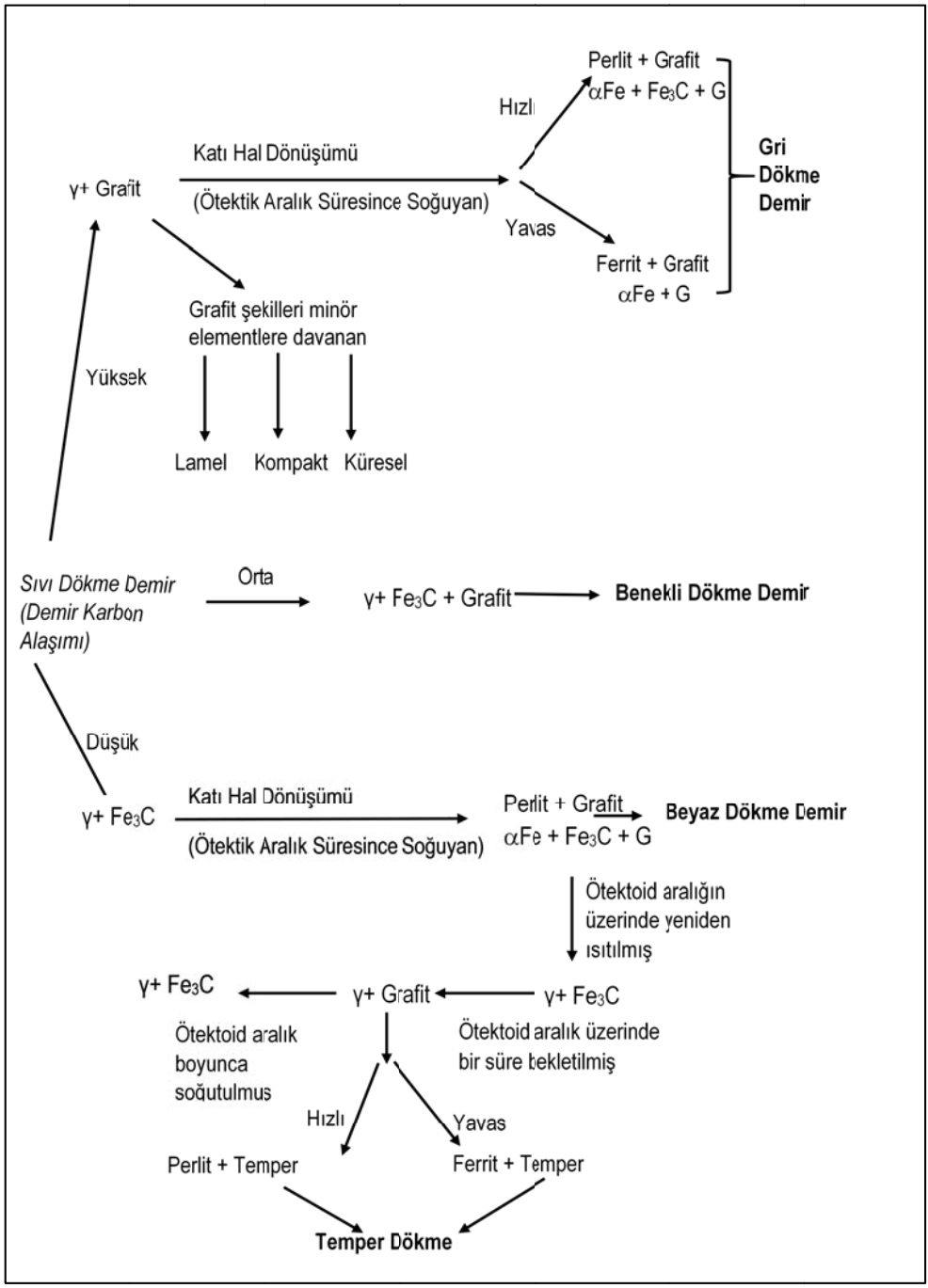
Endüstride yaygın olarak kullanılan dökme demirler genelde %2'den fazla C ve diğer alaşım elementleri ihtiva eden Fe esaslı malzemelerdir. Bunlar kimyasal bileşimin yanı sıra kırık yüzey görünümü, mikro yapıları veya özelliklerine göre sınıflandırılırlar. Dökme demirlerin kırık yüzeyleri gri veya beyaz renkli görünür ve buna bağlı olarak uzun yıllardır *gri dökme demir* veya *beyaz dökme demir* olarak anılır. Şayet bu ikisinin karışımı bir görünüm sergiliyorsa *benekli dökme demir* olarak adlandırılır. Günümüzde farklı özellikler ve mekanik tavırları nedeniyle yukarıda sayılanlara ilave olarak *temper dökme demirler* ve *sünek dökme demirler* diye de bilinmektedir. Bunlardan başka *aşınma dirençli dökme demirler*, *korozyon dirençli dökme demirler* ve *yüksek sıcaklık dayanımlı dökme demirler* de vardır. V*ermiküler grafitli dökme demirler* ve *östemperlenmiş sünek dökme demirler* de yaygın olarak kullanılmaktadır. Çizelge 8.1'de ferritik dökme demir mikro yapılarının özellikler etkisi, Çizelge 8.2'de de ferritik dökme demirler için dağlayıcılar verilmiştir. Şekil 8.1'de Fe-C faz diyagramında dökme demirlere ait kimyasal bileşim aralığı ile farklı ısıl işlemler sonrasında elde edilen mikro yapılar, Şekil 8.2'de dökme demirlerin üretim aşamaları şematik olarak verilmiştir. Bu dökme demirlerden yaygın olarak kullanılanları bu bölümde kısaca açıklanmış ve mikro yapılarla ilgili örnekler verilmiştir.

Çizelge 8.1.*-Ferritik dökme demir malzemelerde mikro yapının özelliklere etkisi [1].*

Mikro yapı	**Görünümü, yapısı ve belirtiler**	**Etkisi**
Ferrit	Demirin ana yapısını teşkil eder veya demirin diğer elementlerle katı çözelti halidir. Yumuşak matris fazdır.	Sünekliğe katkı sağlar, dayanıma etkisi azdır.
Östenit	Dökümde ilk oluşan yumuşak fazdır. Başka fazlara dönüşür, bazı özel alaşımlarda yapıda kalır.	Yumuşak ve sünektir, dayanımı düşüktür.
Grafit	Yapıda herhangi bir boyut veya şekilde serbest karbon halidir.	İşlenebilirliği ve enerji sönümleme özelliğini artırır, büzülmeyi azaltır. Şekline bağlı olarak dayanımda düşmeye sebep olur.
Sementit	Demir karbür, sert metalik fazdır.	Sertlik ve aşınma direncini artırır, işlenebilirliği önemli ölçüde düşürür.
Perlit	Ferrit ve sementitin lamelli karışımıdır.	Kırılganlığı artırmadan dayanımı artırır, iyi işlenebilirlik sağlar.
Martenzit	Özel bir ısıl işlem ile oluşturulan sert ve gevrek fazdır.	Oldukça sert yapıdadır, temperlenmediği sürece kırılgandır.
Steadit	Demir-karbon-fosfor ötektiğidir, sert ve kırılgandır.	Bazen ledeburit ile karıştırılır, sıvı metalde akışkanlığı artırır, katı halde kırılgandır.
Ledeburit	Sementit ve östenitten oluşan masif ötektik fazdır. Soğumada sementit ve perlite dönüşür.	Yüksek sertlik ve aşınma direnci gösterir, işlenmesi zordur.



Şekil 8.1- *Fe-C faz diyagramında ticari dökme demirlere ait kimyasal bileşim aralığı ile farklı ısıl işlemler sonrasında elde edilen mikro yapıların şematik gösterimi (α: Ferrit, Fe_3C: sementit, P: perlit, G_f: lamel grafit, G_n: küresel (nodül) grafit, Gr: rozet grafit) [2].*



Şekil 8.2- *Dökme demirlerin üretim aşamalarının şematik gösterimi [3].*

***Çizelge 8.2**-Ferritik dökme demirlerin dağlanmasında kullanılan dağlayıcılar ve özellikleri [1].*

Dağlayıcı	Etkisi	Bileşim	Uygulama
AI-7	Makro dağlama	50 ml HCl 50 ml H_2O	70-80^{o}C sıcaklıkta daldırma ile yapılır.
Nital	Demir ve çelik malzemelerin genel dağlanmasında kullanılır.	2-10 ml HNO_3, 90-98 ml etanol veya metanol	Daldırma ile yapılan dağlama sırasında numune bir bez veya pamuğa sürülür.
Vilella çözeltisi	Yüksek karbonlu çeliklere uygulanır.	5 ml HCl, 100 ml etanol veya metanol, 1 g pikrik asit	Daldırma ile yapılan dağlama sırasında numune bir bez veya pamuğa sürülür.
Persülfat	Karbürleri göstermek için kullanılır, matris koyu renk alır.	10 g $(HN_4)_2S_2O_8$ 100 ml H_2O	Matris koyu renk alıncaya kadar çözeltiye daldırılır.
Ferrik klorür	Yapıda sürekli kontrasta neden olur. Yüksek alaşımlı malzemelerde genel görünümü verir.	60 ml HCl, 20 g $FeCl_3$ 300 ml etanol veya metanol	Daldırma ile yapılan dağlama sırasında numune bir bez veya pamuğa sürülür.
Kromik elektrolitik	Korozyon dirençli alaşımın mikro yapısını ortaya çıkarır.	100 g CrO_3, 90 ml H_2O	Elektrolitik dağlama 3-4 v dc akımda yapılır.

Gri Dökme Demirler

En yaygın kullanılan dökme demir türüdür. Kırık yüzey görüntüsü yapısındaki yüksek miktarda bulunan grafit lamellerinden dolayı gri renkli olduğu için *gri dökme demir* olarak adlandırılır. Yapısı genel olarak perlitiktir. Ancak %15 gibi Ni ilavesi ile matris östenitik olur. Gri dökme demirler bazen **FG** (**F**leyk **G**rafit-Lamel grafit) harfleri ile sembolize edilir. Alaşımsız gri dökme demirin kimyasal bileşim aralığı aşağıdaki gibidir.

Element	% bileşim aralığı
C	2.50-4.00
Si	1.00-3.00
Mn	0.20-1.00
P	0.02-1.00
S	0.02-0.25

Gri dökme demir yüksek oranda Si ihtiva eder. Si grafitleştici olarak bilinir ve katılaşma sırasında grafit oluşumuna yardımcı olur. Dökme demir yapısındaki grafit lamellerden dolayı neredeyse hiç süneklik göstermez. Ancak fiyatının ucuz olması ve karmaşık şekilli parçaların kolayca dökümüne imkan vermesinden dolayı geniş kullanım alanı bulmuştur. Gri dökme demirin mikro yapısı döküm sırasındaki oldukça yavaş soğuma hızından etkilenir ve yapıda ferritler bulunur. Çok hızlı soğutulması durumunda yapıda serbest sementitler oluşur. ASTM (American Foundaryman's Society) A 247 ve TS EN ISO 945 "Dökme Demir-Grafit Mikro yapısının Gösterilmesi (2006)" standartlarında gri dökme demirler grafit tipleri, dağılımı ve boyutları

sınıflandırılmıştır. Dökme demir içerisindeki grafit lamel şekilleri Şekil 8.3'te görüleceği üzere 5 çeşit olarak gösterilmektedir. Her bir farklı şekildeki grafit yapısı malzemenin özelliklerini farklı şekilde etkilemektedir. Örneğin Tip A, özellikle aşınma dayanımı yüksek olduğu için birçok uygulama için tercih edilmektedir. İçten yanmalı motor gömlekleri yaygın uygulama alanlarındandır. Şekil 8.4'te dökme demirlerde tipik lamel grafit formları, Şekil 8.5'te ise ASTM standartlarına göre gri dökme demirde oluşan grafit lamel boyutları verilmiştir. Gri dökme demirin yapısı ile ilgili değişik büyütmelerde alınmış mikro yapı örnekleri ise Şekil 8.6-Şekil 8.11'da verilmiştir.

Beyaz Dökme Demirler

Gri dökme demirin hızlı soğutulması durumunda meydana gelir. Beyaz dökme demirlerde, gri dökme demirlerde görülen grafit lamelleri yoktur. Bunun yerine yapıda demir karbür ağları vardır ve kırık yüzeyde beyaz bir görünüm sergiler. Beyaz dökme demirin yapısı Şekil 8.12- Şekil 8.21'de verilmiştir. Alaşımsız beyaz dökme demirin kimyasal bileşim aralığı aşağıda verildiği gibidir:

Element	% bileşim aralığı
C	1.8-3.6
Si	0.5-1.9
Mn	0.25-0.8
P	0.06-0.2
S	0.06-0.2

Beyaz dökme demirde grafitleşme etkisini düşük tutmak için Si miktarı düşük olur. Oldukça serttir ve aşınma direnci yüksektir. Aşınma direncini artırmak için alaşıma Ni, Cr ve/veya Mo ilave edilir. ASTM A 532'ye göre 10 çeşit beyaz dökme demir vardır bunlar Çizelge 8.3'te verilmiştir:

Çizelge 8.3- *ASTM A 532'ye göre beyaz dökme demir çeşitleri ve genel kimyasal yapıları [4].*

Kısa Gösterim	Beyaz Dökme Demir Tipi
Sınıf I	
Tip A	Ni-Cr yüksek C
Tip B	Ni-Cr düşük C
Tip C	Ni-Cr GB (aşındırma bilyeleri)
Tip D	Ni yüksek C
Sınıf II	
Tip A	% 12 Cr
Tip B	% 15 Cr-Mo düşük C
Tip C	% 15 Cr-Mo yüksek C
Tip D	% 20 Cr-Mo düşük C
Tip E	% 20 Cr-Mo yüksek C
Sınıf III	
Tip A	%25 Cr

Küresel Grafitli Dökme Demir

Küresel garfitli dökme demirler yapıdaki grafitin küresel şekilde olmasından dolayı *nodüler grafitli dökme demir* veya *sünek dökme demir* olarak adlandırılır. Nodüller, temper dökümde görülen nodüller kadar düzensiz olmayıp küresel forma yakındır. Bu dökme demir türü bazen SG (**S**pheroidal **G**raphite-Küresel grafit) kodu ile gösterilir. ASTM A 247'de bu ve diğer dökme demirlerde oluşan grafit şekilleri sınıflanmıştır (Şekil 8.22). Küresel grafitli dökme demirler VII tip grafitlerden oluşur. Tipik bir küresel grafitli dökme demirin mikro yapısı Şekil 8.23- Şekil 8.42'de verilmiştir. Mikro yapıda da görüleceği üzere, grafitler küresel biçimdedir.

Küresel grafitli dökme demir üretimi için çok saf dökme demirin içerisine aşılayıcı olarak %0.03-0.06 Mg veya %0.005-0.20 Ce ilave edilir. Bu katkı elementleri çekirdekleşmenin başlaması açısından önemlidir ve grafit küreler bunların üzerlerinde büyür. Küresel grafitler sayesinde bu dökme demir gri dökme demire oranla çok daha sünek özellikler sergiler. Küresel grafitli dökme demir, gri dökme demirin sertlik özellikleriyle, çeliğin tokluk özelliklerini bir arada bulundurur. Küresel grafitler, yapılarından dolayı malzemeye tokluk sağlar. Sünek dökme demirin % ağırlık olarak kimyasal bileşim aralığı aşağıda verilmiştir. Çeşitli özellikler elde edebilmek amacıyla ana malzemenin mikro yapısı ferritik (düşük dayanımlı), perlitik (orta dayanımlı) ve martenzitik (yüksek dayanımlı) olarak imal edilebilir. Bu tip malzemeler en çok rögar kapaklarında kullanılır. Üzerlerinden geçen onca büyük araçlara rağmen yüksek dayanımı ve toklukluğu sayesinde kırılmadan kullanılır. Küresel grafitli dökme demirlerin çekme özellikleri Çizelge 8.4'te verilmiştir. Döküldüğü durumdaki mikro yapı ferritle çevrelenmiş grafit nodüllerinden oluşur. Bu tür yapılara *dana gözü yapı* da denir. Yapı esas olarak perlitiktir ve bir miktar serbest halde sementit ihtiva eder. Küresel grafitli dökme demirle ilgili mikro yapı örnekleri Şekil 8.23-Şekil 8.42'de verilmiştir.

Element	% bileşim aralığı
C	3.0-4.0
Si	1.8-2.8
Mn	0.1-1.0
P	0.01-0.1
S	0.01-0.03

Çizelge 8.4- *Küresel grafitli dökme demirlerin çekme özellikleri [5].*

Sınıf	60-40-18	65-45-12	80-55-06	100-70-03	120-90-02
Çekme Dayanımı, MPa	414	448	552	689	827
Akma Dayanımı, MPa	276	310	379	483	621
Uzama, %, (en az)	18	23	6	3	2

Benekli Dökme Demirler

Alacalı dökme demirler olarak bilinen bu dökme demirler bilinçli olarak istenilerek imal edilen dökme demir türlerinden değildir. Gri dökme demir ile beyaz dökme demir arasında oluşan bir dökme demir türüdür. Beyaz dökme demirlerin hızlı soğuma koşullarında, gri dökme demirlerde ise daha yavaş soğuma durumlarında ortaya çıkan bir yapıdır. Dolayısı ile her iki yapıdan da fazları ihtiva eder. Şayet dökümün soğuma hızı beyazdan griye geçişin gerçekleştiği bir aralığa isabet ederse, gri ve beyaz yapılar birlikte ortaya çıkabilir. Bu tür yapıların kırık yüzeyleri incelendiğinde beyaz zemin üzerinde gri adacıklar oluştuğundan benekli dökme demir olarak isimlendirilir. Mikro yapı Şekil 8.43-Şekil 8.44'te gösterilmektedir.

Temper Grafitli Dökme Demirler

Karmaşık şekilli parça üretimine uygun olarak kalıba kolayca dökülebilen ve beyaz dökme demirden imal edilen parçalara ısıl işlem uygulayarak elde edilen bir dökme demir türüdür. Bu dökme demir türü, aslında beyaz dökme demir olarak katılaştırılır. Yapıda bulunan karbon tamamıyla çözünmüş halde (sementit olarak) kalacak şekilde dökme demirin katılaşması sağlanır ve daha sonra, katılaşmış beyaz dökme demir uzun süreli ısıl işleme tabi tutularak, yapıda çözünmüş halde bulunan karbonun (sementitin grafite dönüşmesi) yapıdan ayrışması sağlanır. Uygulanan bu ısıl işlemler ile beyaz dökme demirde bulunan karbon, Şekil 8.45'te görülen rozet gurupları haline getirilir.

Temper dökme demir, beyaz dökme demirin çeşitli işlemlerden geçirilmesi sırasında mikro yapı uygulanan ısıl işleme bağlı olarak ferritik veya perlitik olur. Siyah ve beyaz matrisli olmak üzere iki ayrı türü bulunmaktadır. Temper dökme demir bazen *TG dökme demir* olarak da adlandırılır. Ayrıca, oksitleyici bir ortam yardımı ile yüzeydeki karbon da kısmen indirgenir. Temper dökme demirin kimyasal bileşim aralığı aşağıda, yapı ile ilgili örnekler Şekil 8.46-Şekil 8.49'da verilmiştir.

Element	% bileşim aralığı
C	2.2-2.9
Si	0.9-1.9
Mn	0.2-0.6
P	0.02-0.2
S	0.02-0.2

Vermiküler/Kompakt Grafitli Dökme Demirler(VGDD)

Kompakt Grafitli Dökme Demir (CGI) olarak da bilinen *Vermiküler Grafitli Dökme Demir* (VGDD), ilgi çekici özelliklere sahip bir alaşımdır. Bu dökme demir, farklı üretim teknolojileri gerektiren özellikleriyle, 1950'li yıllardan itibaren dökme demir ailesindeki yerini almıştır. Özellikle otomotiv endüstrisinde yaygın olarak

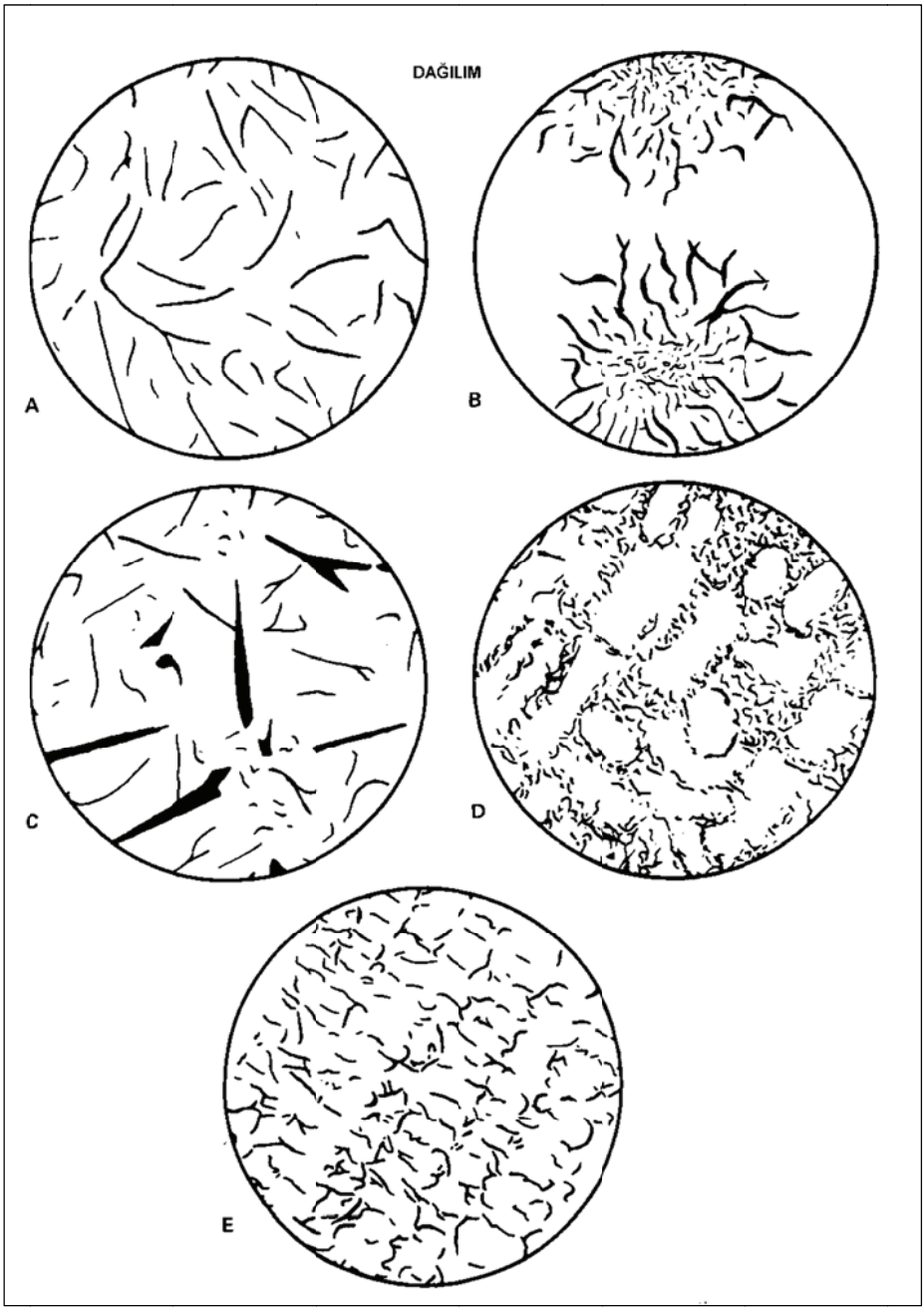
kullanılmaktadır. Mekanik özellikler; kimyasal bileşim, grafit şekli, soğutma hızı ve sıvı işlemleri tarafından belirlenir. Vermiküler (kompakt, solucanımsı) grafitli dökme demirlerin grafit yapıları oldukça karmaşıktır ve içerisinde hiç lamel grafit olmayan, ortalama %20 oranında küresel grafit ve %80 oranında vermiküler grafit bulunan bir mikro yapıya sahiptir. Vermiküler grafitler lamel grafitlerden daha kalındır ve lamel uçları yuvarlatılmıştır. Genel olarak; mekanik ve termal özellikler bakımından lamel ve küresel grafitli demirler arasında yer alır. Olağanüstü mekanik ve termal özellikleri ve üretimindeki gelişmeler vermiküler grafit dökme demiri, lamel grafitli dökme demirin yerini alabilecek alternatif bir malzeme haline getirmiştir. VGDD yüksek mekanik özellikler, iyi titreşim sönümleme kapasitesi ve termal iletkenliğe sahip olup, yüksek basınç ve nispeten düşük üretim maliyetinden dolayı diğer dökme demirlerin yerine kullanılabilmektedir. Üstün mukavemet özelliklerinden dolayı, gri dökme demirle karşılaştırıldığında, yüksek basınçlı yanma odalarının imalatına daha elverişli olup, daha verimli yanma ve düşük emisyon değerleri elde edilmesine imkan sağlamaktadır. İnce et kalınlığında parça üretmek mümkün olup, daha hafif motor parçaları imalatı söz konusu olmaktadır. VGDD otomotiv endüstrisinde özellikle son 10 yıldır çok yaygın olarak kullanılmakta, silindir kapağı ve dizel motor blokları gibi parçaların yapımında oldukça fazla tercih edilmektedir.

Üç aşamalı üretim süreci bulunmaktadır. Gri dökme demirlerin tümünde olduğu gibi demir alaşımının ergitilmesi, vermikülerleştirme ve döküm işlemlerinden oluşmaktadır. Vermikülerleştirme işleminde Mg esaslı malzemeler kullanılır. Ancak KGDD malzemede kullanılan oranların 1/3'ü kadar bir miktar tercih edilmektedir. Bunun yanında çeşitli amaçlar için Ce, Al, Sn, Ti, Ca, Re gibi elementler de kullanılmaktadır.

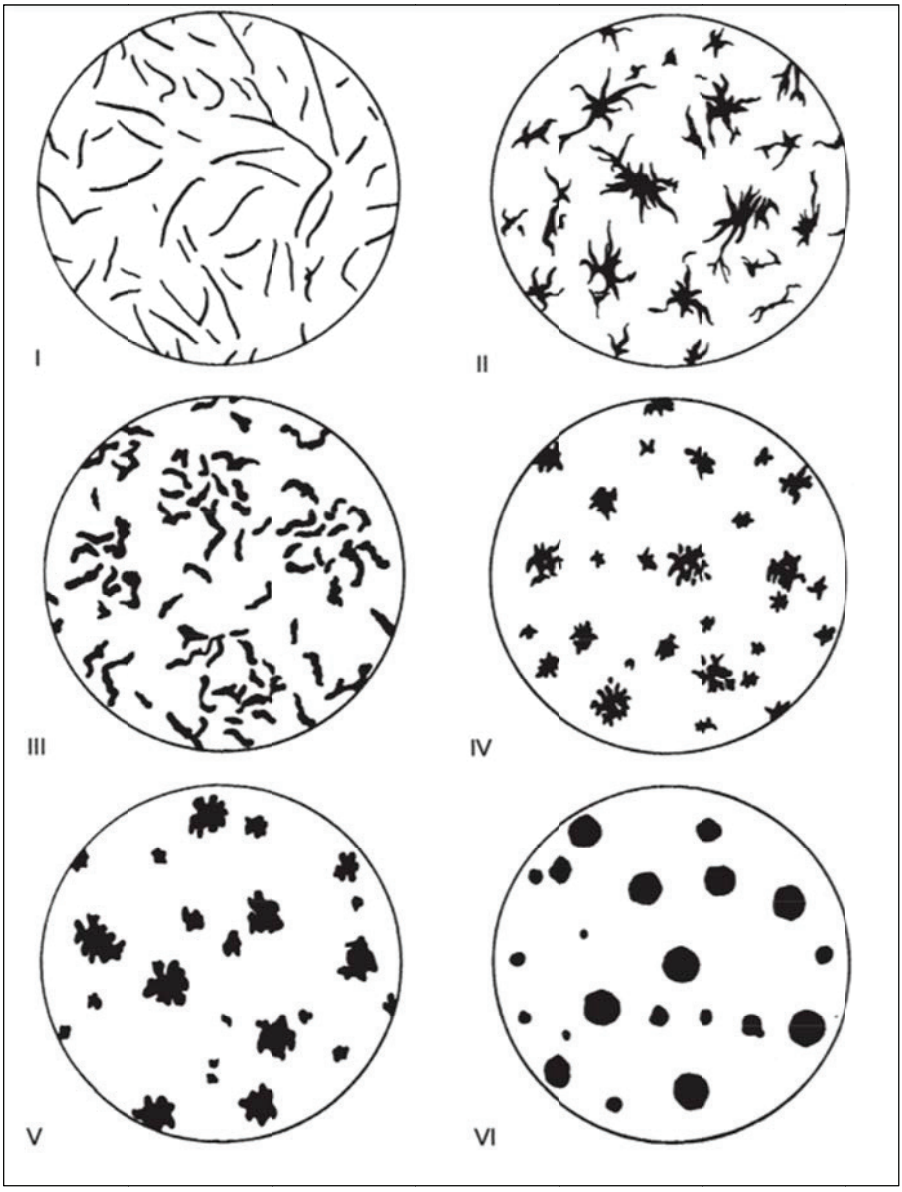
VGDD malzemeler Çizelge 8.5'te verilen standartlara veya müşteri beklentilerine uygun döküm yöntemiyle üretilir. Şekil 8.50'de grafit morfolojisinin pulsu yapıdan küresele geçişinin derin dağlanmış yapıda SEM görünümü, Şekil 8.51-Şekil 8.53'te bu malzemeye ait mikro yapı örnekleri verilmiştir.

Çizelge 8.5- *Vermiküler grafitli dökme demirler standartları [5].*

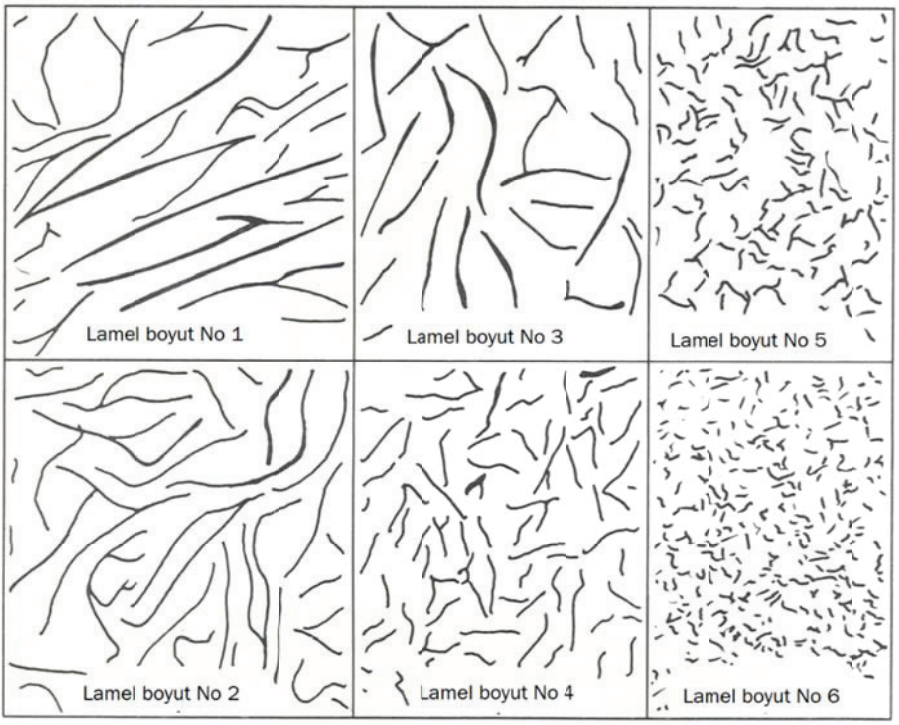
	CGI 250	*CGI 300*	*CGI 350*	*CGI 400*	*CGI 450*
Çekme Dayanımı, MPa	*250*	*300*	*350*	*400*	*450*
Akma Dayanımı, MPa	*175*	*210*	*245*	*280*	*315*
Uzama, %	*3*	*1,5*	*1*	*1*	*0,5*
Sertlik, BSD	*180*	*190*	*200*	*210*	*220*
Termal İletkenlik,W/m.K	*48*	*42*	*39*	*37*	*35*



Şekil 8.3- *Gri dökme demirde grafit dağılımı için referans diyagramlar. Burada Tip A homojen dağılım- rastgele yönlenme. Tip B rozet şeklinde gruplanma-rastgele yönlenme. Tip C ilave lamel boyutu- keyfi yönlenme. Tip D dendritlerarası segregasyon-rastgele yönlenme. Tip E dendritlerarası segregasyon-tercihli yönlenmeyi göstermektedir. Bu referans resimlerin karşılaştırma yapılırken standartta olduğu büyüklükte olması tavsiye edilmektedir [5].*

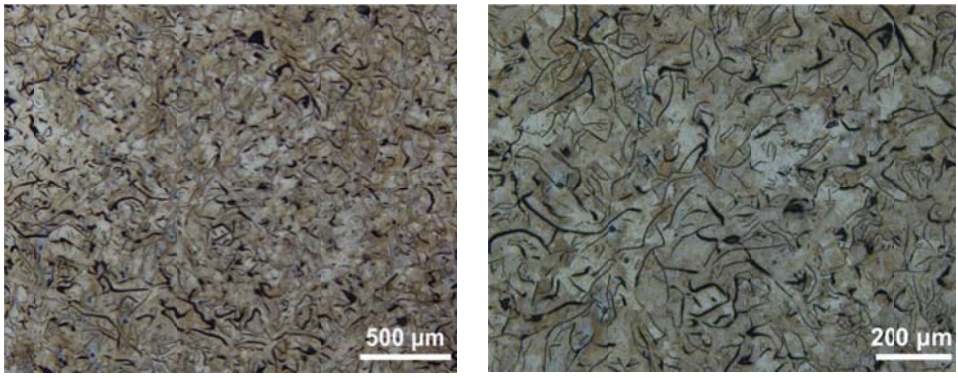


Şekil 8.4- *Dökme demirlerde tipik lamel grafit formları. ISO standardı R 945-1969 (E) X100. I) Lamel grafit, II) Yengeç tipi grafit, III) Yarı pul tip grafit, IV) Agrega (kümeleşmiş) veya temper karbon, V) Düzensiz veya açık tip nodüller, VI) Nodüler veya küresel grafit [6, 7].*

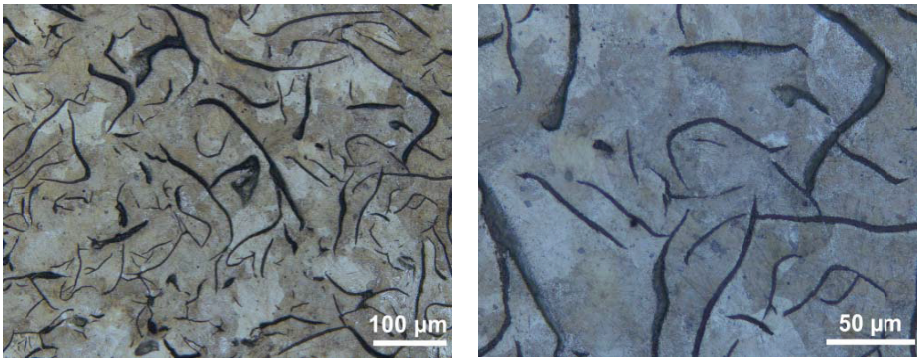


Şekil 8.5- *ASTM standartlarına göre gri dökme demirde oluşan grafit lamel boyutları (Şekiller %50 küçültülmüştür). Bütün ölçümler 100 büyütmede yapılır. Lamel büyüklükleri: No 1, 100 mm veya fazla; No 2, 50-100 mm; No 3, 25-50 mm; No 4, 12-25 mm; No 5, 6-12 mm; No 6, 3-6 mm; No 7, 1.4-3 mm arası; No 8, 1.5 mm'den küçük [8].*

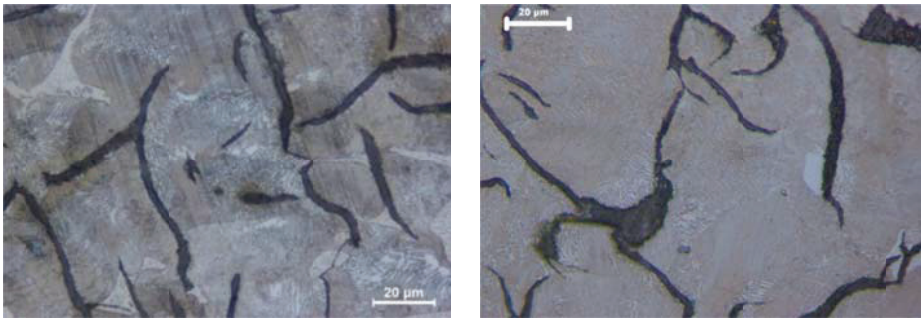
Gri Dökme Demir Mikro Yapıları



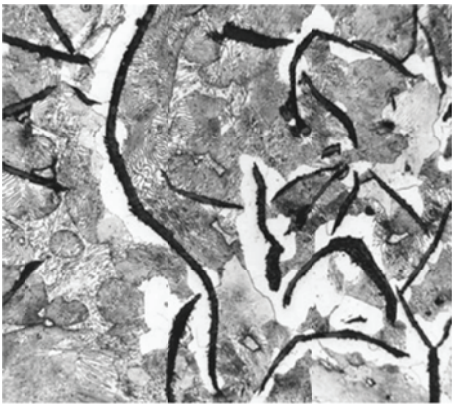
Şekil 8.6- *GG20 A tipi grafitler içeren lamel grafitli dökme demirin mikro yapısının düşük ve yüksek büyütmede görünümü. Kimyasal bileşimi yaklaşık (%) 3.35C-2.50Si-0.45Mn-0.01S-01Cu'dur.*



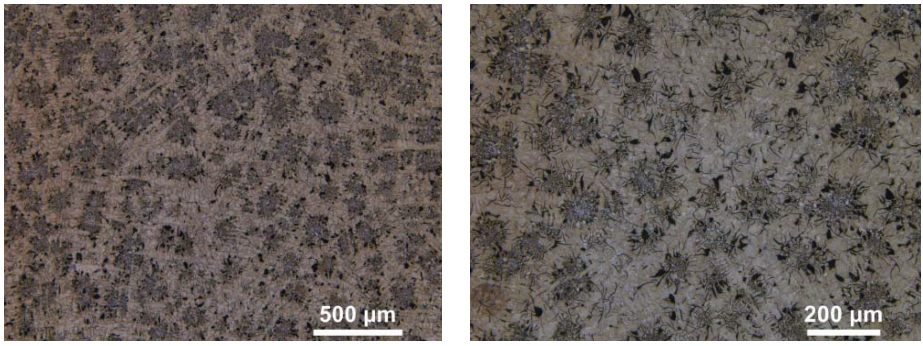
Şekil 8.6 devamı- *GG20 dökme demirin mikro yapısı daha yüksek büyütmede incelendiğinde yapıda küçük noktalar halinde inklüzyonlar, yaprak şeklinde grafit lamelleri bulunduğu ve ana yapının da perlitten (koyu gri) oluştuğu görülmektedir. Grafit yapısı A tipidir.*



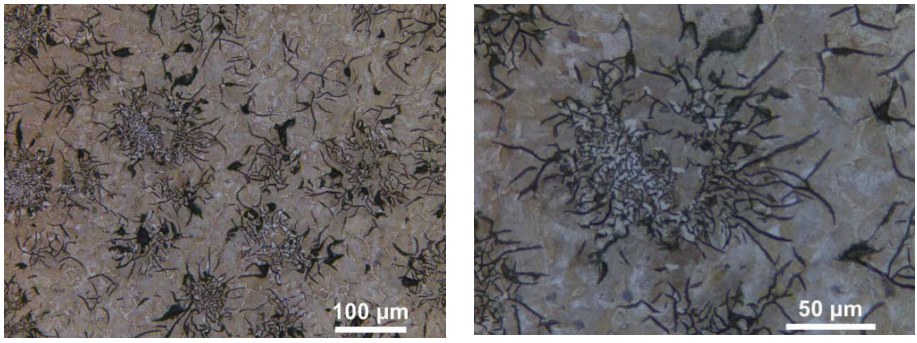
Şekil 8.7- *Gri dökme demirde siyah grafitler ve parmak izi şeklinde görülen perlitik matris yapı ve serbest karbürler (beyaz adacıklar halinde) görülmektedir. Açık gri adacıkların içerisindeki benekli yapı da steadit (demir fosfor ötektiği) yapıyı göstermektedir (solda). Daha yüksek büyütmedeki görüntüsünde perlitik matriste lamelli yapı net olarak görülürken aralarında lamel şeklindeki grafitler ve onların uç kısımlarındaki karbürler dikkat çekmektedir (sağda).*



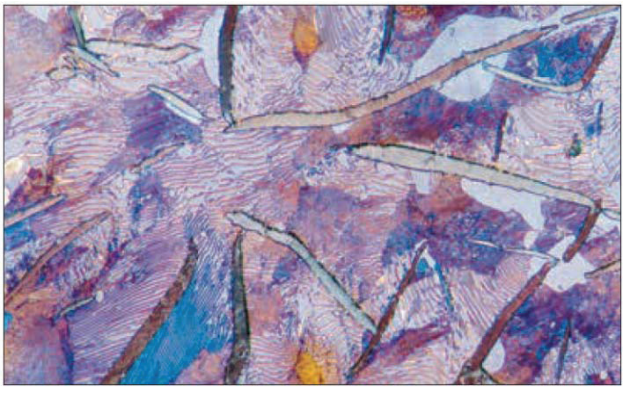
Şekil 8.8- *Ferrit-perlit matrisli gri dökme demirin yapısı. Yapıda koyu grafit lamellerinin etrafında açık renkli bölgeler ferritik yapıları, daha iç bölgelerde koyu renkli ince çizgili bölgeler ise perliti göstermektedir, X 250 [9].*



Şekil 8.9- *Rozet biçimli grafitlerden oluşan gri dökme demirin düşük (solda) ve yüksek (sağda) büyütmede mikro yapısının genel görünümü. Yüksek büyütmedeki mikro yapıda grafit yapının bir arada bulunduğunu net olarak görülmektedir.*

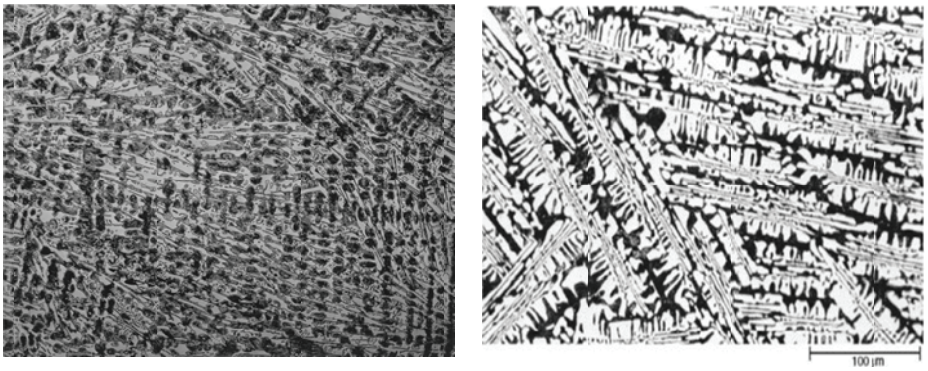


Şekil 8.10- *Gri dökme demirde grafitlerin B tipi dağılımı. Grafitler rozet tipi gruplanma ve keyfi yönlenme göstermektedir (solda). Tam rozet biçiminde kümelenmiş grafit yapının yüksek büyütmede görünümü (sağda).*

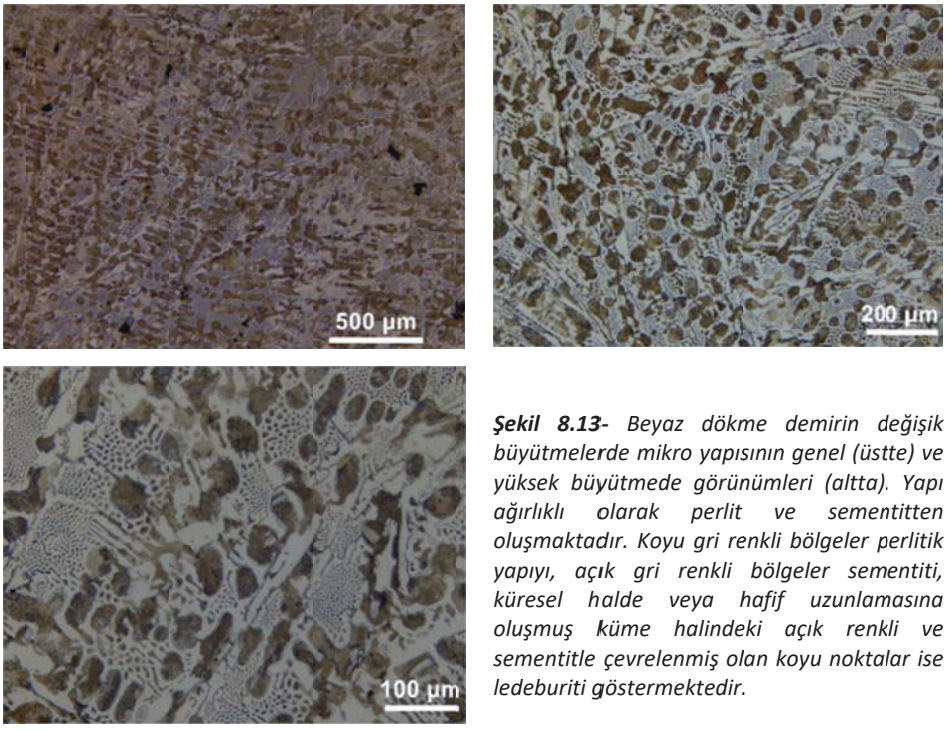


Şekil 8.11- *Perlitik gri dökme demirin Behara çözeltisiyle renkli dağlaması ile ortaya çıkan mikro yapı. Orijinal resim 1300X [10].*

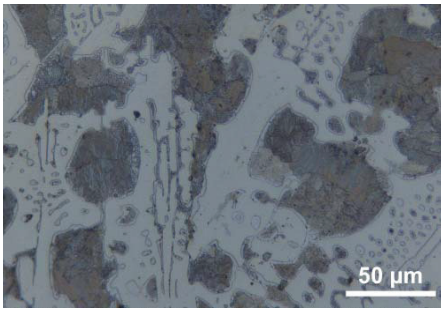
Beyaz Dökme Demir Mikro Yapıları



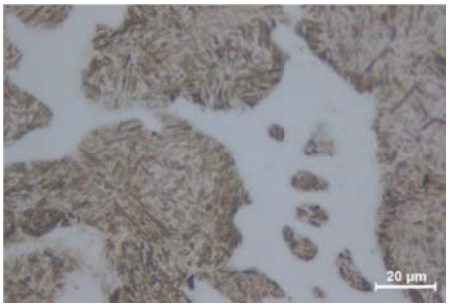
Şekil 8.12- *Beyaz dökme demirin parlatılmış ve dağlanmış mikro yapısı. Gri bölgeler perlitik yapıyı beyaz kısımlar ise sementiti (Fe_3C) göstermektedir (solda) [11] . Beyaz dökme demirde ötektik yapının optik mikroskop görünümü (sağda) [9].*



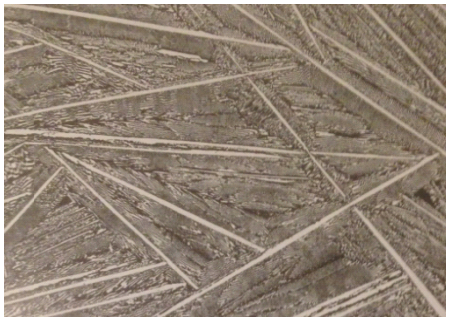
Şekil 8.13- *Beyaz dökme demirin değişik büyütmelerde mikro yapısının genel (üstte) ve yüksek büyütmede görünümleri (altta). Yapı ağırlıklı olarak perlit ve sementitten oluşmaktadır. Koyu gri renkli bölgeler perlitik yapıyı, açık gri renkli bölgeler sementiti, küresel halde veya hafif uzunlamasına oluşmuş küme halindeki açık renkli ve sementitle çevrelenmiş olan koyu noktalar ise ledeburiti göstermektedir.*



Şekil 8.14- *Beyaz dökme demirin yüksek büyütmede elde edilen yapısında açık renkli sementitin yanı sıra büyük kütle halinde koyu bölgeler perliti, aralardaki kümeleşmiş haldeki küçük benekli küresel perlitik fazlar da ledeburiti göstermektedir X500.*



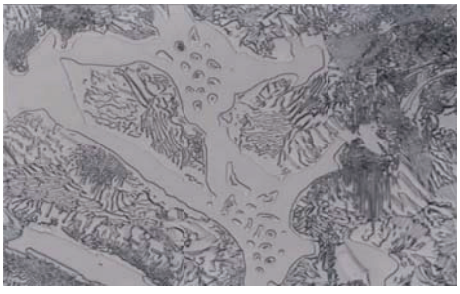
Şekil 8.15- *Beyaz dökme demirde ilk östenitin dönüşümü neticesine meydana gelen plaka tipi martenzit yapı hızlı soğuma ile oluşmuştur (koyu bölgeler). Soğuma hızı artıkça bu oluşumlarda daha da artmaktadır. Yapıdaki beyaz kısımlar ise sementiti göstermektedir.*



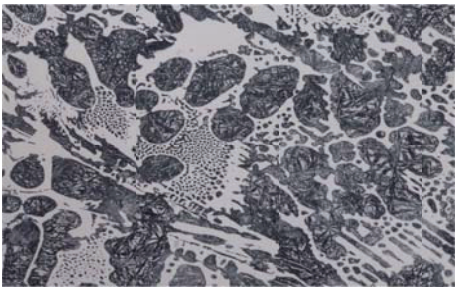
Şekil 8.16- *Ötektiküstü beyaz dökme demirin düşük büyütmeli yapısında birincil sementit iğneleri. 20X, Dağlama: %4 pikral [12].*



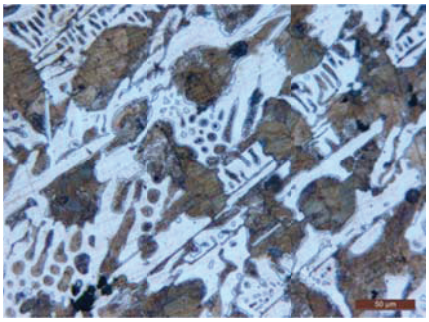
Şekil 8.17- *Dağlanmış yapıda ledeburit ötektiği ve bazı birincil sementit yapıları görülmektedir [12].*



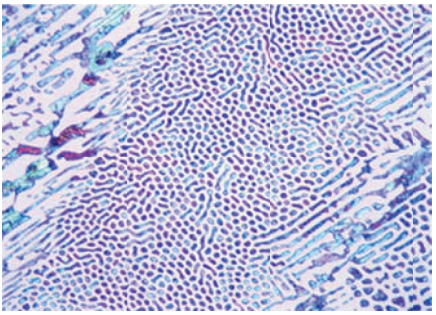
Şekil 8.18- *Beyaz dökme demirde sementit yapının % 2 Nital ile dağlama neticesinde ortaya çıkan görünümü. Ana malzeme lamelli perlittir. Orijinal büyütme X1000 [13].*



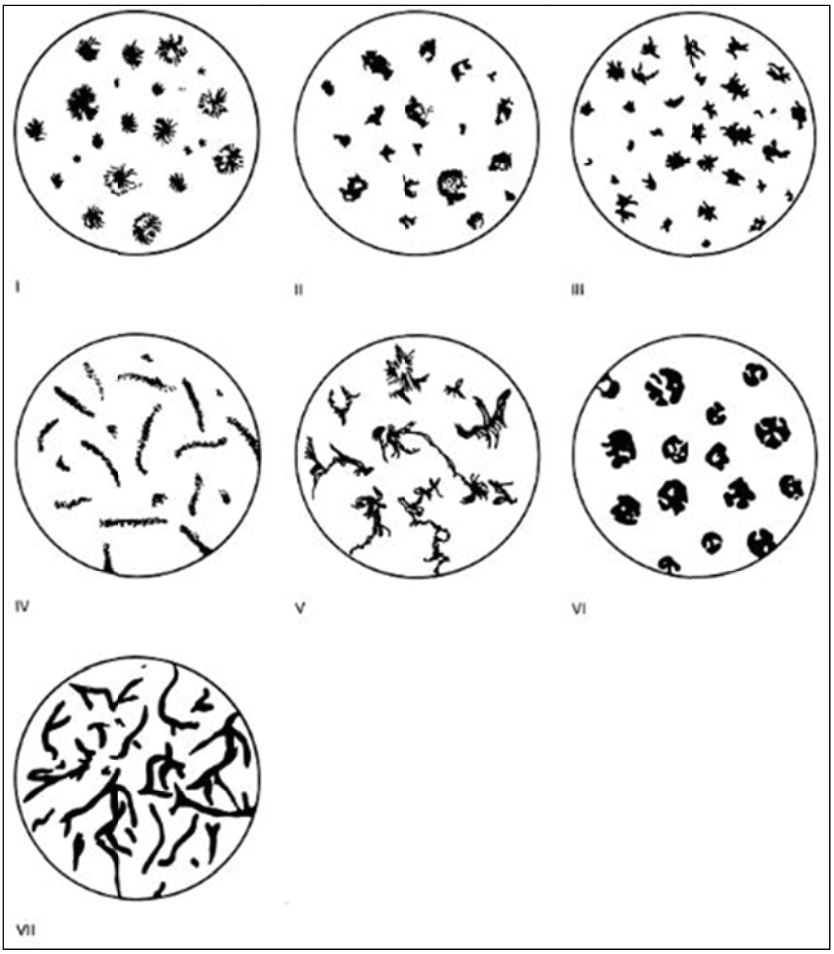
Şekil 8.19- *Dökülmüş halde NiHard çelik dökümde (Fe,3.3C,0.9Mn,0.9Si,1.8Cr,4.4Ni,0.4Mo) ledeburit yapı. Yüksek alaşım elementinden dolayı östenit fazları kısmi olarak martenzite dönüşmüş sementit çukurları arasındadır. Kalıntı östenit martenzitin iğnemsi yapı arasındadır. Dağlama: %10 sodyum metabisülfit, X 200 [13].*



Şekil 8.20- *Beyaz dökme demirde plaka martenzit (koyu bölgeler) ve sementit (açık renkli bölgeler) yapının görünümü [13].*

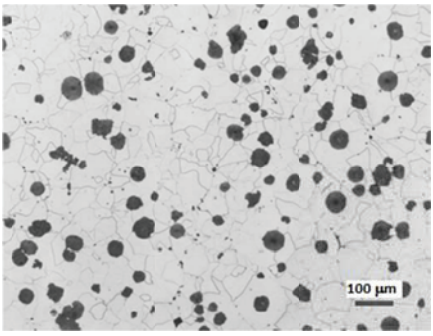


Şekil 8.21- *Beyaz dökme demirde ledeburit. (Fe-4.0C, 0.3Si, 0.16Mn, 0.91Cr). Dağlama: Bahara sülfamik asit çözeltisi (100 mL su, 3-g $K_2S_2O_5$ ve 2 g NH_2SO_3H), X 500 [13].*

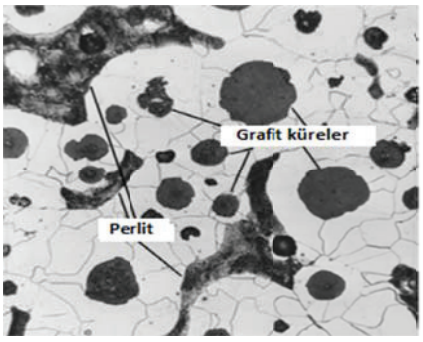


Şekil 8.22- *ASTM A 247'ye göre tipik grafit şekilleri. I- Küresel grafit; II- Rozet grafit yapı (tam küresel olmayan); III- Temper grafit; IV- Yumru (sıkıştırılmış) grafit V- Bozulmuş (yengeç biçimli) grafit; VI- Düzensiz (patlamış mısır biçimli) grafit; VII- Lamel grafit [14].*

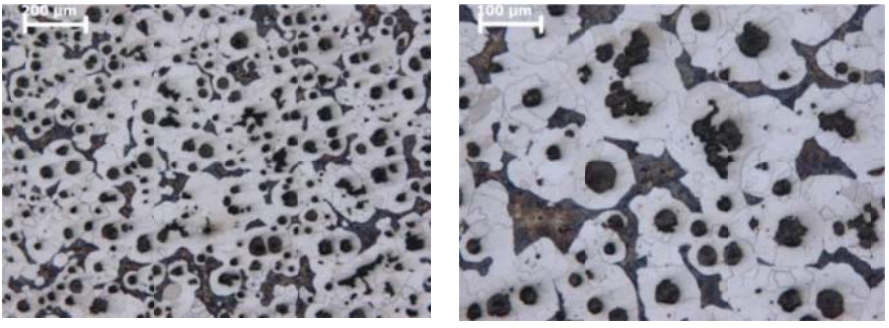
Küresel Grafitli Dökme Demir Mikro Yapıları



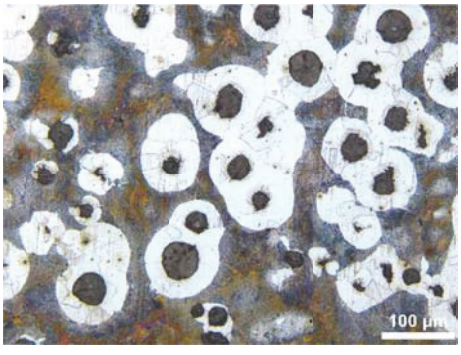
Şekil 8.23- *Ferritik küresel grafitli dökme demirin mikro yapısı. Yapı ferrit (beyaz kısımlar) ve grafit nodüllerden (siyah küreler) oluşmaktadır. Dağlama: %2 Nital [15].*



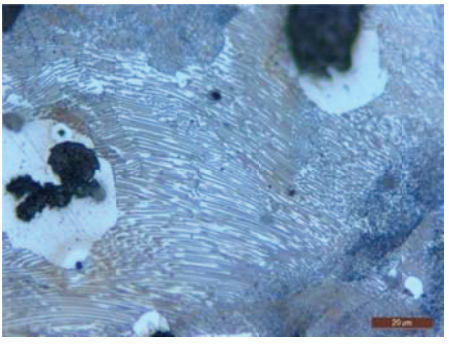
Şekil 8.24- *Ağırlıklı olarak ferritik matrisli kısmen de perlitik yapı içeren küresel grafitli dökme demir, X 250 [9].*



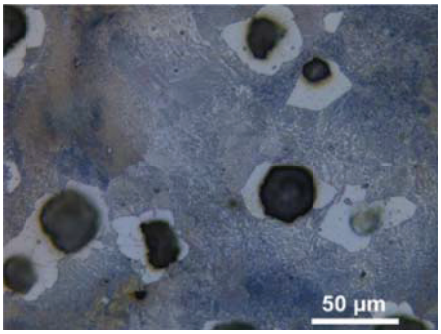
Şekil 8.25- *Küresel grafitli dökme demirin yapısı. Yapı ağırlıklı olarak ferritik olup (açık renkli bölgeler) çok az perlit içermektedir (koyu gri renkli bölgeler). Dana gözü (Bulls eye) olarak adlandırılan küresel grafitli dökme demirin (siyah küresel bölgeler) düşük ve yüksek büyütmede elde edilen mikro yapısı.*

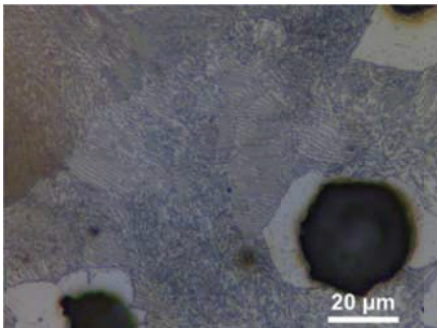


Şekil 8.26- *Perlitik küresel grafitli dökme demir. Matris perlitik olup küresel grafitlerin etrafı beyaz bir halka olarak ferritle çevrelenmiştir. Bu yapı "dana gözü" olarak isimlendirilmektedir.*

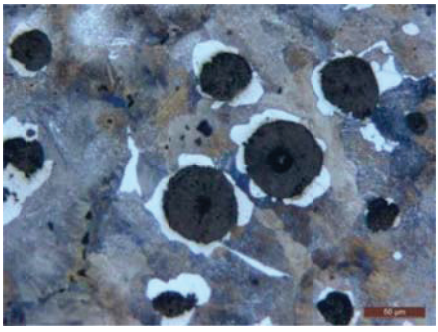


Şekil 8.27- *Perlitik temper dökme demirde parmak izi şeklindeki perlitik matris ve patlamış mısır şeklinde (ASTM A 247 ye göre VI tip) grafit yapı (siyah bölgeler temper karbon) görülmektedir.*

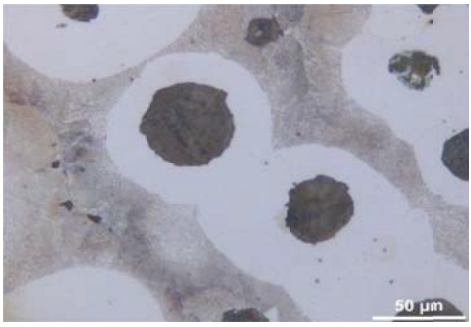




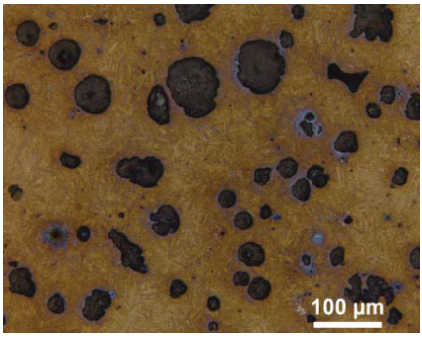
Şekil 8.28- *Perlitik küresel grafitli dökme demir malzemede siyah küresel grafitlerin etrafında beyaz bölgelerin ferritik yapıda olduğu, görünüm itibarı ile de "dana gözü" olarak anıldığı ve matrisin de ağırlıklı olarak perlitik olduğu, düşük ve yüksek büyütmeli yapılarda görülmektedir. Yüksek büyütmede matrisin parmak izi şeklinde perlitik yapıdan oluştuğu ve yapının lamelli görünümü açık bir şekilde görülmektedir.*



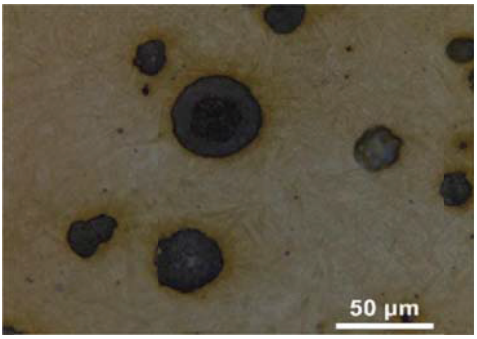
Şekil 8.29- *KGDD GG60- perlitik küresel grafitli dökme demirin yapısı. Yapı küresel grafit, etrafında beyaz ferrit ve koyu gri perlitik yapıdan oluşmaktadır. X200.*



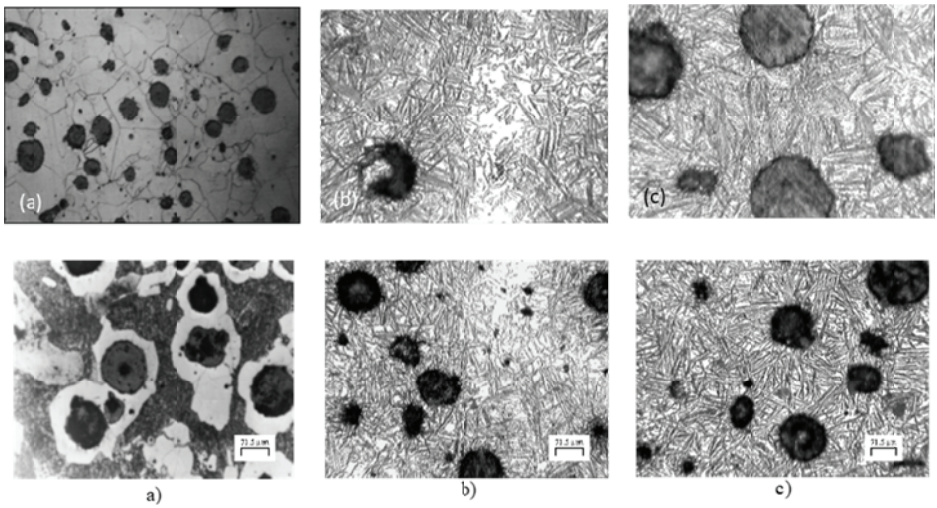
Şekil 8.30- *KGDD GGG 50 küresel grafitli dökme demirin yapısında garfitlerin etrafında çok miktarda ferrit (beyaz renkli) ve perlit (koyu gri renkli) görünmektedir. X500, Dağlama: %2 Nital.*



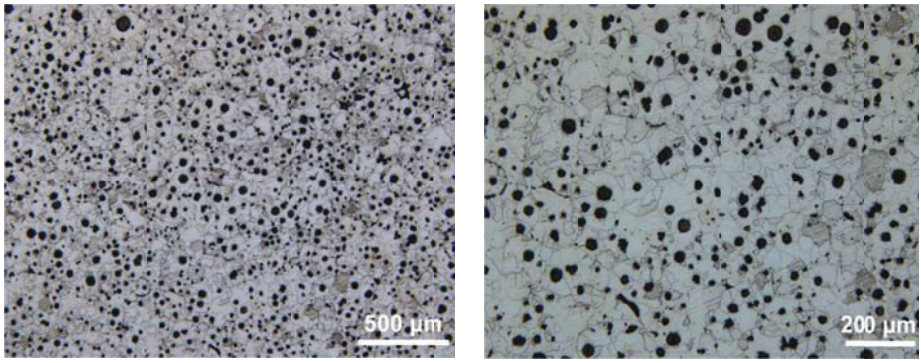
Şekil 8.31- *Martenzitik küresel grafitli dökme demirin yapısı içerisinde dağılmış küresel grafitlerin görünümü.*



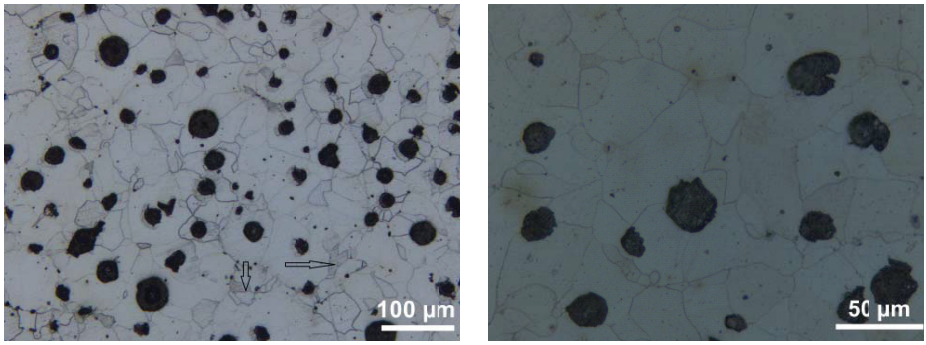
Şekil 8.32- *Martenzitik küresel grafitli dökme demirin daha yüksek büyütmede elde edilen iğnemsi matris yapısı.*



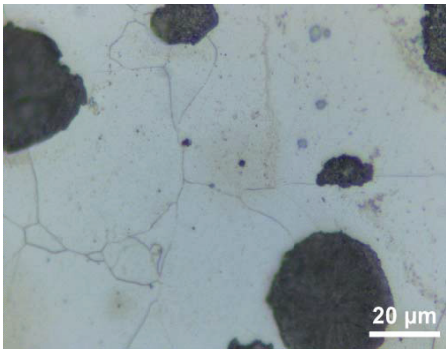
Şekil 8.33- *İki farklı küresel grafitli dökme demirin mikro yapısı. (a) Döküldüğü şekilde, (b) 60 dakika, (c) 200 dakika östemperlenmiş yapı. Dağlama: % 2 Nital, X400 [16].*



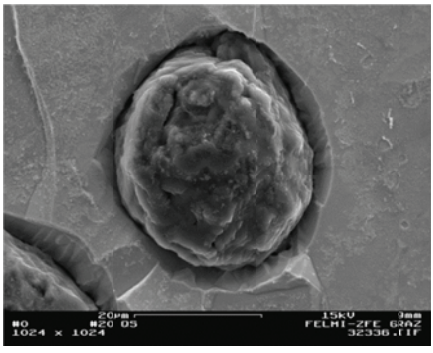
Şekil 8.34- *GGG40 Ferritik küresel grafitli dökme demirin (Fe, 3.6C, 2.8Si, 0.02S, 0.055Mg, 0.1P) düşük (X25) ve yüksek büyütmede (X50) mikro yapısı.*



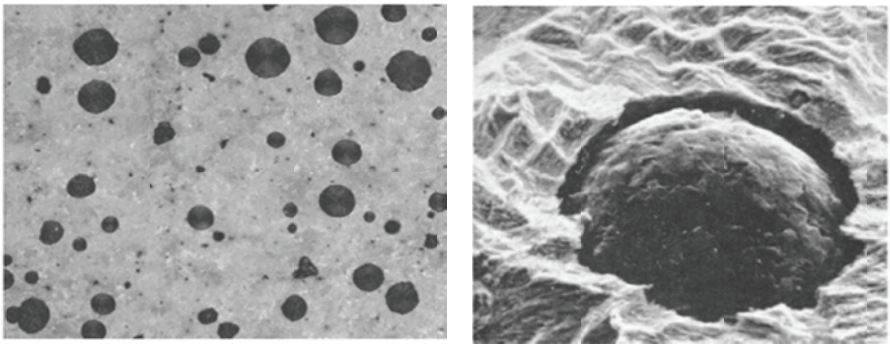
Şekil 8.35- *GGG40 küresel grafitli dökme demirin mikro yapısı daha yüksek büyütmede incelendiğinde genel olarak matrisin ferritik olduğu ancak çok az da olsa perlit adacıkları bulunduğu görülmektedir (okla gösterilmiştir), X200.*



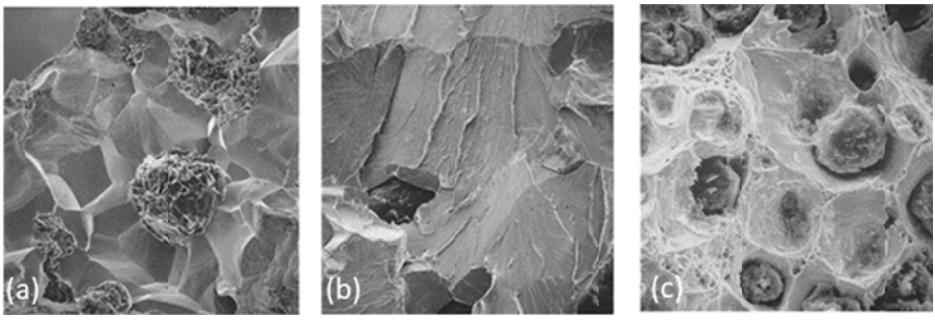
Şekil 8.36- *Ferritik küresel grafitli dökme demirde yüksek büyütmede ferritik matris ve küresel yapının görünümü.*



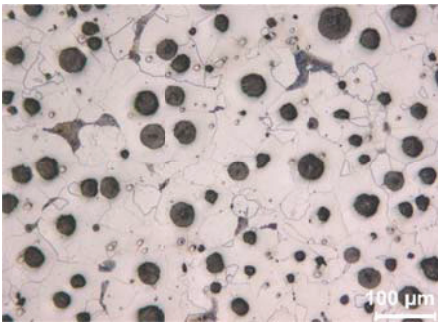
Şekil 8.37- *Ferritik matrisli küresel grafitli dökme demirin derin dağlaması ile ortaya çıkan tek bir grafit yumrusunun SEM görünümü [17].*



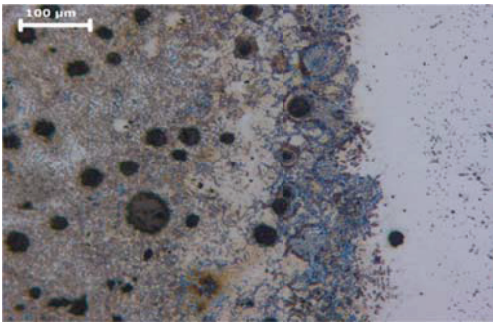
Şekil 8.38- *Küresel grafitli dökme demirin parlatılmış (solda-X100) ve derin dağlanmış yüzey yapısı (sağda-X 950). Derin dağlanmış yapıda kuvvetli asidin etkisi ile grafit-matris ara yüzeyinde yüksek enerjiden dolayı ayrışma meydana gelmiştir [9].*



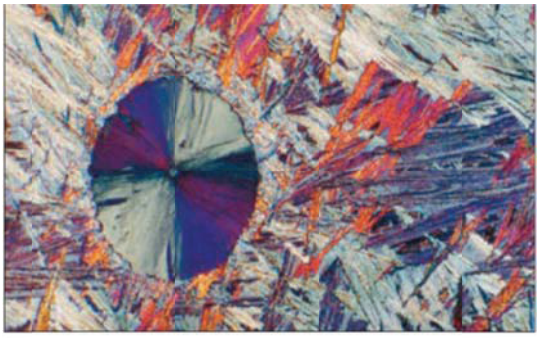
Şekil 8.39- *Küresel grafitli dökme demirde çeşitli kırık yüzey SEM yapıları. (a) İyon nitrürlenmiş tabakada taneler arası kırılma, (b) Tane içlerinden klivaj kırılma, (c) Grafit nodülleri etrafında eş eksenli mikro gözeneklerin oluşumu ile meydana gelen sünek kırılma, X500 [9].*



Şekil 8.40- *Ferritik küresel garfitli dökme demirin optik mikro yapısı, X100, Dağlama: %2 Nital.*

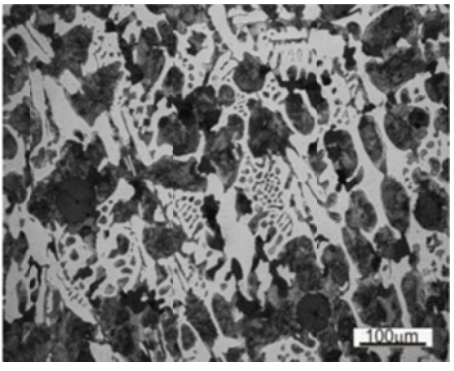


Şekil 8.41- *Kaynaklı KGDD malzemede kaynak bölgesinden içeriye doğru mikro yapı. Yapıda sağ tarafta kaynak metali, ortadaki beyaz görünümlü ara bölge martenzit yapıyı göstermektedir.*

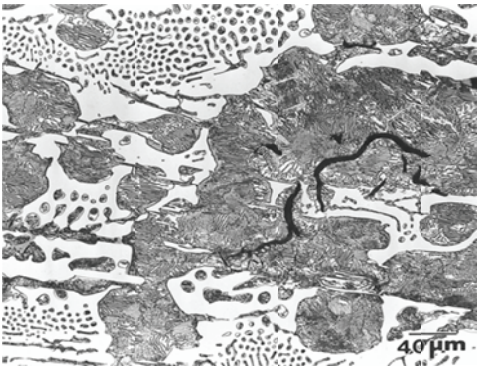


Şekil 8.42- *Östemperlenmiş sünek dökme demirde nodüler grafit, alt beynit ve kalıntı östenitin yapısı. X1300, Dağlama Modifiye Behara- Martenzit çözeltisi [10].*

Benekli Dökme Demir Mikro Yapıları

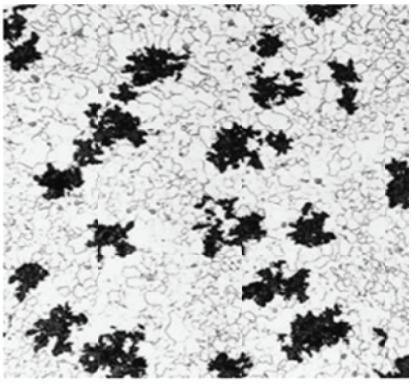


Şekil 8.43-*Benekli dökme demirin yapısı perlit (koyu gri renkli), sementit (açık renkli), ledeburit (küçük perlit parçacıklarından oluşan benekli kümeler halinde) ve siyah grafit lamellerinden oluşmaktadır [18].*

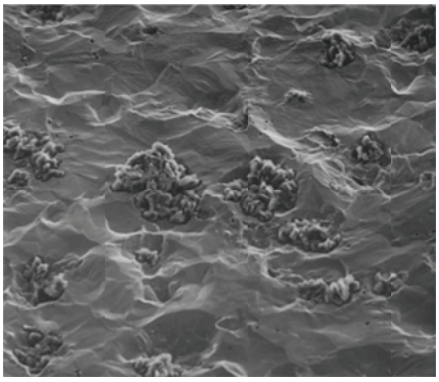


Şekil 8.44- *Benekli dökme demirin mikro yapısı. Yapı perlit (koyu gri bölgeler), sementit (daha açık renkli bölgeler), ledeburit (küçük küresel perlitik kümeleri) ve grafit lamellerinden (koyu renkli bölgeler) oluşmaktadır. Dağlama:% 4 Nital, X250 [19].*

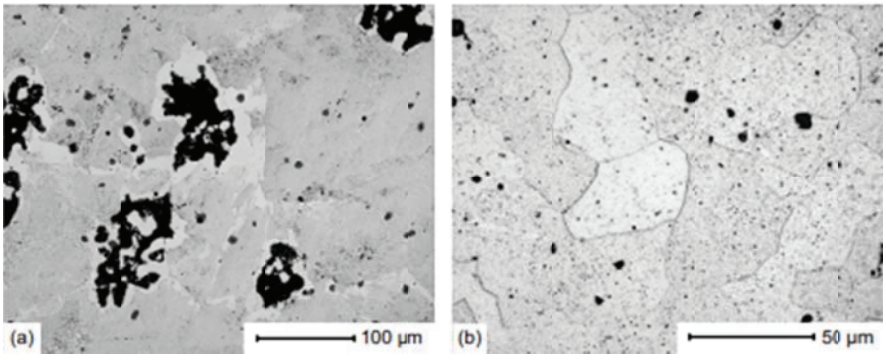
Temper Dökme Demir Mikro Yapıları



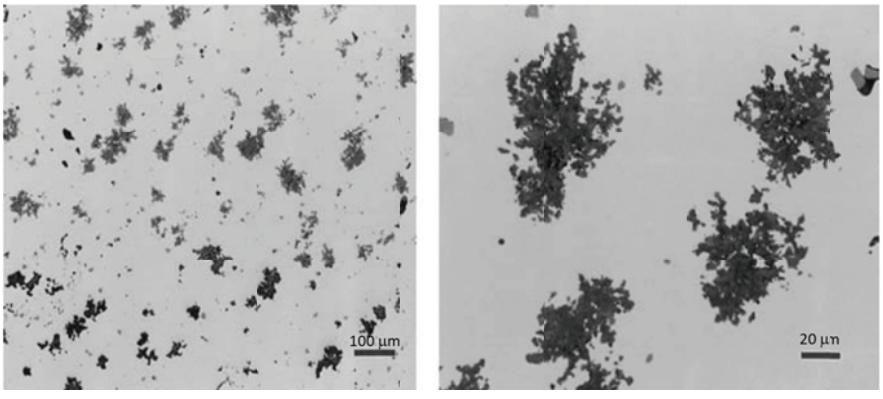
Şekil 8.45- *Temper dökme demirin mikro yapısı. Şekilde koyu grafit rozetleri α-ferrit matriste siyah temper karbonunu göstermektedir [20]. X100*



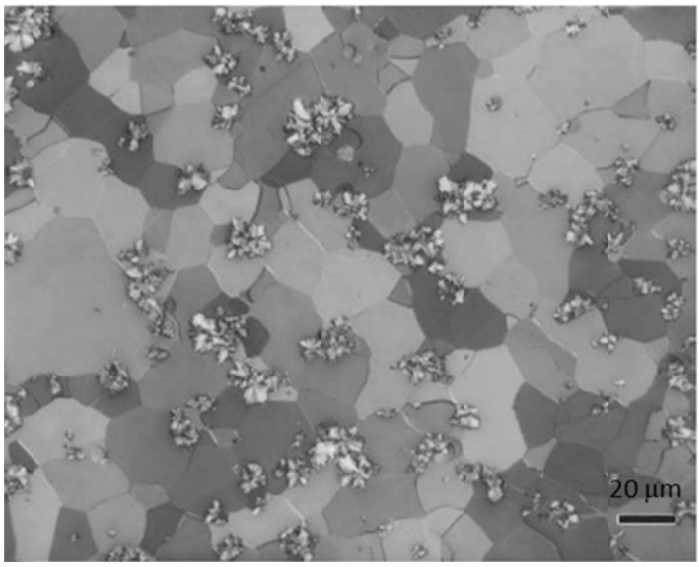
Şekil 8.46- *Derin dağlanmış temper dökme demirde grafit nodüllerinin SEM mikro yapısı [11].*



Şekil 8.47- *Temper dökme demirde mikro yapı: (a) siyah (dövülebilir) temper dökme demir, (b) beyaz temper dökme demir [21].*

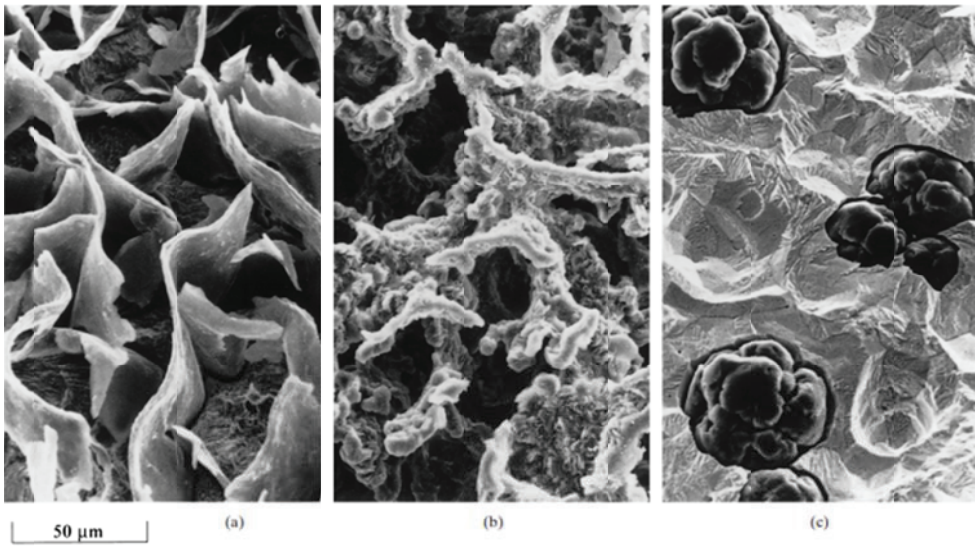


Şekil 8.48- *Ferritleme tavlama işleminden sonra temper dökme demirde grafit nodüllerinin değişik büyütmelerde parlatılmış numunede görünümü [15].*

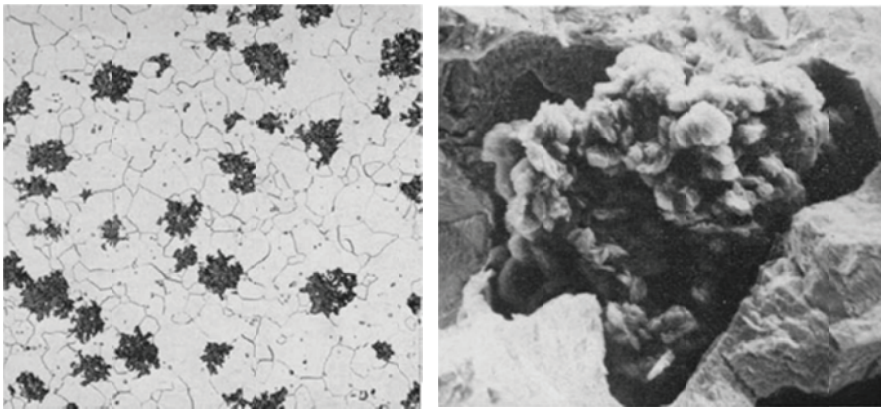


Şekil 8.49- *Ferritleme tavlamasından sonra temper dökme demirde oluşan grafit nodülleri. Ferrit matris Beraha sulfamik asit çözeltisi ile reklendirilmiştir [15].*

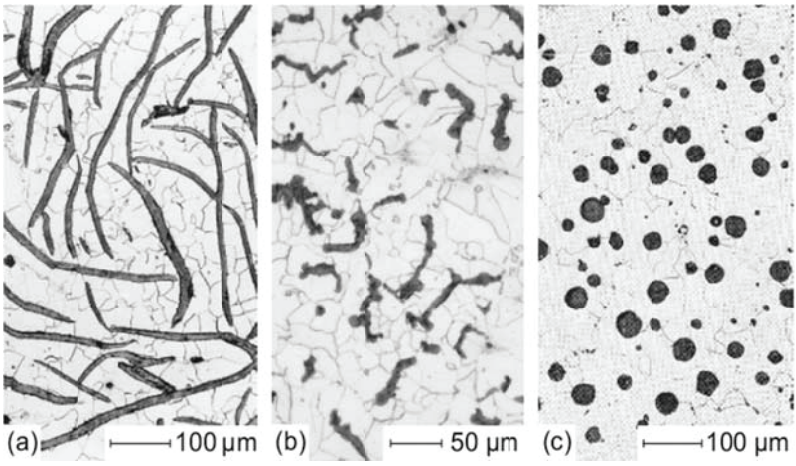
Vermiküler Dökme Demir Mikro Yapıları



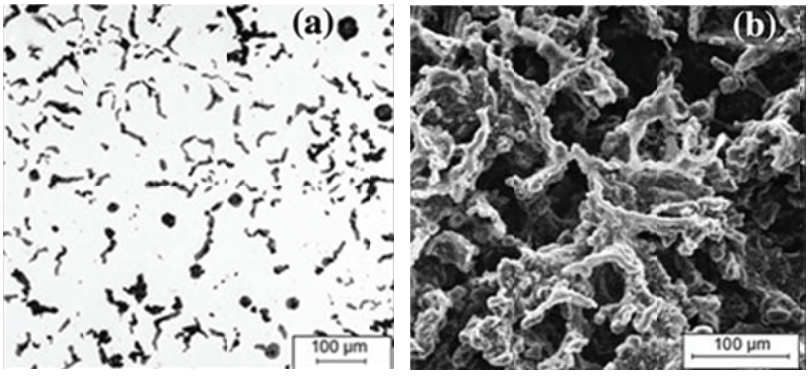
Şekil 8.50- *Grafit morfolojisinin pulsu yapıdan küresele geçişinin derin dağlanmış yapıda SEM görünümü. Bu dönüşüm yapıya Mg, Cr, N veya Mg+Ti ilavesi ile mümkün olmaktadır. Şekilde grafit partiküllerinin üç boyutlu yapısı görülmektedir. Bunlar: (a) Gri dökme demir, (b) Vermiküler grafitli dökme demir, (c) Sünek (veya küresel) grafitli dökme demir [11].*



Şekil 8.51- *Vermiküler dökme demirin parlatılmış (solda- X100) ve derin dağlanmış yüzey yapısı (sağda- X850) [9].*



Şekil 8.52- *(a) Lamel grafitli dökme demir, (b) vermiküler grafitli dökme demir ve (c) küresel grafitli dökme demir malzemelerde oluşan grafit yapıları [21].*

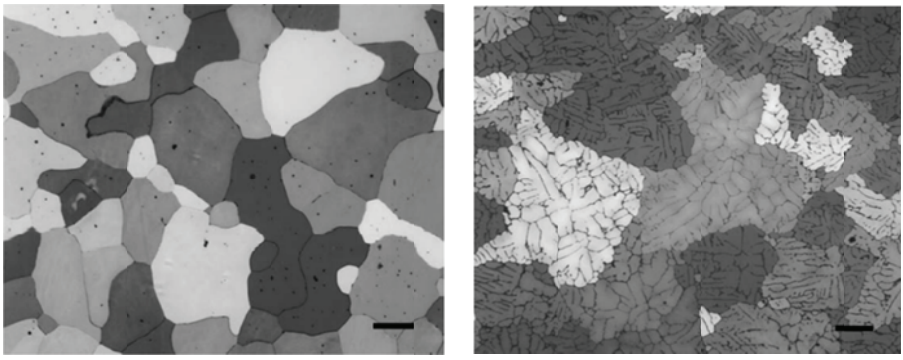


Şekil 8.53- *Vermiküler grafitli dökme demirin 2 boyutlu (a) ve 3 boyutlu (b) derin dağlanmış yapısının SEM görüntüleri [22].*

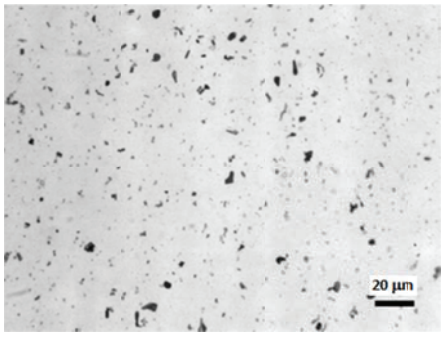
BU BÖLÜMDE KULLANILAN KAYNAKLAR

1. *ASM Handbook, Metallography and Microstructures, Vol. 9,* ASM, USA, 1992.
2. Callister, W. D. and Rethwisch, D. G., *Kenal Genel (Çev. Ed.), Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, 8. Baskı,,* Nobel Yayın, 2013.
3. *ASM International Handbook Committee, ASM Specialty Handbook Cast Irons* ASM International, OH, USA, 1996.
4. *ASTM A532/A532M-10 (2019), Standard Specification for Abrasion-Resistant Cast Irons*, 2019, ASTM International.
5. *ASTM A842-11A, Standard Specification for Compacted Graphite Iron Castings*, 2022,
6. *ISO 945-1, Microstructure of Cast Irons*, 2017, ISO.
7. Scott, D. A., *Metallography and Microstructure in Ancient and Historic Metals,* Getty Publications, 1992.
8. Brick, R. M., *Structure and Properties of Engineering Materials,* McGraw-Hill, USA, 1977.
9. Verhoeven, J. D., *Steel Metallurgy for the non-Metallurgist,* ASM International, USA, 2007.
10. *SumMet, The Sum Of Our Experience, A Guide to Materials Preparation & Analysis Solutions for Materials Preparation, Testing and Analysis,* Buehler Publication, Lake Bluff, IL, USA, 2007.
11. Sinha, A. K., *Physical Metallurgy Handbook,* McGraw-Hill, USA, 2003.
12. Bailey, A. R. and Samuels, L. E., *Foundry Metallography: An Elementary Analysis of the Microstructure and Properties of Selected Foundry Alloys,* Metallurgical Services Laboratories Limited, 1971.
13. Evcil, A., *The Microstructure of Ferrous Alloys*. 2016, Buehler Ltd.
14. *TS EN ISO 945, Dökme Demir-Grafit Mikroyapısının Gösterilmesi* 2006, TSE.
15. MacKenzie, D. S. and Totten, G. E., *Analytical Characterization of Aluminum, Steel, and Superalloys,* CRC press, USA, 2005.
16. Şeker, U., Ciftci, I. and Hasirci, H., *The Effect of alloying elements on surface roughness and cutting forces during machining of ductile iron.* Materials & Design, 2003. 24(1): p. 47-51.
17. https://www.giessereilexikon.com/en/foundry-lexicon/Encyclopedia/show/ferrite-2563/, [Erişim yılı: 2023].
18. Krawczyk, J. and Pacyna, J., *Influence of a matrix on properties of mottled cast iron applied for mill rolls.* Archives of Foundry Engineering, 2010. 10(3): p. 45-50.
19. Bramfitt, B. L. and Benscoter, A. O., *Metallographer's Guide: Practice and Procedures for Irons and Steels,* ASM International, OH, USA, 2006.
20. Callister Jr, W. D. and G, R. D., *Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Integrated Approach,* John Wiley & Sons, USA, 2008.
21. Berns, H. and Werner, T., *Ferrous materials: steel and cast iron,* Springer Science & Business Media, Leipzig, Germany, 2008.
22. Alonso, G., Stefanescu, D., Larrañaga, P. and Suarez, R., *Graphite nucleation in compacted graphite cast iron.* International Journal of Metalcasting, 2020. 14(4): p. 1162–1171.

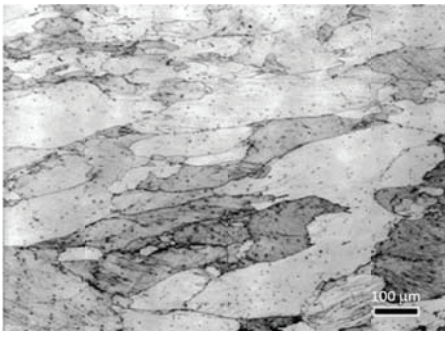
ALÜMİNYUM VE ALAŞIMLARI



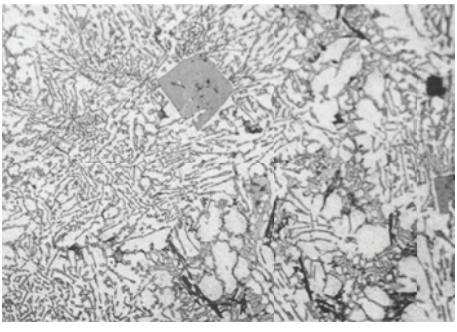
Şekil 9.1- *Süper saf Al numunenin iç tarafında oluşan eş eksenli alfa taneleri ve tane içlerindeki siyah noktalar halinde intermetalik fazlar (solda). 1100 Al malzemenin (%99 Al) döküldüğü şekildeki mikro yapısında dendritik katılaşma yapısı (sağda). Dağlama: Elektrolitik Barker çözeltisi ile 30 V, 2 dak. Orijinal büyütme X50 [1]. Ölçek çubuğu 100µm'dir.*



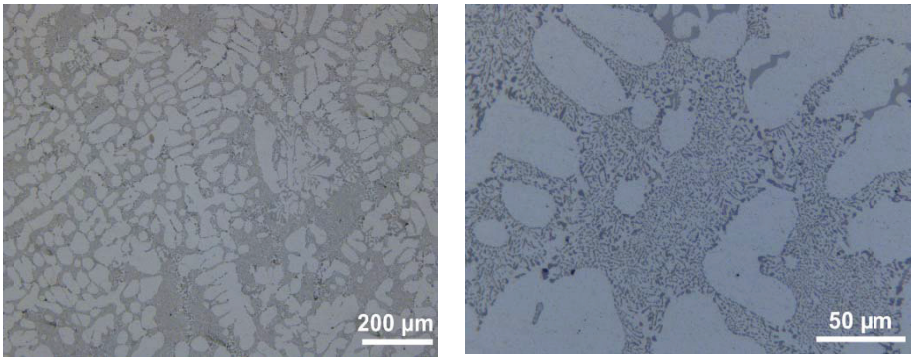
Şekil 9.2- *Dövme AA1100 Al alaşımının yapısı. Resimde siyah olarak görülen yapılar $FeAl_3$ intermetaliklerdir [1].*



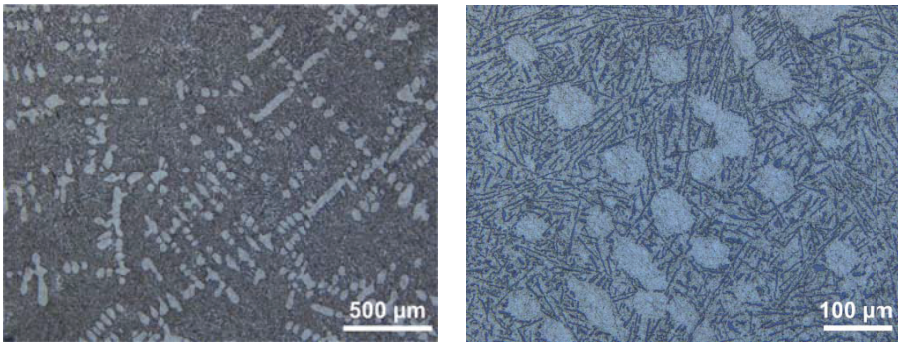
Şekil 9.3- *Dövülmüş AA2012 Al alaşımının iç kısımlarda deformasyona uğramış tane yapısı. Tane içlerindeki küçük gri noktalar Al_2Cu intermetaliklerdir [1].*



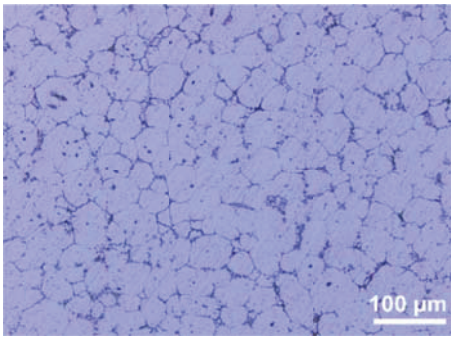
Şekil 9.4- *Ticari olarak üretilmiş ötektik üstü Al-Si alaşımında birincil Si fazı ve Al-Si ötektik yapının görünümü [2].*



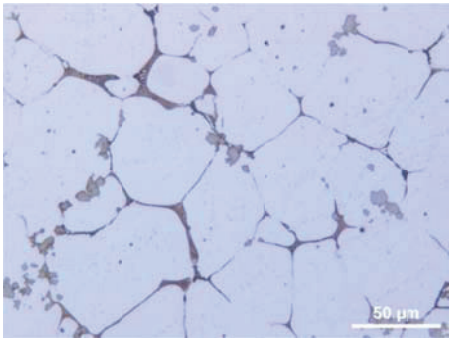
Şekil 9.5- *Al-Si A356 alaşımının (Al,7Si,0.3Mg) düşük (X50) ve yüksek büyütmede (X500) optik mikro yapısı. Yapıda Al-Si ötektiği (küçük koyu renkli) ve α-Al fazı (açık renkli) olarak görülmektedir*



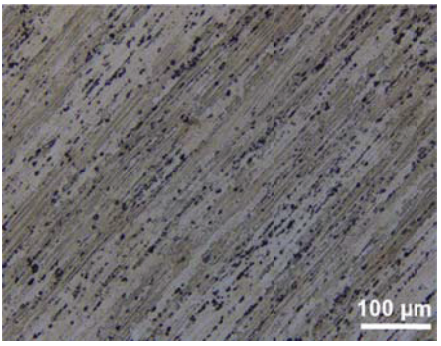
Şekil 9.6- *Ötektikaltı Al-Si alaşımının mikro yapısının düşük (solda) ve yüksek büyütmede (sağda) genel görümümü. Yapıda açık renkli bölgeler α-Al dendritleri göstermektedir. Dendritler arasında kalan koyu renkli bölgelerde ötektik reaksiyon sonucu oluşan iğne görünümlü Si tabakalarıdır. Dağlama: 0.5 HF çözeltisi.*

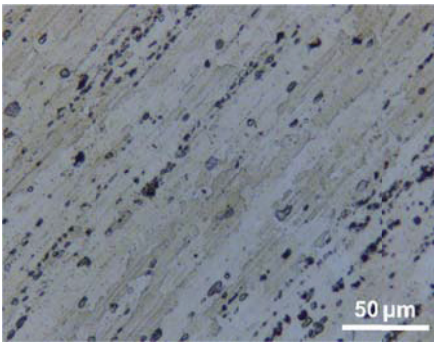


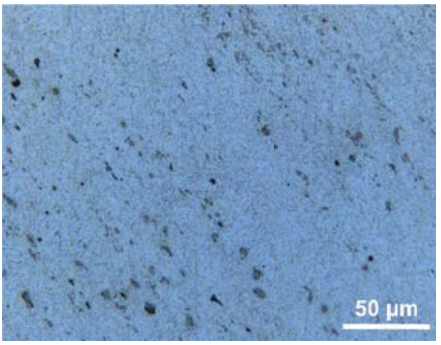
Şekil 9.7- *AA7075-tikso dökümle üretilmiş alaşımın (Al,5.6Zn, 2.5Mg, 1.6Cu, 0.5Fe, 0.5Si, Mn, Cr) mikro yapısının genel görünümü, X100.*



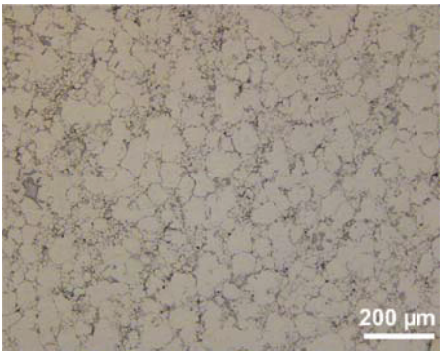
Şekil 9.8- *Tikso-dökümle üretilmiş AA7075 Al alaşımında tane sınırlarında küremsi Al-Zn-Cu ötektiği ve intermetalik parçacıklar. X500 Dağlama: Keller çözeltisi, X200.*



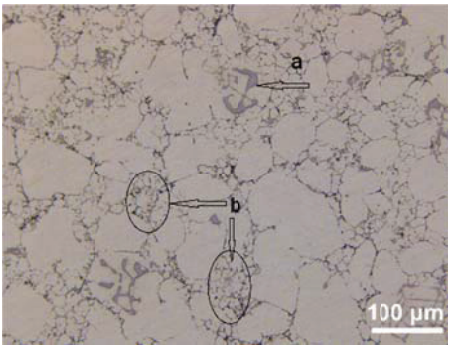




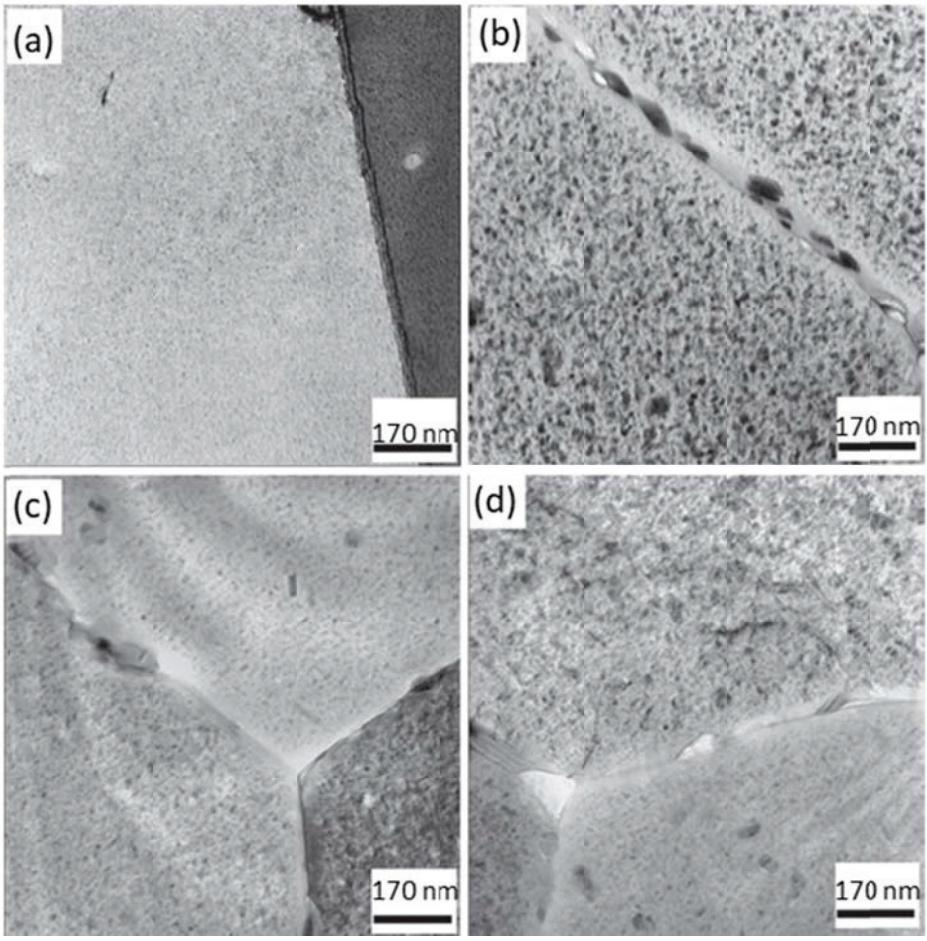
Şekil 9.9- *AA7075 (Al,5.6Zn,2.5Mg,1.6Cu, 0.3Cr) ektrüze Al alaşımında deformasyon yönünde dizilmiş Zn çökeltilerin (siyah noktalar) ve $FeAl_3$ partiküllerin (gri renkli) düşük ve yüksek büyütmede görünümü (üstte). Aynı malzemenin enine kesit boyunca görülen partikül dağılımı ve yönlenmesi görülmektedir (altta).*



Şekil 9.10- *AA2024 (Al-4Cu) rheo döküm alaşımının mikro yapısı. Dağlama: Keller çözeltisi.*

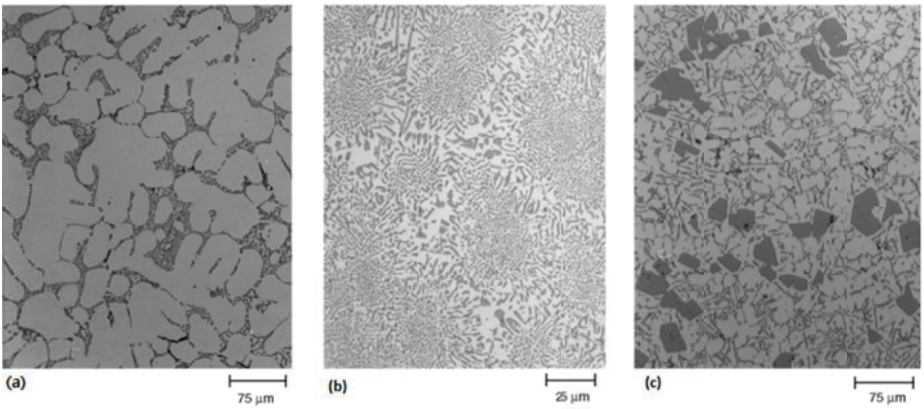


Şekil 9.11- *AA2024 malzemede oluşan intermetalik fazlar (a) ve Al-Cu ötektiği (b). Dağlama: Keller çözeltisi.*

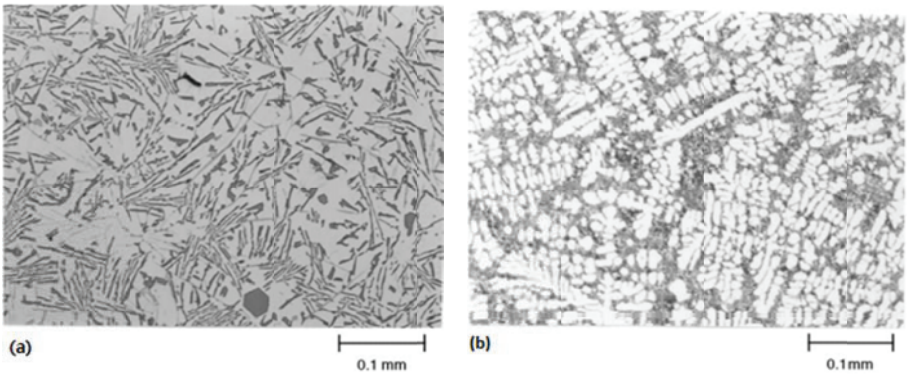


Şekil 9.12- *Farklı yaşlandırma işlemleri sonrasında dövme alaşımının TEM mikro yapısı. (a) en yüksek yaşlanma (T6), (b) aşırı yaşlanma (T73), (c) çift yaşlandırma işlemi, (d) bozulma sonrası yeniden yaşlandırma işlemi (RRA) [3].*

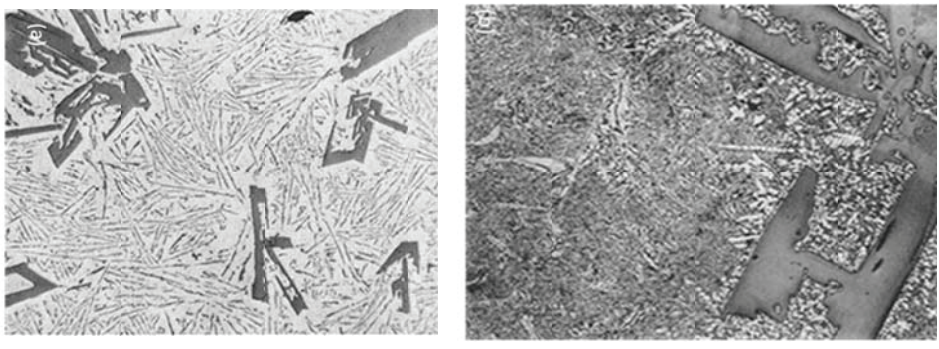
Al-Si Alaşımları



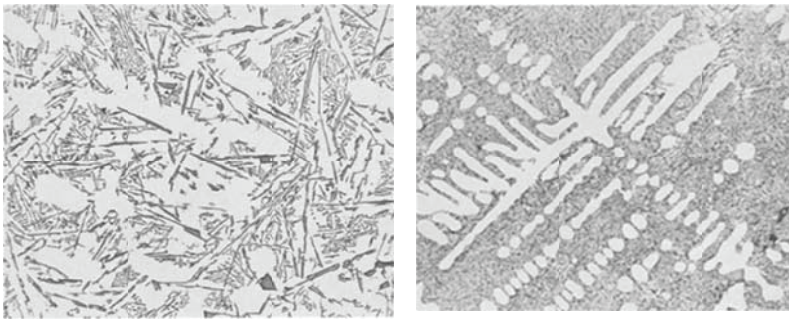
Şekil 9.13- *Ticari döküm Al-Si alaşımlarının mikro yapısı. (a) Ötektikaltı alaşım (1.65-12.6 wt% Si), X150. (b) Ötektik alaşım (12.6% Si), X400. (c) Ötektiküstü alaşım (>12.6% Si), X150 [4].*



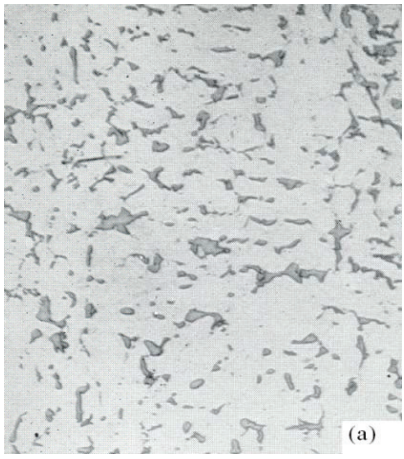
Şekil 9.14- *AlSi13Mg1CuNi (Alaşım 336.0) alaşımının optik mikroskop görünümü. (a) Döküldüğü şekilde, X150. (b) Döküm sonrası modifiye edilmiş yapı, X150, Dağlama: %1 HF çözeltisi [4].*



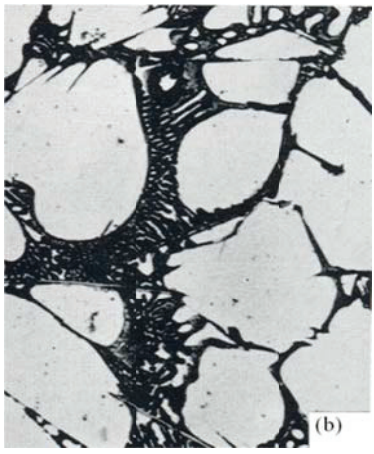
Şekil 9.15- *Al-%15 Si alaşımı. Modifiye edilmemiş iskelet şeklindeki ötektik yapı ve primer Si partikülleri, X500 (solda) ve modifiye edilmiş Al-%15 Si alaşımı (sağda), Dağlama: 0.5 HF çözeltisi [5].*



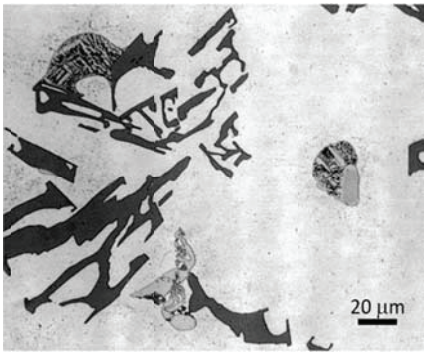
Şekil 9.16- *Ötektik Al-Si alaşımının mikro yapısı. Modifiye edilmemiş malzemede iri Si parçacıkları (solda) ve modifiye sonrası oldukça ince Si parçacıkları (sağda), X100 [6].*



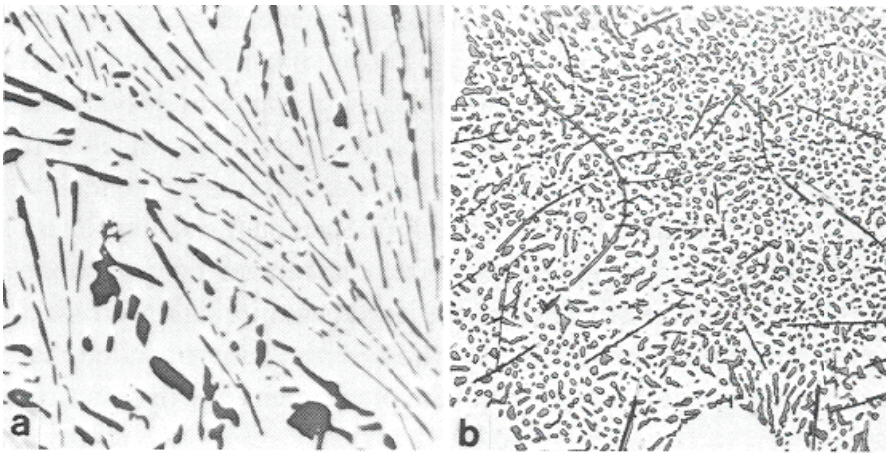
Şekil 9.17- *Kalıcı metal kalıba dökülmüş Al-%9.88Cu, 1.5Fe, 0.45Mg, 0.77Si alaşımının mikro yapısı. Küresel yapıda $CuAl_2$ ve onlara kısmen batmış iğnemsi yapıdaki AlCuFeSi. X250, Dağlanmamış [5].*



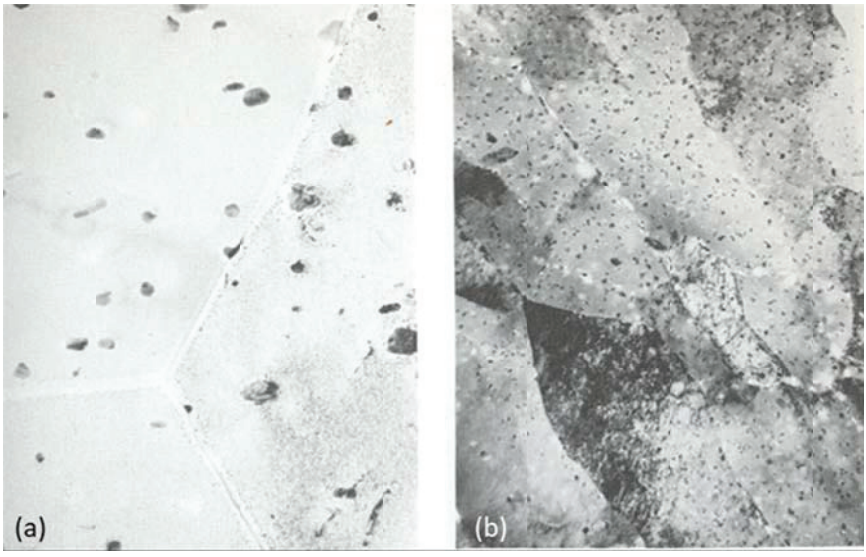
Şekil 9.18- *Kum kalıba dökülmüş Al-%13.2Cu, 0.57 Fe, 0.56Si alaşımının mikro yapısı. Siyah bölgeler $CuAl_2$ ağı, onlara gömülmüş AlCuFeSi fazlarıdır. X250, Dağlama: $Fe(NO_3)$ [5].*



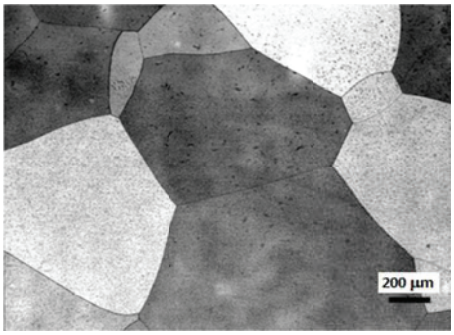
Şekil 9.19- *Dökülmüş halde AA319 alaşımı. Resmin sol üst köşesi (alacalı bölge) Al15 (Mn, Fe, Cu) 3Si intermetaliğidir. Sağ ortada Al_2Cu, ortadaki alacalı bölgeye yapışık olan ve aşağıda siyah fazlarının arasında Al_5FeSi'dir (açık gri). Dağlama: Keller, [1].*

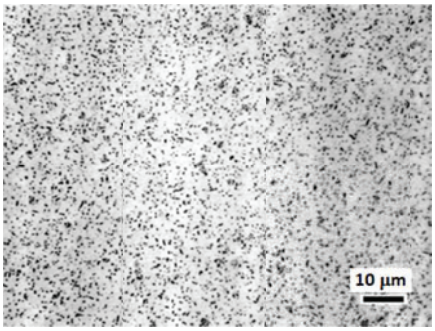


Şekil 9.20- *Al-Si alaşımında süreksiz ötektik yapı örnekleri. Yapıda gri bölgeler silisyumu göstermektedir. (a)'da düzensiz dizilmiş süreksiz silisyum plakaları, (b)'de ise, yapıya az miktarda sodyum ve stronsiyum ilavesi ile ötektiğin morfolojisi önemli ölçüde değiştiği görülmektedir. Yapıda silisyumlar dal şeklinde ayrışmaktadır [7].*



Şekil 9.21- *Al-4.2Zn, 1.5Mg, 0.3Mn,0.15Zr, <0.4Fe+Si alaşımı. 467°C'dan havada soğutulduktan sonra 93°C'de 8 h + 142°C'de 8 h yaşlandırma işlemine tabi tutulmuş tane sınırlarında parçacık içermeyen bölge, X10 000 (solda) ve Al-5.7Zn, 2.5Mg, 1.3Cu, 0.2Cr, <0.4Fe+Si, alaşımı, 482°C'den suda soğutulduktan sonra gerilme giderme tavlaması uygulanmış ve 127°C'de 24h yaşlandırılmış. Alt tane sınırlarında parçacık içermeyen bölge ve tane içlerinde kaba parçacıklar oluşmuş [5].*

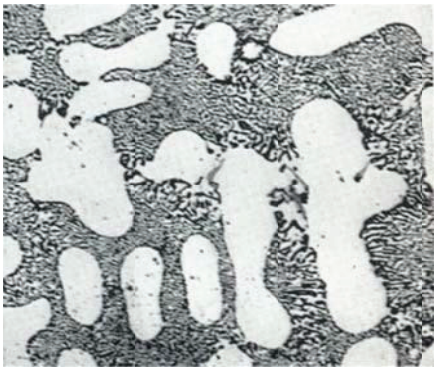




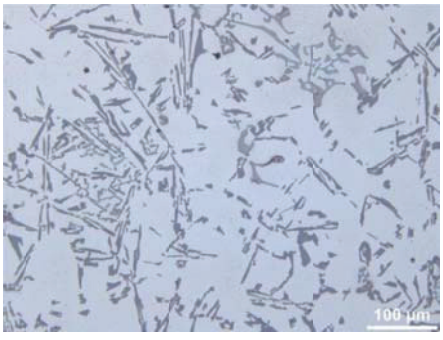
Şekil 9.22- *AA2012 Al alaşımının 552°C'de 1 h tutulduktan sonra suda soğutulmuş yapısı. Şekildeki gri noktalar numunenin metalografik olarak hazırlamasından önce yapılan yaşlandırma işleminden kaynaklı Al_2Cu çökeltileridir. Dağlama: Keller çözeltisi (solda). Aynı ısıl işleme tabi tutulmuş malzeme daha sonra 371°C'de 1 h suni yaşlandırılmıştır. Şekildeki gri noktalar yaşlandırma işleminden kaynaklı Al_2Cu çökeltileridir (sağda) [1].*



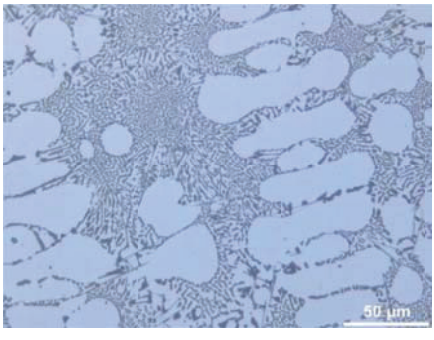
Şekil 9.23- *19.0Si, 0.6Cu, 0.4Mn, 1.0Mg içeren ötektiküstü Al alaşımında Si (ötektik içerisinde küçük, açılı gri parçacıklar ve büyük birincil parçacıklar) ile Mg_2Si parçacıkları, Dağlama: HF. X100 [8].*



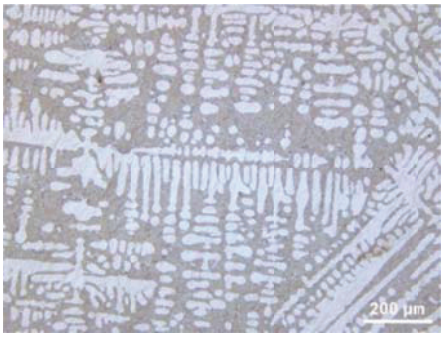
Şekil 9.24- *9.1Si, 0.56Fe, 0.4Mg, 0.61Co içeren modifiye edilmiş öteltikaltı Al döküm yapısı. Açık renkli AlCoFe, primer Al, beyaz renkli modifiye edilmiş ötektik Al-Si yapı. X250, dağlanmamış [5].*



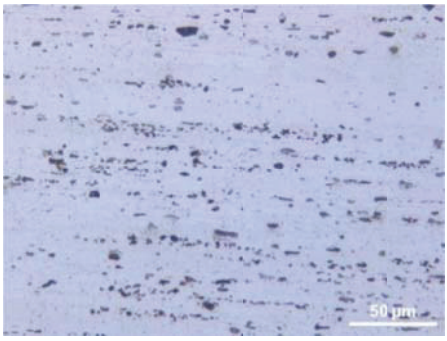
Şekil 9.25- *Modife edilmemiş Al-%12 Si ötektik Al alaşımı. X200, Dağlama: %0.5 HF.*



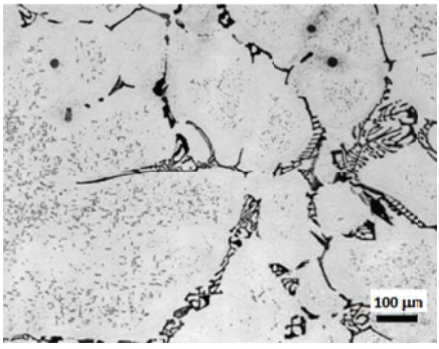
Şekil 9.26- *A360 Stronsiyum ile modife edilmiş, ötektikaltı Al alaşımı. X500. Dağlama: %0.5 HF.*

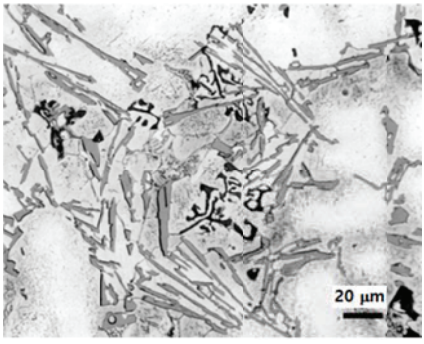


Şekil 9.27- *A360 ötektik altı Al-Si alaşımı. Açık renkli bölgeler α-Al fazını, koyu renkli bölgeler Al-Si ötektiğini göstermektedir, X100, Dağlama: %0.5 HF.*

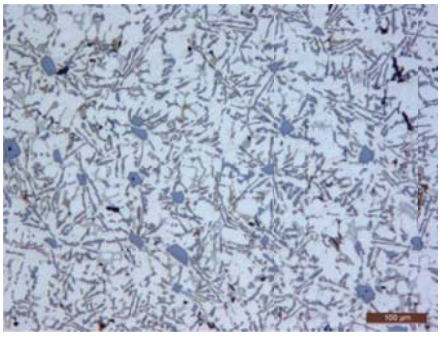


Şekil 9.28*- Ekstrüze edilmiş AA6061 Al alaşımı. Koyu renkli noktalar intermetalik Mg_2Si intermetalik bileşikleridir. X500, Dağlama: Keller çözeltisi.*

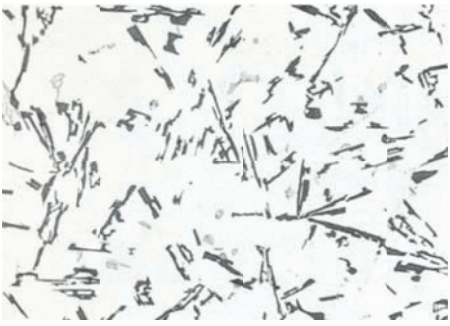




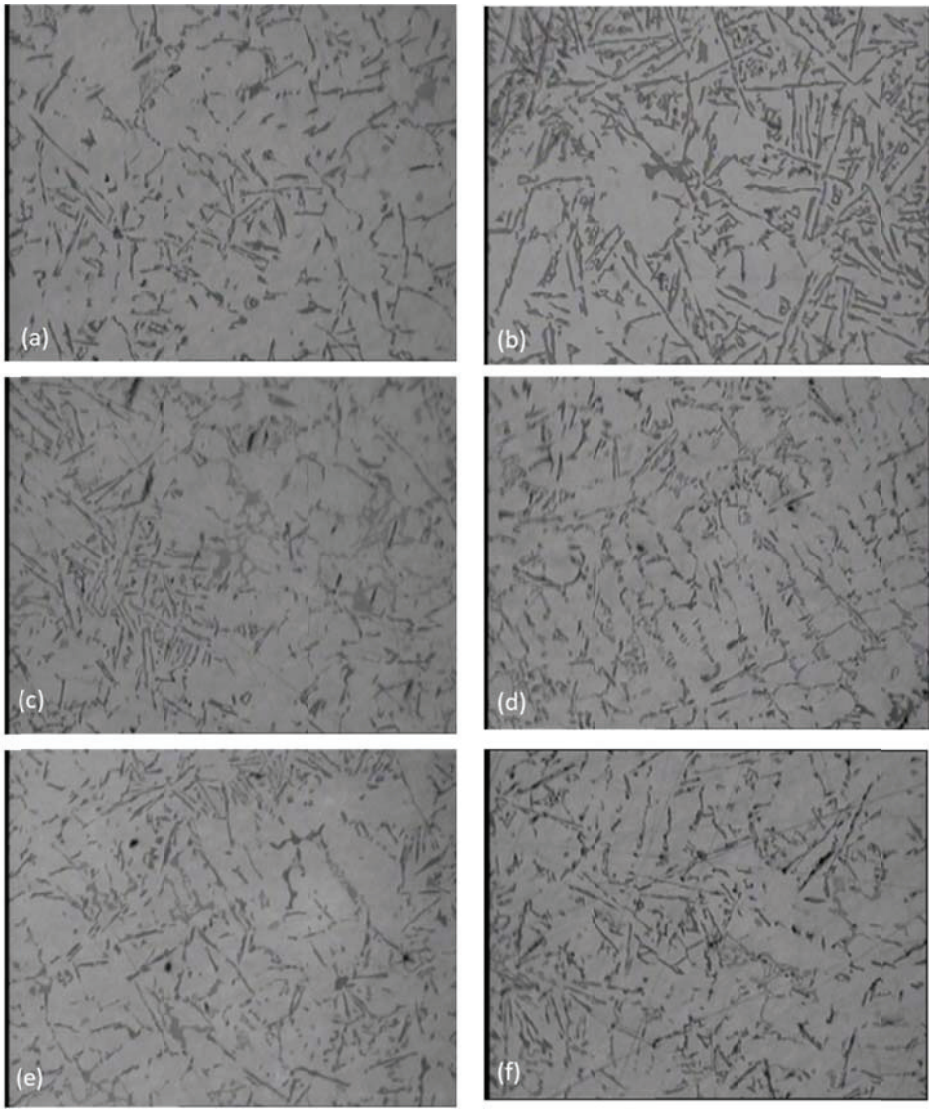
Şekil 9.29- *AA6061 alaşımının homojenleştirme yapılmadan döküldüğü şekildeki ingotun ortasından alınan mikro yapısı. Dağlama: %0.5 HF (solda). Aynı alaşımda gri Si iğnemsi yapı, Si plakaları, koyu çizgiler Al_{15} (Mn,Fe)Si_2 partikülleri ve karmaşık ötektik yapıyı (gri alacalı) göstermektedir. Dağlama: Keller (sağda) [1].*



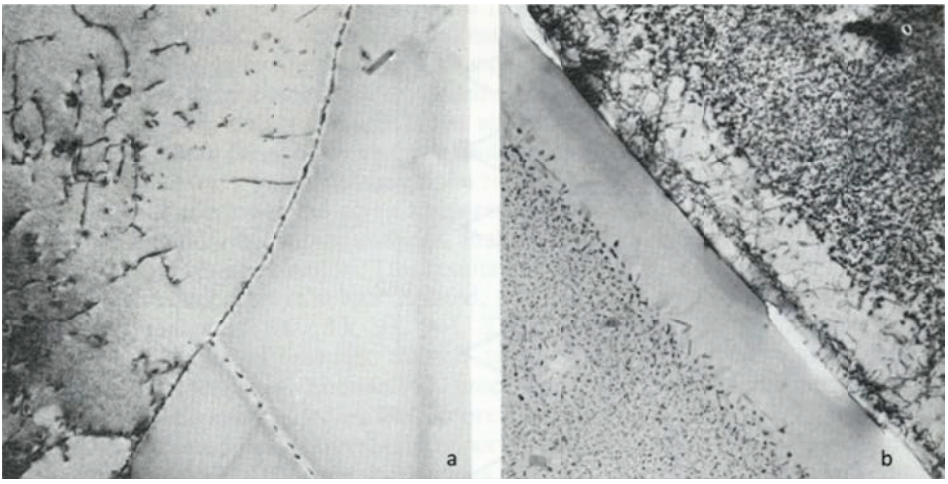
Şekil 9.30- *Piston imalinde kullanılan ötektik üstü A390 alaşımının mikro yapısı. X100, Dağlama: %5 HF.*



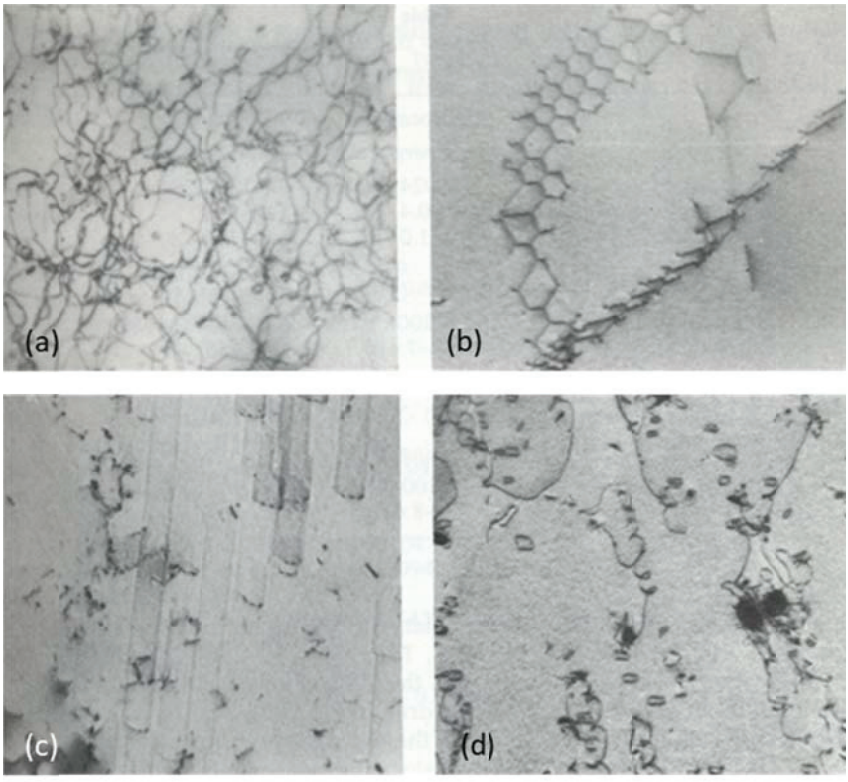
Şekil 9.31- *Hassas dökümle üretilmiş Al alaşımı. Farklı dendiritler arası Al-Si ötektik yapıda koyu gri-açılı Si partikül ağı ve açık gri $Cu_2Mg_8Si_6Al_5$ partikülleri. X250, Dağlama: %5 HF [8].*



***Şekil 9.32**- Farklı şartlarda üretilen Al-9.4Si numunelerin mikro yapıları. (a) 640℃ yerçekimi döküm, (b) 690℃ yerçekimi döküm, (c) 640℃ ve 300 mmHg **y**erçekimine ters döküm, (d) 690℃ ve 300 mmHg yerçekimine ters döküm, (e) 640℃ ve 500 mmHg yerçekimine ters döküm, (f) 690℃ ve 500 mmHg yerçekimine ters döküm, X70, Dağlama: %0,5 HCl, [9].*



Şekil 9.33- *Al, 4.8Zn, 1.2Mg alaşımının TEM görünümü. Malzeme 127°C'de 24 h yaşlandırılmış, tane içlerinde ince η' çökeltileri, tane sınırlarında ise parçacık içermeyen bölge oluşmuştur (a). 227°C'de 1h yaşlandırılmış ve η' ve η çökeltileri oluşmuş geniş bir alanda parçacık içermeyen bölge mevcuttur (b) [5].*

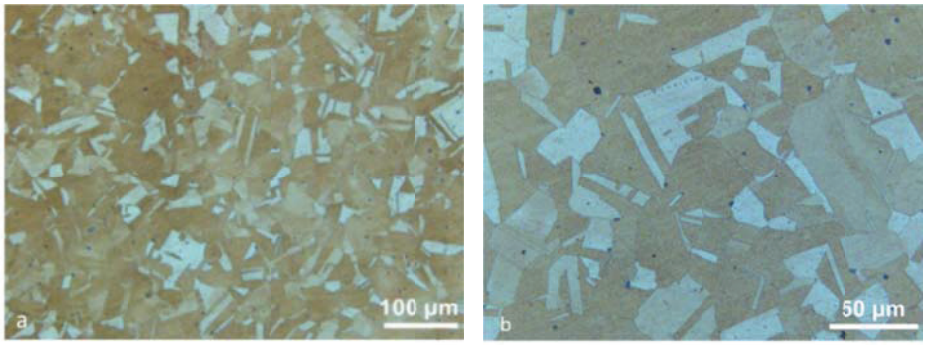


Şekil 9.34- *Al içerisinde oluşan çeşitli dislokasyon yapıları. (a) karmaşık halde, (b) ağ şeklinde, (c) dislokasyon tırmanması, (d) dislokasyon halkası ve helisel yapı [5].*

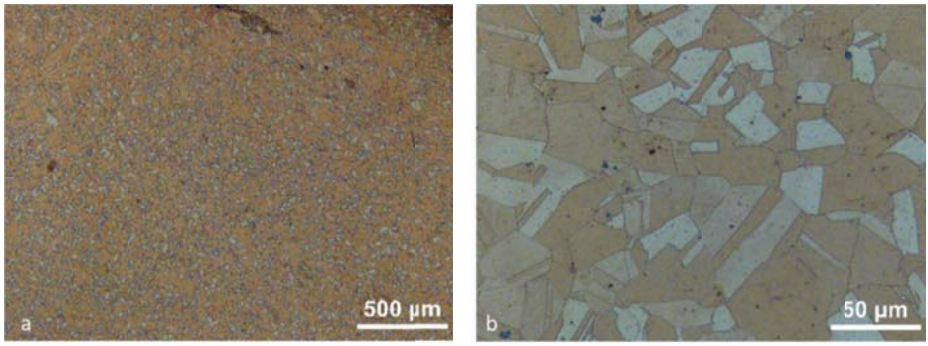
BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR

1. *Analytical Characterization of Aluminum, Steel, And Superalloys, Ed.By D. Scott Mackenzie George E. Totten, Taylor & Francis Group, 2006.*
2. Asthana, R., Kumar, A. and Dahotre, N. B., *Materials Processing and Manufacturing Science,* Elsevier, USA, 2006.
3. Lin, J., Balint, D. and Pietrzyk, M., *Microstructure evolution in metal forming processes,* Elsevier, 2012.
4. Malgorzata, W., *Aluminum-Silicon Casting Alloys: An Atlas of Microfractographs,* ASM international, USA, 2004.
5. Mondolfo, L. F., *Metallography of Aluminum Alloys,* John Wiley&Sons, 1943.
6. Bailey, A. R. and Samuels, L. E., *Foundry Metallography: An Elementary Analysis of the Microstructure and Properties of Selected Foundry Alloys,* Metallurgical Services Laboratories Limited, 1971.
7. Samuels, L. E., *Metals Engineering: A Technical Guide,* ASM International, 1993.
8. *Metal Handbooks, Vol. 7, Atlas of Microstructures of Industrial Alloys,* ASM USA, 1972.
9. Hasırcı, H. and Gül, F., *Yerçekimine Ters Döküm Yöntemi ile Üretilen Döküm Parçaların Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri Üzerine Basınç ve Sıcaklığın Etkisi.* 3.Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu, 18-20 Ağustos,, 2003.

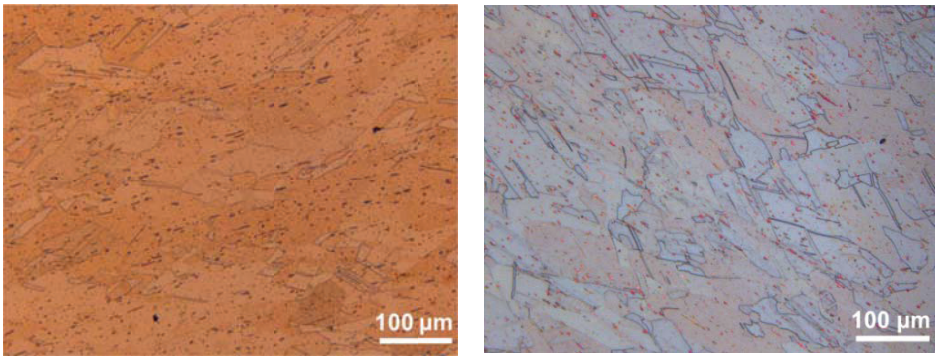
BAKIR VE ALAŞIMLARI



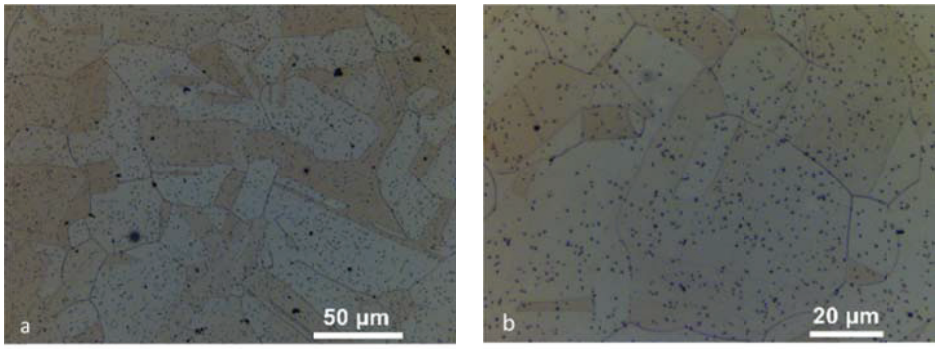
Şekil 10.1- *Saf bakırın mikro yapısı (a). Yapıda düzgün tane sınırları ve yüksek büyütmede Cu ve alaşımlarında sıkça karşımıza çıkan ikizlemeler daha net olarak görülmektedir (b). Dağlama: 20cc NH_4OH, 10g $(NH_4)_2S_2O_8$, 80 ml H_2O.*



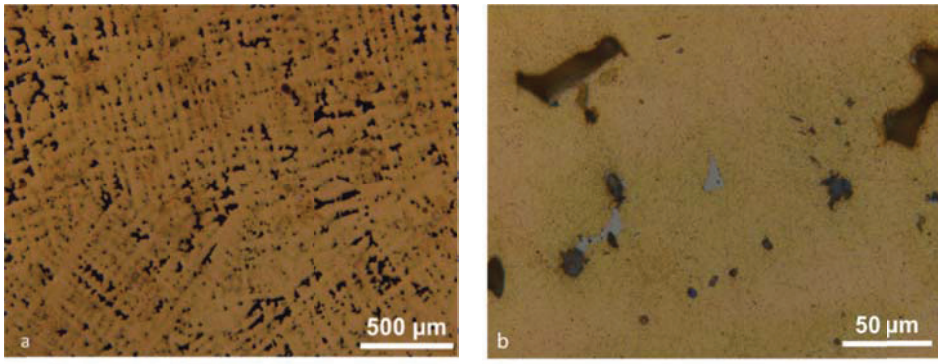
Şekil 10.2- *Ticari saflıkta Cu malzemenin düşük (X25-a) ve yüksek büyütmede (X200-b) mikro yapısı. Yüksek büyütmede tane sınırları ve ikizlemeler net olarak görülmektedir.*



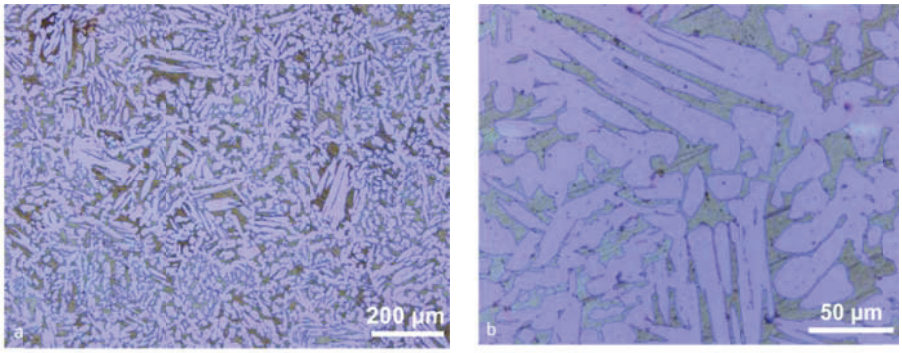
Şekil 10.3- *Ticari saflıkta Cu malzemede empüriteler ve tavlama ikizlemelerinin görünümü, X500 (solda) ve aynı malzemede polarize ışıkta tane yapısı ve empüriteler farklı renkte daha net görülmektedir, X200 (sağda).*



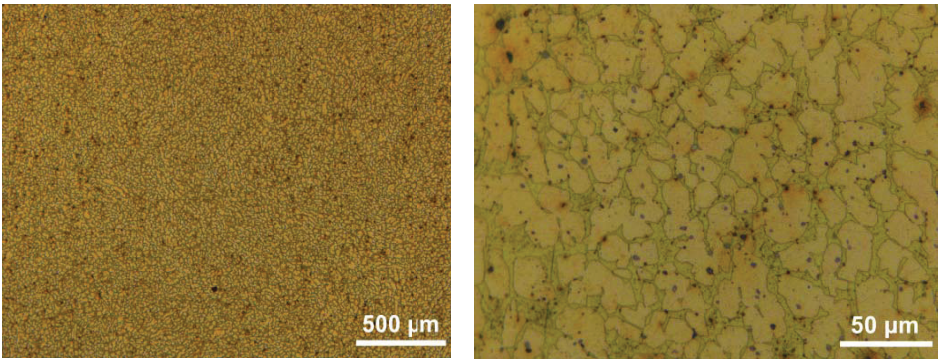
Şekil 10.4- *Ticari saflıkta Cu malzemede ikizlemeler, kalıntılar ve gözeneklerin düşük (X500-a) ve yüksek büyütmede (X1000-b) görünümü.*



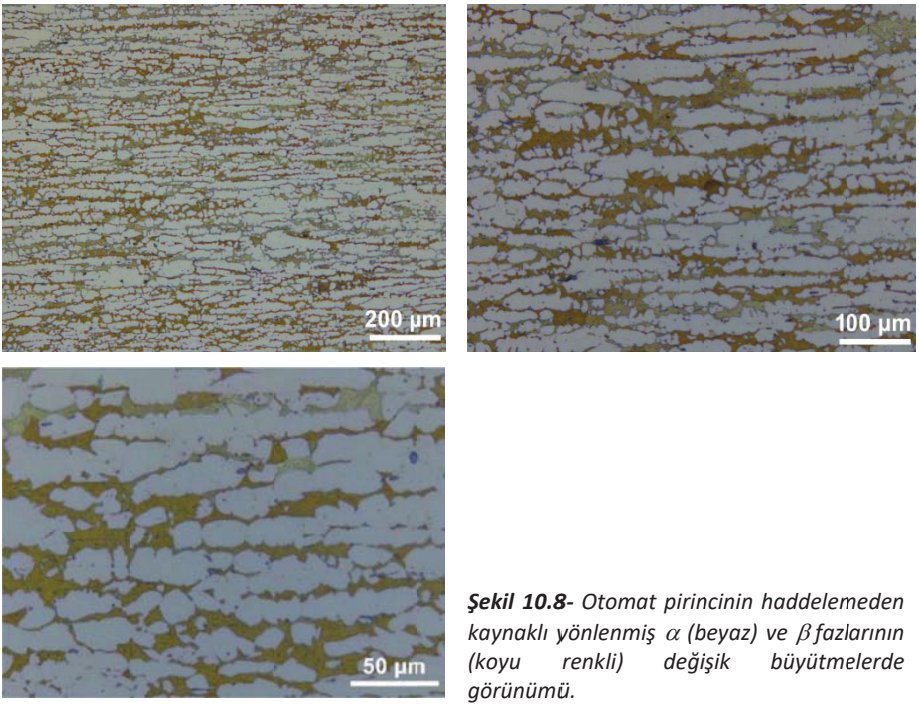
Şekil 10.5- *Bronz malzemenin mikro yapısının genel görünümü (a). Malzeme ağırlıklı olarak küçük dendritik yapıdan oluşmaktadır. Aynı malzeme içerisinde oluşan ikinci fazların yapıda dağılımı (b).*



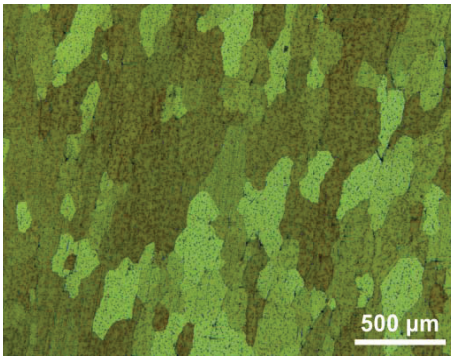
Şekil 10.6- *Pirinç malzemeye ait mikro yapının genel görünümü (a). Daha yüksek büyütmede α (açık renkli) ve β fazlarının (koyu renkli) görünümü (b). Dağlama: 15 g $FeCl_3$ 35 ml HCl ve 150 ml saf su.*

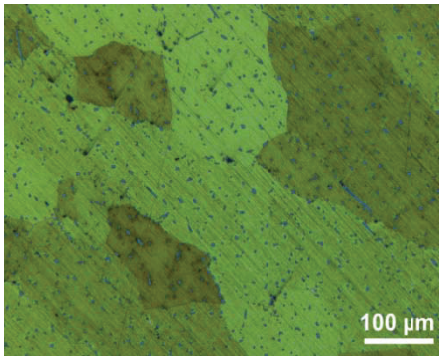


Şekil 10.7- *Pirinç malzemenin düşük ve yüksek büyütmede mikro yapısının görünümü. Yapıda açık renkli bölgeler α-princi, koyu bölgeler de β pirinci göstermektedir. Dağlama: 1g $FeCl_3$, 10 ml HCl, 100 ml H_2O.*

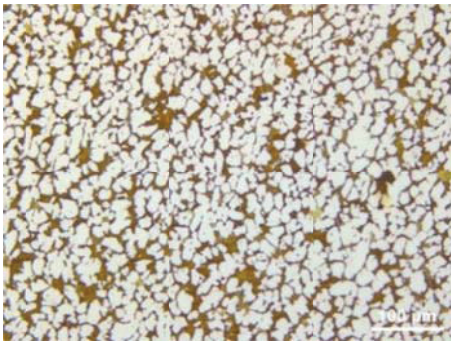


Şekil 10.8- *Otomat pirincinin haddelemeden kaynaklı yönlenmiş α (beyaz) ve β fazlarının (koyu renkli) değişik büyütmelerde görünümü.*

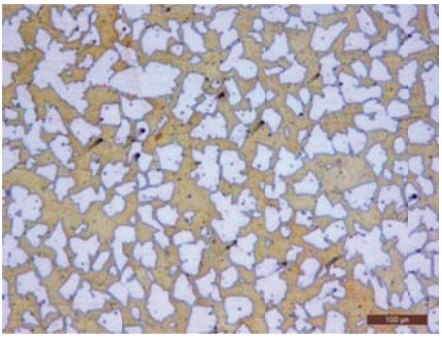




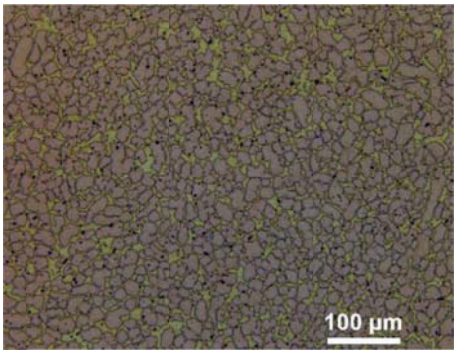
Şekil 10.9- *Pirinç malzemede düşük büyütmede tane yapısının genel görünümü (solda). Aynı numunenin yüksek büyütmede tane içlerinde oluşan empürite ve oksit parçacıkları görülmektedir (sağda).*



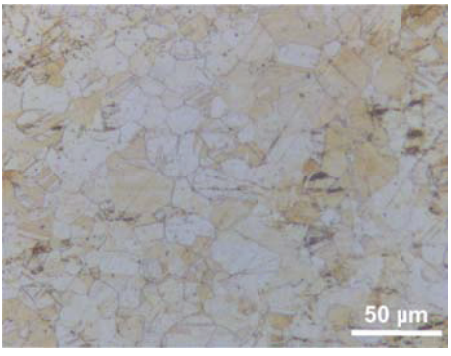
Şekil 10.10- *Alfa-tip pirincinin mikro yapısı. Açık renkli bölgeler α fazını, koyu renkli bölgeler β fazını göstermektedir. Dağlama: 100 ml saf H_2O+5 g $FeCl_3$+25ml HCl.*



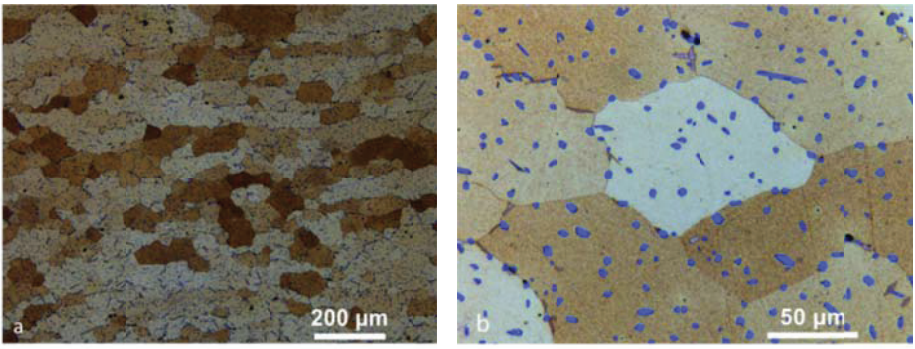
Şekil 10.11- *Alfa-beta pirincinin yüksek büyütmede mikro yapısı. Resimde açık renkli bölgeler α fazını, koyu renkli bölgeler ise β fazını göstermektedir, X100.*



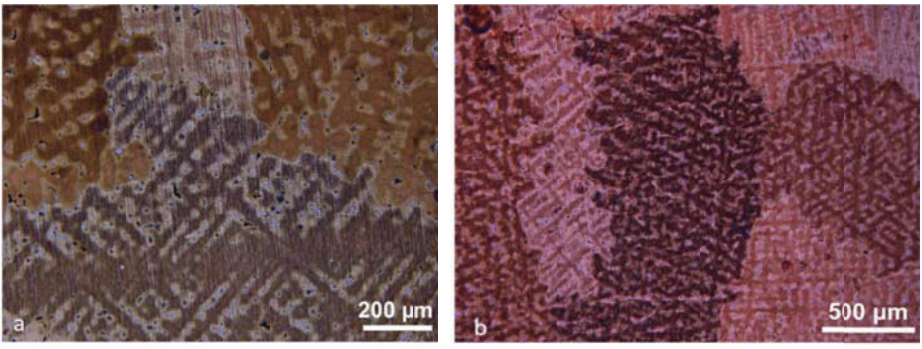
Şekil 10.12- *Alfa ve beta fazları içeren pirinç malzemenin polarize ışık mikroskobunda görünümü, X200.*



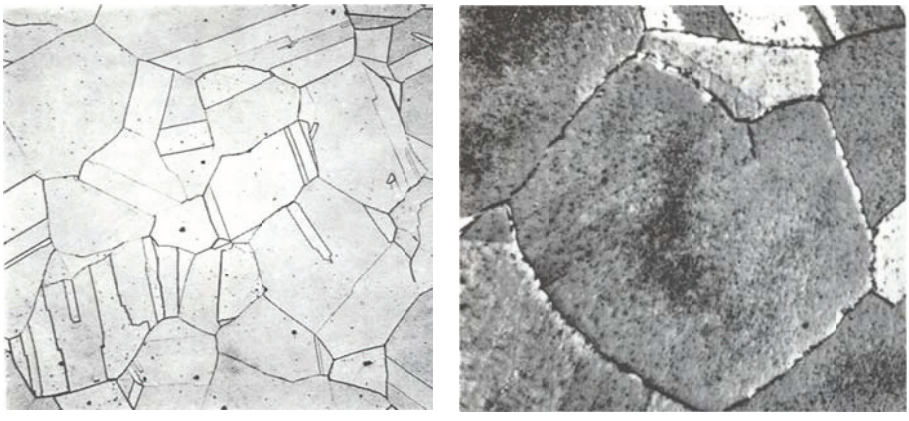
Şekil 10.13- *50 kuruş metalik paranın (75Cu, 15Ni, 10Zn) mikro yapısının genel görünümü. Yapı düzgün tane sınırları, ikizlemeler ile intermetalik fazlardan oluşmaktadır. X500.*



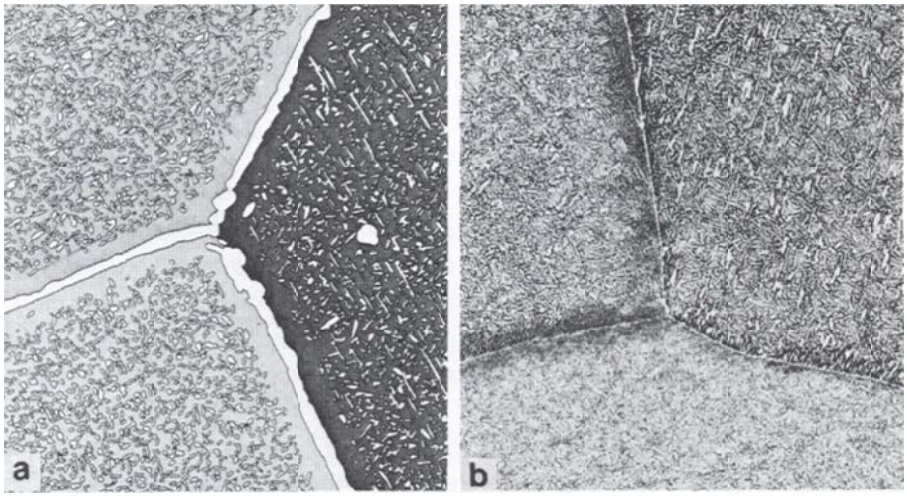
Şekil 10.14- *Otomat pirinç malzemenin mikro yapısı (a) ve aynı malzemenin polarize ışık mikroskobunda partikül dağılımı (b). Yapıda görülen parçacıklar Pb'dir.*



Şekil 10.15- *Döküm bronz malzemenin (88.2Cu,11Sn,0.19 Ni) normal ışık mikroskobu (a-X100) ve polarize ışık mikroskobunda (b-X50) dendritik yapısının görünümü.*

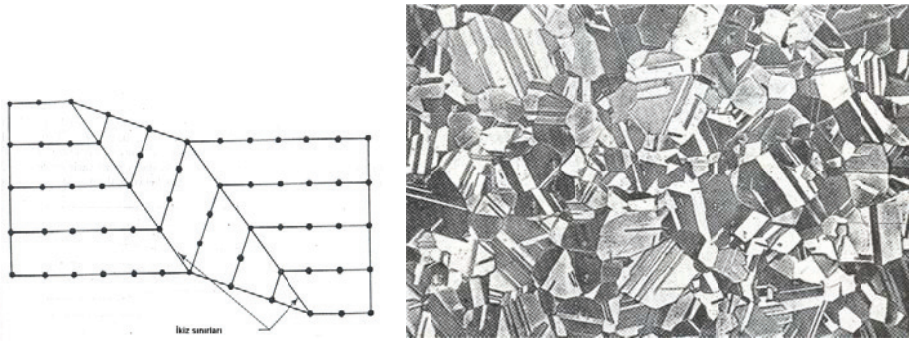


Şekil 10.16- *Çözeltiye alma ısıl işlemine tabi tutulmuş (solda) ve 500°C'de 2 h ısıl işlem uygulanmış (yaşlandırılmış) özel bakır alaşımının mikro yapısı (sağda) [1].*



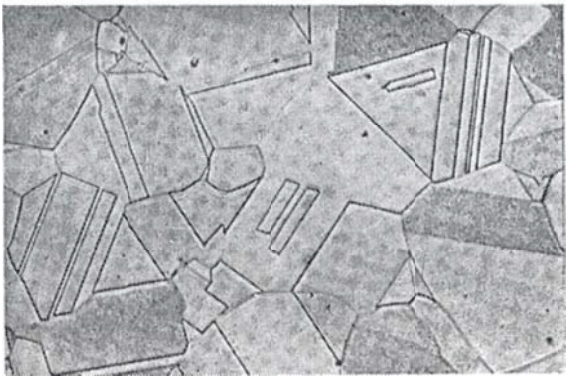
Şekil 10.17- *Cu-Sn alaşımında yüksek sıcaklıkta yarı kararlı β fazının ayrışması. 600^{o}C'de 1h sonunda büyük α fazı (beyaz) tane sınırlarında ve plakalar β fazı içerisinde oluşmaktadır. 400^{o}C 1h sonunda ise daha küçük ve birbirine yakın alfa fazı çökelmektedir [2].*

.

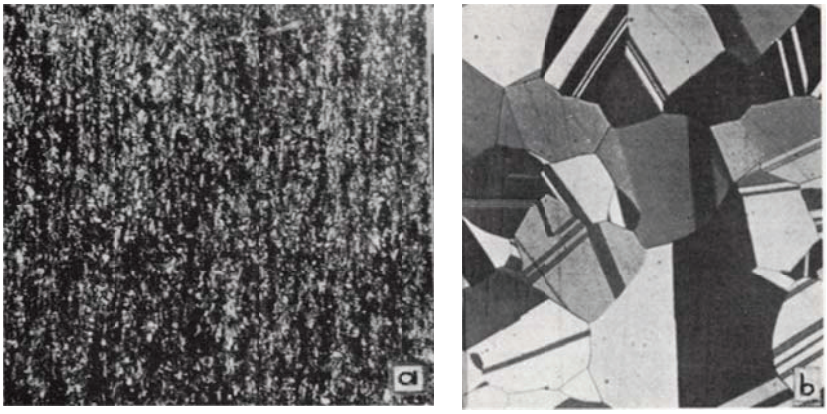


.

Şekil 10.18- *İkiz tane sınırlarının şematik gösterimi (solda) [3] ve yapısında oldukça fazla ikiz tane ihtiva eden haddelenmiş ve tavlanmış pirincin (Cu70/Zn30) mikro yapısı [1].*



Şekil 10.19- *Pirinçte tavlama ikizlemeleri ve yüksek açılı tane sınırları[3].*

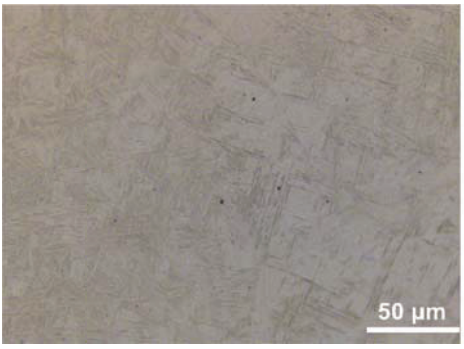


Şekil 10.20- *%5 kalay içeren bakırın yoğun bir şekilde deforme edilmiş yapısı (a) ve 500°C de tavlanmış numunede iri tane yapısı ve oldukça fazla sayıda ikizlemeler görülmektedir [1].*

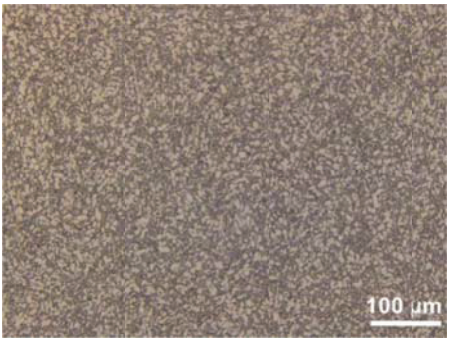
TİTANYUM VE ALAŞIMLARI



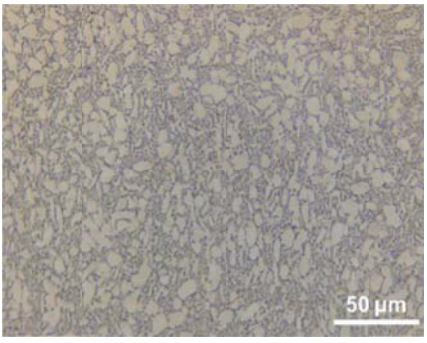
Şekil 10.21- *Tavlanmış sac malzemeden alınmış ticari saflıkta A70 kalite α titanyumun yapısı. Yapıdaki siyah partiküller Fe kalıntılarından kaynaklanan β fazıdır. Dağlama: $HF+2HNO_3$ X 300 [4].*



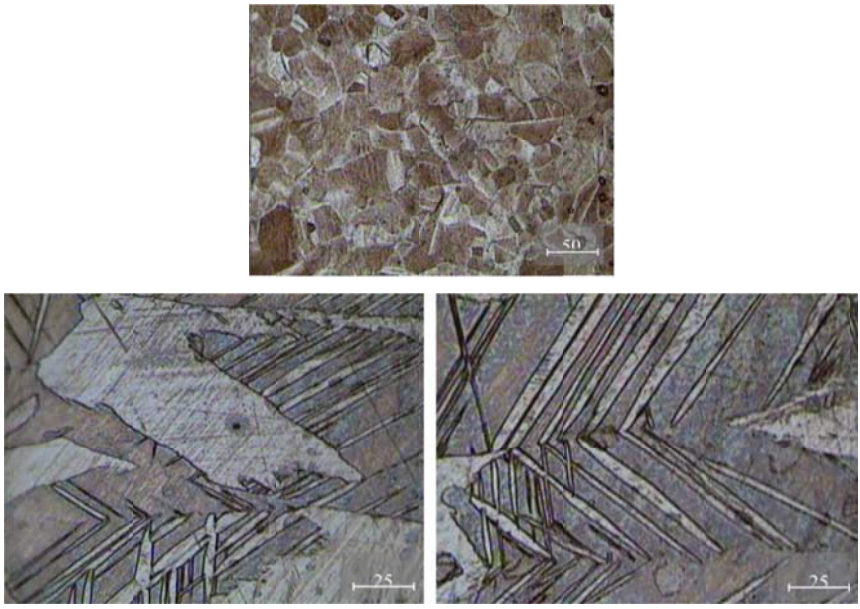
Şekil 10.22-*Ti-6Al-4V alaşımında oluşan martenzitik yapının genel görünümü, X500.*



Şekil 10.23- *İşlemsiz Ti-6Al-4V alaşımının mikro yapısı. Yapı α (açık renkli) ve β fazlarından (koyu renkli) oluşmaktadır, X500.*

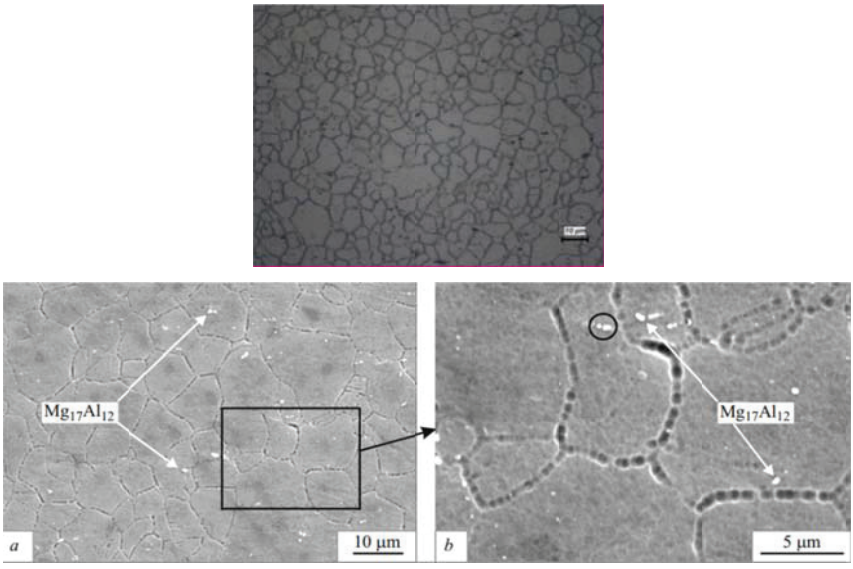


Şekil 10.24- *Ti-6Al-4V alaşımının yüksek büyütmede elde elden mikro yapısında α ve β fazlarının görünümü, X500.*

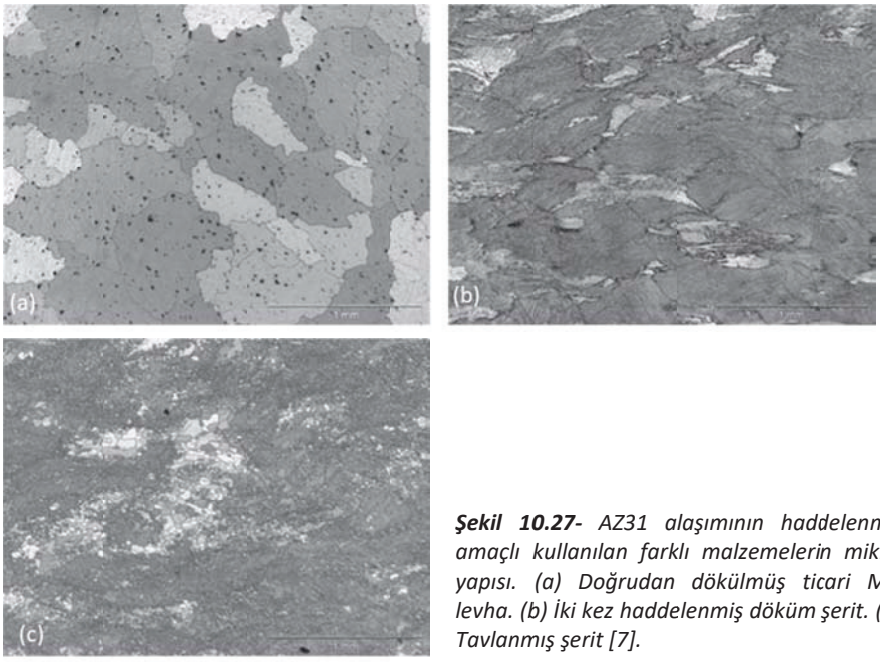


Şekil 10.25- *Saf Ti malzemenin mikro yapısı (üstte).* Aynı malzemenin *nokta kaynağı sırasında basıncın etkisi ile yapıda meydana gelen değişimler (sol-alt) ve oluşan ikizlemeler (sağ-alt) [5].*

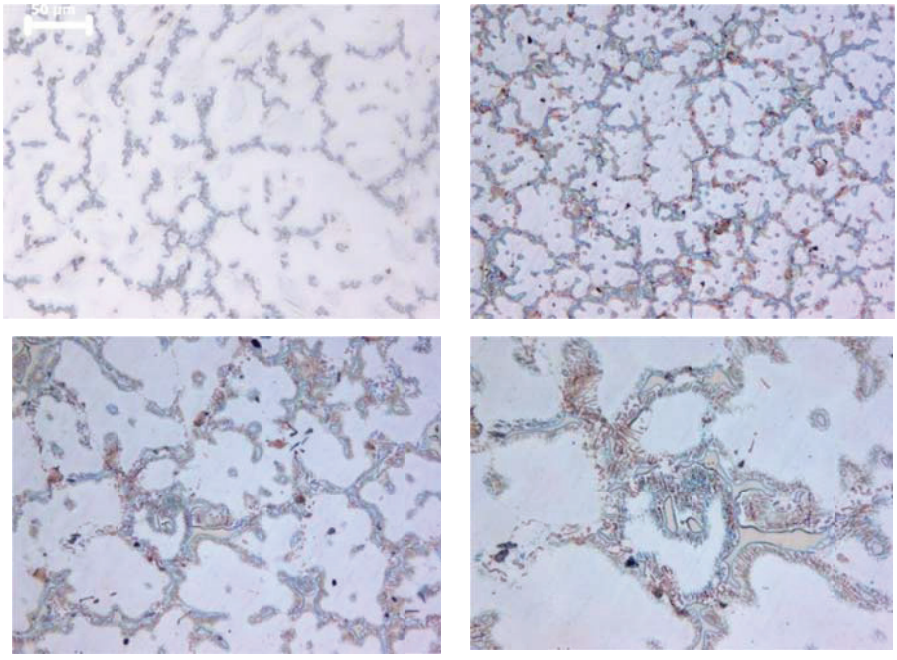
MAGNEZYUM VE ALAŞIMLARI



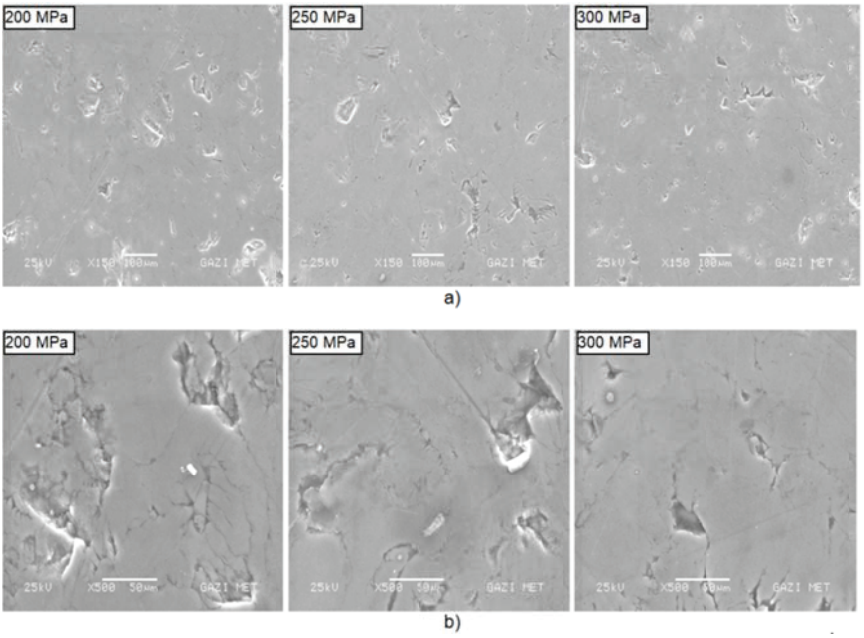
Şekil 10.26- *AZ31 Mg alaşımının tane yapısının genel görünümü (üstte) ve aynı alaşımın 180°C'de 5.5 h yaşlandırma işleminden sonra oluşan yapısı ile $Mg_{17}Al_{12}$ intermetalik partiküllerin görünümü (altta) [6].*



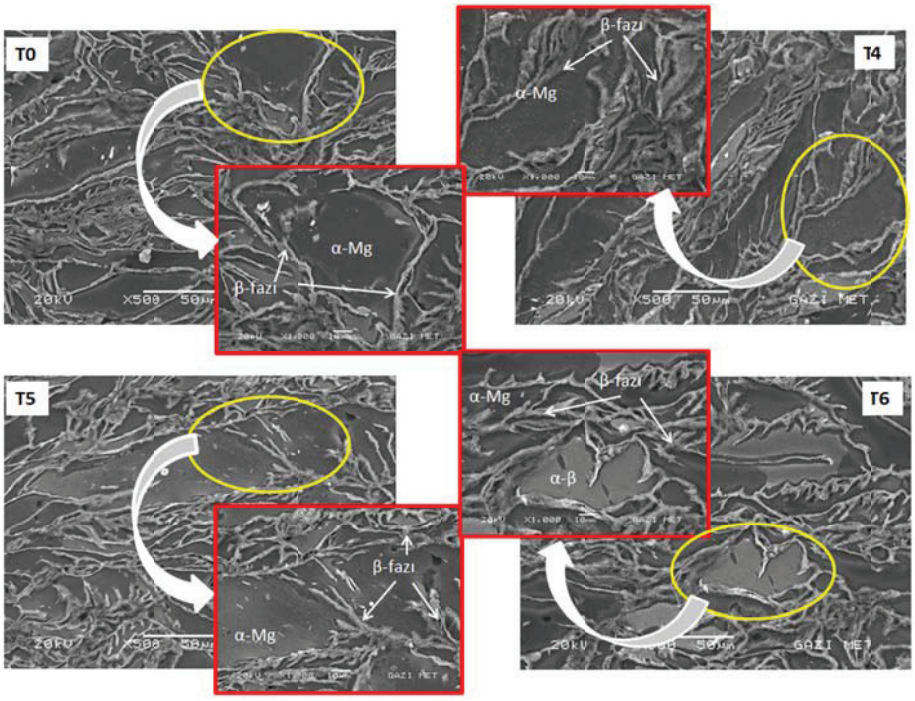
Şekil 10.27- *AZ31 alaşımının haddelenme amaçlı kullanılan farklı malzemelerin mikro yapısı. (a) Doğrudan dökülmüş ticari Mg levha. (b) İki kez haddelenmiş döküm şerit. (c) Tavlanmış şerit [7].*



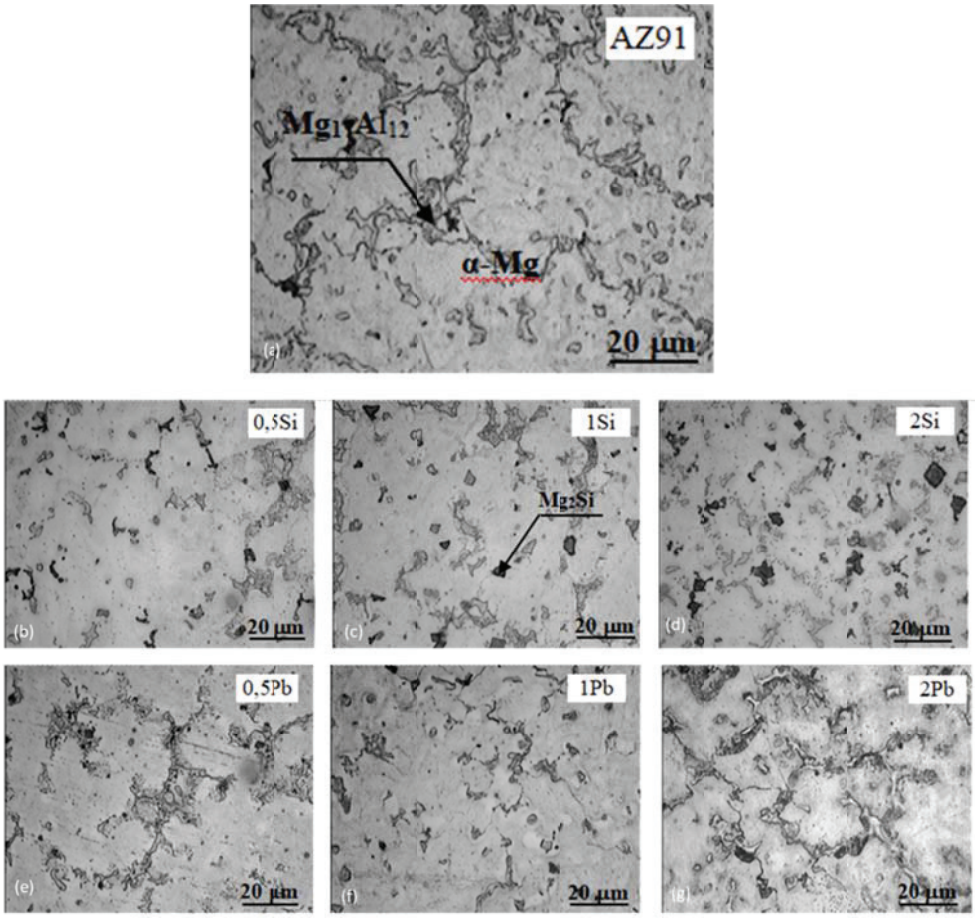
Şekil 10.28- *Genelde otomobil parçalarının dökümünde kullanılan Mg esaslı AZ91 (Mg,9.0 Al, 0.2 Mn, 0.6 Zn) alaşımının ağırlıklı olarak α veβ fazlarından oluşan mikro yapısının değişik büyütmelerde görünümü (X50-üstteki yapılar), (X100-sol alt), (X200-sağ alt).*



Şekil 10.29- *Sıcak presleme yöntemi ile farklı basınçlarda üretilmiş toz metal AZ91 Mg alaşımı numunelerin düşük ve yüksek büyütme SEM resimleri.* *Doç. Dr. Hanifi Çinici'nin izni ile.*



Şekil 10.30- *Isıl işlem uygulanmamış (T0) ve T4, T5, T6 ısıl işlemleri uygulanmış toz metal AZ91 Mg alaşımı numunelerin SEM resimleri ve tespit edilen fazların görünümü (β- $Mg_{17}Al_{12}$).* *(Doç. Dr. Hanifi Çinici'nin izni ile.)*



Şekil 10.31- *AZ91 döküm alaşımının mikro yapı görüntüleri; (a) AZ91, (b) 0.5Si, (c) 1Si, (d) 2Si, 0.5Pb, (f) 1Pb, (g) 2Pb [8].*

BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR

1. A. R. Bailery, *The Role of Microstructure in Metals, Annotated Metallographic Specimens, Special Series,* Metaserv, 1982.
2. Samuels, L. E., *Metals Engineering: A Technical Guide,* ASM International, 1993.
3. Raghavan, V., *Materials Science And Engineering,* PHI Learning Privite Limited, Delhi, 2015
4. Brick, R. M., *Structure and Properties of Engineering Materials,* McGraw-Hill, USA, 1977.
5. Kahraman, N., *The influence of welding parameters on the joint strength of resistance spot-welded titanium sheets.* Materials & design, 2007. 28(2): p. 420-427.
6. Kerenciler, H., S. Gündüz, M. Akif Erden, M. Türkmen and Karabulut, H., *Effect of aging on the microstructure and mechanical properties of magnesium alloy AZ31.* Metal Science and Heat Treatment, 2016. 58: p. 179-184.
7. Bettles, C. and Barnett, M. E., *Advances in wrought magnesium alloys: Fundamentals of processing, properties and applications,* Woodhead Publishing, 2012.
8. Ferhat Gül, Mehmet Ünal, Candan, E., Hasırcı, H. and Türen, Y., *AZ91 Alaşımının Abrasif Aşınma Davranışı Üzerine Silisyum Ve Kurşunun Etkisi*, in *14.Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi*. 15-18 Ekim 2008: İstanbul, Türkiye.

SÜPERALAŞIMLAR

Yüksek sıcaklık ve gerilme şartları altında uzun süre yapı ve özelliklerini muhafaza eden malzemeler olarak bilinen süperalaşımlar, ilk olarak jet motorlarının türbin kanatçığı yapımında kullanılmak üzere geliştirilmiştir. Alaşım Fe, Ni, Co, Cr ve az miktarda W Mo, Ta Nb, Ti, Y ve Al gibi alaşım elementleri ihtiva eder. Yapıda çok az miktarda bulunan B, Zr ve Hf elementleri tane sınırlarını modifiye ederek sürünme dayanımını artırır. Süperalaşımların kimyasal bileşimleri oldukça karmaşıktır. Bir çoğunun yapısında az da olsa C bulunmaktadır. Ni ve Fe esaslı alaşımlarda %0.03 kadar C bulunurken Co esaslılarda karbür fazı oluşturmak için daha fazla karbona ihtiyaç duyulur.

Süperalaşımlar denilince ilk akla Ni esaslı malzemeler gelmekle beraber, Co ve Fe esaslı süperalaşımlar da geniş kullanım alanı bulmuşlardır. Özellikle ODS (**O**xide **D**ispersion **S**trentghened) alaşımları olarak bilinen süperalaşımlar biçimlendirilebilir, döküm ve diğer metotlarla üretilmiş malzemelerden çok daha üstün yüksek sıcaklık korozyon, oksidasyon ve sürünme dayanım sergiler. Bu alaşımlar uzay sanayi, kimya ve petro-kimya sanayi ile kapalı döngü gaz türbini gibi saldırgan ortamlarda başarı ile kullanılmakta ve kabaca aşağıdaki şekilde sınıflandırılamaktadır:

Ni Esaslı Süperalaşımlar

Süperalaşım denildiğinde ilk akla gelen ve süperalaşımların gelişiminde önemli rol oynayan Ni esaslı olanlardır. Ni esaslı süperalaşımlarda ana alaşım elementi Ni olmakla beraber yapıda yüksek miktarda Cr bulunmaktadır. Bunlara ilave olarak Co, Fe, Mo, W ve Ta'da önemli alaşım elementlerindendir. Yapı, katı ergiyik ve ikinci faz intermetalik çökeltilerle güçlenmektedir. Al, Ti ve Nb alaşımlarını ihtiva eder ve %30-75 Ni ve %30'a kadar Cr içerir. Inconel, Nominik ve Hastelloy alaşımlarında çok az miktarda Fe de bulunurken Inconel 901 ve Inconel 706'da %35 kadar bulunmaktadır. Birçok Ni esaslı süperalaşımda bulunan Al, Ti, Nb, Mo ve W dayanımı ve korozyon direncini artırmada kullanılmaktadır. Ni ve Cr birlikte bulunduğunda çok iyi korozyon direnci sağlamaktadır.

Ni esaslı süperalaşımlar yüksek dayanım ve yüksek oksitlenme-korozyon direnci gereken yerlerde yaygın olarak kullanılır. Bunlarla ilgili kısa bilgi aşağıda verilmiştir. Inconel 600, Inconel 601 ve RA 333 gibi katı çözelti dayanımlı alaşımlar fırın ve ısıl işlem parçaları ve yüksek sıcaklık kimyasal uygulamalarında kullanılır. Ni esaslı süperalaşımların nükleer güç istasyonları, buhar jeneratörleri gibi gibi ortamlarda oldukça yaygın kullanım alanları vardır.

Katı çözelti dayanımlı Ni esaslı süperalaşımlar genelde tavlanmış temperlenmiş durumda kullanılır. 870-980°C gibi düşük tavlama sıcaklıkları

yüksek çekme ve yüksek yorulma direnci gerektiren ortamlarda kullanılır. 1120-1200°C gibi yüksek sıcaklıklarda tavlanmış alaşımlar kullanılır. Ni esaslı süperalaşımlar 600°C'den daha yüksek sıcaklıklarda optimum yorulma ve sürünme-kırılma özellikleri gereken ortamlarda kullanılır. Hastelloy X, Inconel 601 ve Inconel 617 ve Inconel 625 uzay sanayinde kullan süper alaşımlardır.

Çökelti sertleşmeli Ni esaslı süperalaşımlar, yapılarında bulunan Al, Ti, veya Nb elementlerinin uygun ısıl işlemle çökelmeleri sağlanarak dayanım kazanırlar. Bu fazlar dayanım ve sertlik artışına neden olan genellikle γ' veya γ'' fazlarıdır. Çökelti sertleşmesine tabi tutulmuş Inconel X-750'nin 540°C'de akma dayanımı Inconel 600'ün akma dayanımının üç katıdır. Aynı şekilde çökelti sertleştirmeli Nimonic 80, katı çözelti sertleşmeli Nimonic 75 alaşımından çok daha dayanıklıdır.

Çökelti sertleştirmesi için uygulanan ısıl işlem genellikle 970-1175°C de çözeltiye alma ve arkasından 600-815°C'de çökelti ısıl işlemidir. Bir çok alaşımda Al ve Ti γ' çökeltileri [Ni_3 (Al,Ti)] oluşturmak amacıyla kullanılır. Bazı alaşımlarda Nb ve az miktarda Al ve Ti ile beraber kullanılır ve γ'' intermetaliği (Ni_3Nb) oluşur. Çökelti sertleşmeli Ni esaslı süperalaşımlar gaz türbini parçaları ve pervanelerinde, şaft yapımında ve çeşitli kompresör yapımı ile nükleer reaktörde cıvata ve yay malzemesi olarak kullanılır.

Fe Esaslı Süperalaşımlar

Matris esas olarak Fe olmakla beraber yapıda fazla miktarda Cr ve Ni ile az miktarda Mo, W, Al, Ti ve Y bulunmaktadır. Malzeme karbür, intermetalik çökeltiler ve/veya katı çökelti mukavemetlendirmesi gibi mekanizmalarla güçlenmektedir. İntermetalik olarak γ' tipi Ni_3 (Al, Ti) partiküller bulunmaktadır. Ağırlıklı olarak çeşitli oksitlerle (Al_2O_3, Y_2O_3 gibi) dayanım kazarır ve dislokasyon hareketlerine bariyer oluşturur. Yüksek sıcaklık performansını artırmak için çok farklı alaşım elementi ilave edilir. YMK yapıda dayanım için Ni Al ve Ti başlıca alaşım elementleridir. Karbür çökeltileri oluşturmak için yüksek miktarda (~%0.5) C ilavesi gereklidir. Bazen N ve P ilavesi de gereklidir. C tane sınırlarında karbür oluşturarak dayanım kazandırırken Mo ve W de katı çözelti oluşturarak mukavemet kazandırır. Cr ve Al ilavesi oksitlenme direncini artırır, B ise yüksek sıcaklık dayanımında iyileşme sağlar. Yüzeyde koruyucu olarak genelde α-Al_2O_3 veya Cr_2O_3 filmi bulunur. Bu film metal ile ortamın ilişkisini keserek yüksek sıcaklık korozyon direncini artırır. α-Al_2O_3 2050 ^oC gibi çok yüksek sıcaklıkta ergidiği için alaşımın 1000^oC nin üzerine kullanımına imkan sağlamaktadir.Bu da yüksek sıcaklıkta diğer alaşımlara avantaj sağlamaktadır. Önemli Fe esaslı süperalaşımlar arasında MA 956, ODM 751, ODM 331 ve PM 2000 sayılabilir.

Co Esaslı Süperalaşımlar

Yapı esas olarak Co olmakla beraber fazla miktarda Cr, Ni ve W ve az miktarda Mo, Nb, Ta, Ti, La ve bazı durumlarda da çok az miktarda Fe ihtiva etmektedir. Co esaslı süperalaşımlar genelde katı çözelti ve karbür fazları sayesinde dayanım kazanır. Yapıda bulunan %0.4-0.85 C, karbür oluşumunda etkili olmaktadır. Katı çözelti mukavemetli Co esaslı malzemeler genelde üçe ayrılmaktadır. Birinci grup yüksek sıcaklığa dayanıklı (650-1150^{o}C'ye kadar) alaşımlardır. Bu gruba Haynes 24, Haynes 188, UMCo-50 ve S-816 gibi alaşımlar girer. İkinci grup Co esaslı alaşımlar ise MP-35N ve MP-159 gibi tespit malzemesi alaşımlarıdır. Üçüncü grupta ise Stellite 6B gibi aşınma dayanımı yüksek alaşımlar vardır. Isıl işlem uygulanmış ve yumuşatmaya tabi tutulmuş bütün alaşımlar YMK yapıdadır. Ancak MP-35N ve MP-159 hekzagonal yapıdadır. 650-1050^{o}C'de ısıl işleme tabi tutulan Stellite 6B ve yaklaşık 650^{o}C sıcaklığa 1000 h tutulan Haynes 25 alaşımı kısmi olarak HSP yapıya dönüşür. Co esaslı alaşımların hiç biri katı çözelti alaşımı olmayıp yapılarında ikincil karbür fazı veya intermetalik faz içermektedir. Yaşlandırma ısıl işlemi ile oluşan çökeltiler oda sıcaklığı sünekliğin düşmesine neden olmaktadır.

Haynes 25 yaygın olarak kullanılan biçimlendirilen Co-esaslı süper alaşımlardandır. Bunlar, gaz türbini, nükleer reaktör parçaları, implantlar ve soğuk işlem görmüş durumda tespit malzemesi ve aşınma parçaları olarak kullanılır. Haynes 188 gaz türbinlerinin çeşitli bölgelerinde sac parça olarak kullanılmaktadır. X-40 ve WI-52 MAR-M 302 ve MAR-M 509 (hepsi yüksek karbonlu) alaşımları karbür fazı ile dayanım kazanmaktadır. Bunların tamamı uzay sanayiinde türbin kanatçığı yapımında kullanılmakta ve oldukça iyi yüksek sıcaklık dayanımı, oksitlenme direnci sergilemektedir. Bu alaşımların bir diğer özelliği ise kaynakla tamir edilebilmeleridir.

ODS Alaşımları

ODS alaşımlarından Fe esaslı MA 956, ODM 751 ve PM 2000 alaşımlarda %4-5,5 oranında Al, yüzeyde koruyucu α-Al_2O_3 filminin oluşmasına neden olur. Bu film oldukça yüksek sıcaklıklarda dahi malzemeyi korur. Yapıda yeterince Al bulunmaması durumunda yüzeyde koruyucu Cr_2O_3 filmi oluşur. Bu film Al_2O_3 kadar olmasa da yüksek sıcaklıklarda malzemeyi korur. MA 754 ve MA 6000 yüzeyinde Cr_2O_3 filmi oluşan Ni esaslı süper alaşımlar olup, orta sıcaklıklıklarda üstün özellik gösterir. MA 6000 hem çökelti hem de oksitlerle dayanım kazanan karmaşık mikro yapıya sahip alaşımdır. ODS alaşımları hem döküm yöntemi ile hem de **M**ekanik **A**laşımlama (MA) yöntemi ile üretilmektedir. MA ile üretilenler daha küçük ve homojen partiküller ve iri uzun tane yapısına sahip olduğuklarından çok daha yüksek sıcaklıkta daha uzun süre kullanılmaktadır.

Mikro yapı

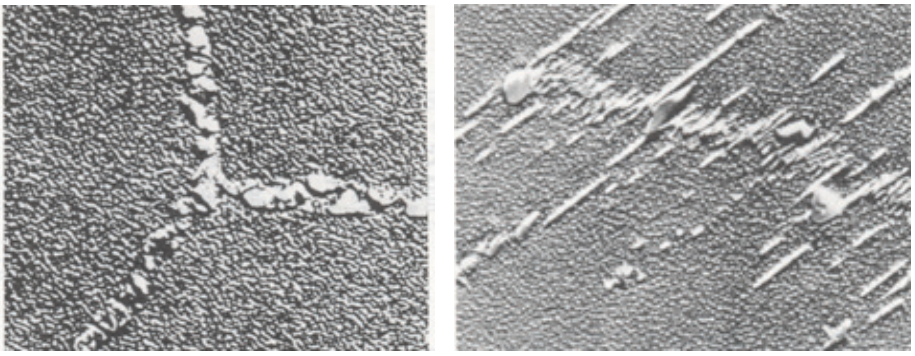
Çoğu süperalaşımlar östenitik YMK matriks (γ fazı) ve oldukça fazla sayıda ikinci faz ihtiva eder. İkinci fazlardan bazıları karbürlerdir. Bunlar MC, $M_{23}C_6$ ve daha az karşımıza çıkan M_7C_6 karbürleridir. Ayrıca gama prime (γ') olarak bilinen YMK yapıda düzenli γ' $Ni_3(Al,Ti)$ fazı da yaygın olarak karşılaşılan intermetalik fazdır. IN 718 gibi bazı alaşımlarda γ'' fazı da (Ni_3Nb), γ' fazı kadar olmasa da zaman zaman karşılaşılan fazlardır. Süperalaşımlarda dayanım katı ergiyik ve çökelme sertleşmesi ile elde edilir. Karbürler de doğrudan (ikinci faz olarak dayanım kazandırmakta) veya daha yaygın olarak da dolaylı olarak (tane sınırı kaymasına karşı dayanımı artırarak) dayanımı artırmaktadır. Bunlara ilave olarak B, Zr ve Hf da mekanik veya kimyasal özellikleri olumlu yönde etkilemektedir. Bazı karbür veya γ' oluşturan elementlerde kimyasal özellikleri etkilemektedirler. Çizelge 11.1'de süperalaşımlarda görülen ikinci fazlar, Şekil 11.1- Şekil 11.14'te süperalaşımlarla ilgili yapılar verilmiştir.

Süperalaşımlarda görülen mikro yapısal değişkenler üç ana başlıkta verilebilir. Bunlar; (a) *çökelti miktarı ve morfolojisi*, (b) *tane boyutu ve şekli*, (c) *karbür veya parçacık dağılımıdır*. Bu değişkenlerin kontrolü ile Ni ve Fe-Ni veya Co esaslı süperalaşımların özellikleri de kontrol edilebilmektedir. Döküm süperalaşımlar genelde iri tane yapısına sahip olup fazla miktarda segragasyon içerir. Bu alaşımlar yüksek sürünme ve kırılma dayanımı sergiler. Biçimlendirilebilen süperalaşımlar daha homojen yapılı olup daha ince taneli yapısına sahiptir ve yüksek çekme ve yorulma direnci gösterir.

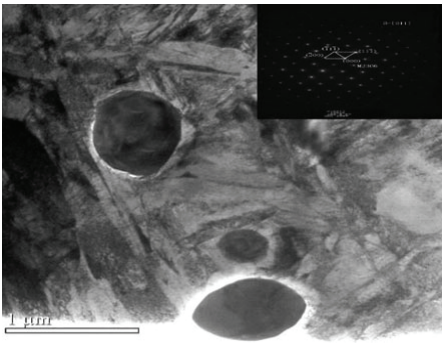
Ni ve Fe-Ni alaşımları γ matriks içerisinde γ' çökeltileri içerir ve bu çökeltilerin hacim oranlarının artışı ile birlikte malzeme dayanımında da artış görülür. En az γ' ihtiva eden alaşımlar Fe-Ni alaşımları olmakla beraber ilk zamanlarda üretilen Ni esaslı süperalaşımlarda γ' faz oranı %25'ten daha az iken günümüzde üretilen süperalaşımlarda %35 civarındadır. Matris içerisinde yeterli miktarda γ' fazı elde edildiğinde uygun özellikler elde etmek mümkündür. Tane sınırlarındaki süreksiz karbürler veya γ' çökeltileri çekme ve sürünme dayanımına etki etmezken, kırılma dayanımı üzerine olumsuz etki yapar. Aşağıda farklı kimyasal bileşim ve üretim yöntemine sahip süperalaşımlara ait mikro yaplıar verilmektedir.

Çizelge 11.1. *Süperalaşımlar içinde yaygın olarak görülen ikinci fazlar [1].*

Faz	**Kristal yapı**	**Bileşimi**
γ’	YMK	Ni_3Al - Ni_3Ti
η	HSP	Ni_3Ti (Diğer elementler içinde çözünmez)
γ’’	HMT	Ni_3Nb
Ni_3Nb (δ)	Ortorombik	Ni_3Nb
MC	Kübik	TiC - NbC - HfC
$M_{23}C_6$	YMK	$Cr_{23}C_6$ - $(Cr, Fe, W, Mo)_{23}C_6$
M_6C	YMK	Fe_3Mo_3C - Fe_3W_3C – Fe_4W_2C - Fe_3Nb_3C Nb_3Co_3C - Ta_3Co_3C
M_7C_3	Hekzagonal	Cr_7C_3
M_3B_2	Tetragonal	Ta_3B_2 - V_3B_2 - Nb_3B_2 - $(Mo, Ti, Cr, Ni, Fe)_3B_2$ Mo_2FeB_2
MN	Kübik	TiN - (Ti, Nb, Zr)N - (Ti, Nb, Zr) (C,N) - ZrN NbN
μ	Rombohedral	Cr7W6 - $(Fe, Co)_7$ $(Mo, W)_6$
Laves	Hekzagonal	Fe_2Nb - Fe_2Ti - Fe_2Mo - Co_2Ta - Co_2Ti
σ	Tetragonal	FeCr - FeCrMo - FeCrMoNi - CrCo CrNiMo



Şekil 11.1- *Waspalloy alaşımında tane sınırlarında süreksiz karbür çökeltileri (solda) ve daha az tercih edilen fermuar şeklindeki karbür çökeltileri (sağda) [1].*

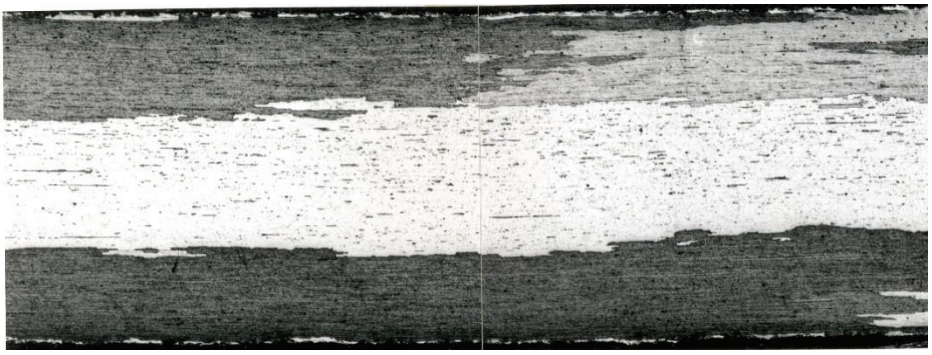


Şekil 11.2- *SDC99 alaşımında oluşan $M_{23}C_6$ fazının TEM görünümü [2].*

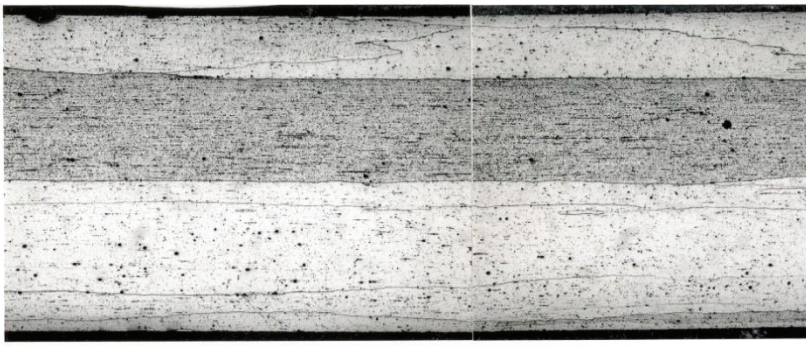


Şekil 11.3- *Waspalloy alaşımının optik mikroskop görünümü, X100 [3].*

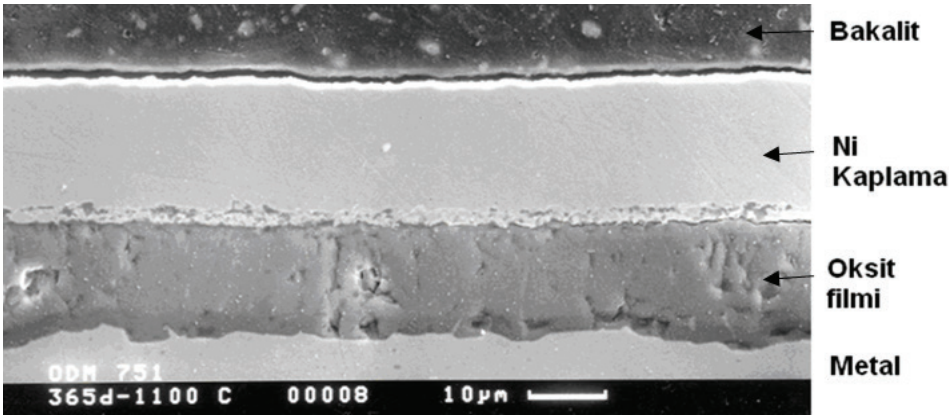
TM yöntemi ile üretilen Fe ve Ni esaslı süperalaşım malzemelerine ait yapıları



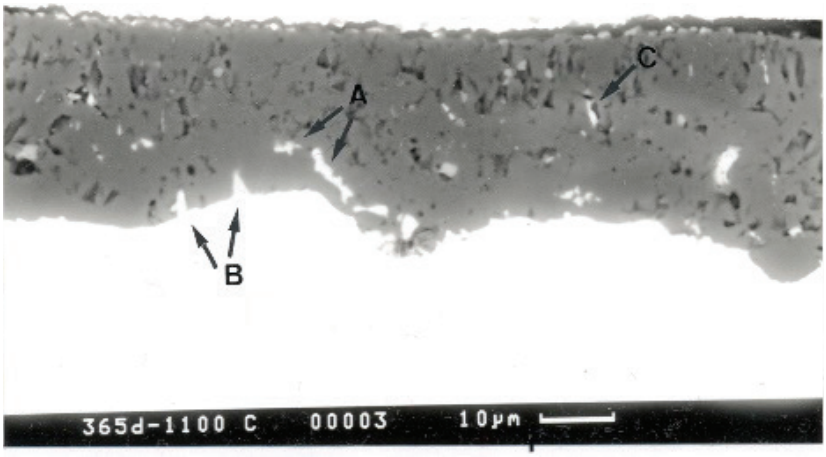
Şekil 11.4 - *1.8 mm kalınlığındaki Fe esaslı PM 2000 süper alaşım sac malzemede girintili-çıkıntılı tane sınırlarından oluşan iri uzun tane yapısı. Bu tür tane yapıları yüksek sıcaklık sürünme dayanımı için tercih edilmektedir, X30 Dağlayıcı: Vilella.*



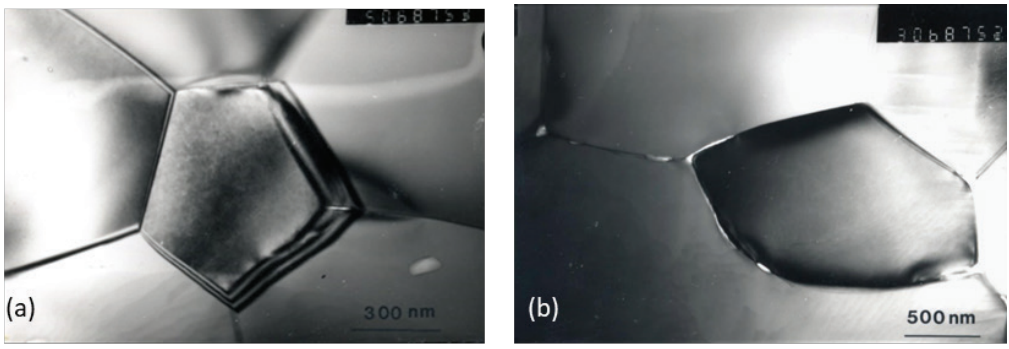
Şekil 11.5- *Fe esaslı ODM 331 süperalaşımda oldukça iri ve uzun tane yapısı X70, Dağlayıcı: Vilella.*



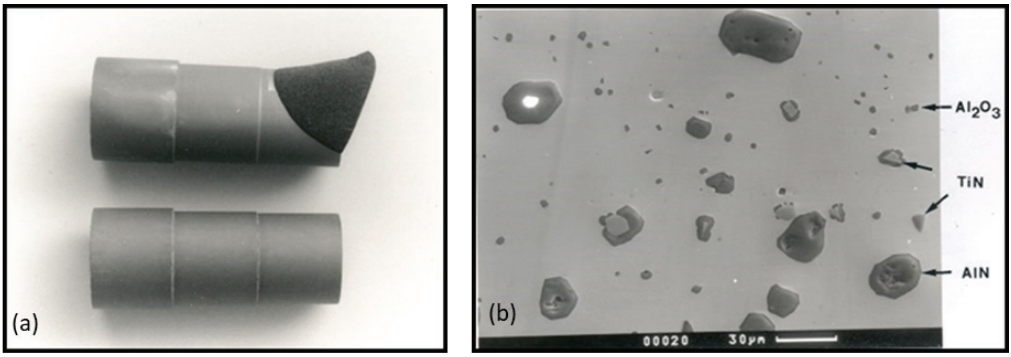
Şekil 11.6- *Fe esaslı ODM 751 süperalaşımda 1100°C'de 8760 h (1 yıl) sonunda oluşan α-Al_2O_3 yüzey filminin parlatılmış yüzeyde görünümü. Metalografik işlemler sırasında oksit filminin hasar görmemesi için numune yüzeyi Ni ile kaplanmıştır.*



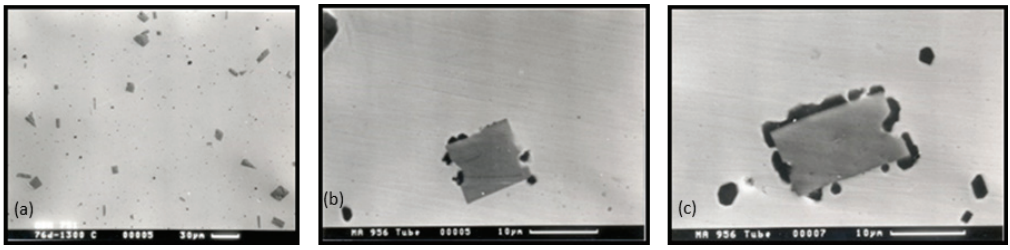
Şekil 11.7- *Şekil 11.6'daki malzemenin yüzeyinde oluşan α-Al_2O_3 filmde; (A) yitriyum, (B) Ti ve (c) Y+Ti'ca zengin parçacıkların SEM'de geri saçılmış elektronlar yardımı ile görünümü.*



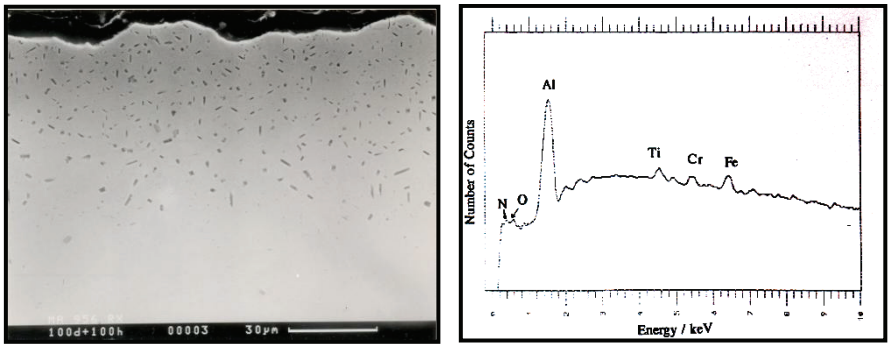
Şekil 11.8- *ODM 751 süperalaşımın yüzeyinde büyüyen koruyucu α-Al_2O_3 filminin düzgün sınırlarından oluşan tane yapısının TEM görünümü (a). Aynı malzeme yüzeyindeki oksit filminin tane sınırlarındaki nano gözeneklerin TEM görünümü (b).*



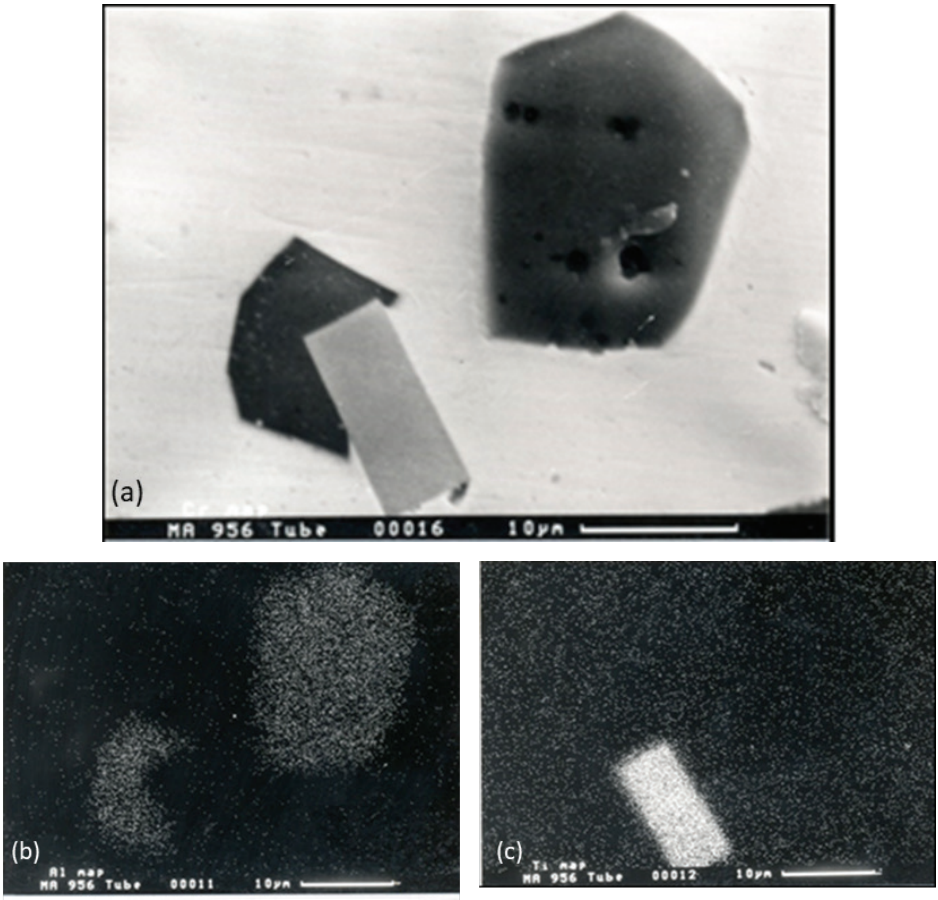
Şekil 11.9- *Kademeli et kalınlığına sahip MA 956 ve ODM 751 boru malzemelerin 1300°C'de 480 h sonunda durgun havada bekletilmesi ile bozulma şeklindeki oksitlenme MA 956'nın ince kısmında başlarken (a-üstteki resim) ODM 751'de herhangi bir bozulma görülmememiştir (a-alttaki resim) [4]. Bozulma gösteren MA 956'da oluşan ince Al_2O_3 parçacıkları, daha iri ve köşeli TiN parçacıkları ve ağırlıklı olarak TiN parçacıkları üzerinde büyüyen iri AlN parçacıklarının SEM mikro yapısı (b) [5].*



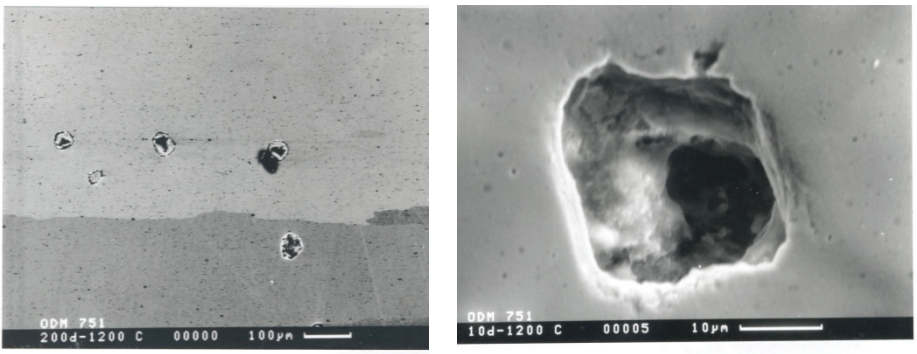
Şekil 11.10- *ODM 751'de 1300°C'de 1824 h sonunda durgun havada büyüyen oldukça düzenli sınırlara sahip geometrik şekilli TiN parçacıkları (a), MA 956 alaşımında 1300°C'de 480 h sonunda durgun havada oluşan TiN parçacıkları (dikdörtgen şekilli gri parçacıklar) etrafında AlN parçacıklarının (koyu renkli parçacıklar) çekirdekleşmesi (b) ve büyümesi (c).*



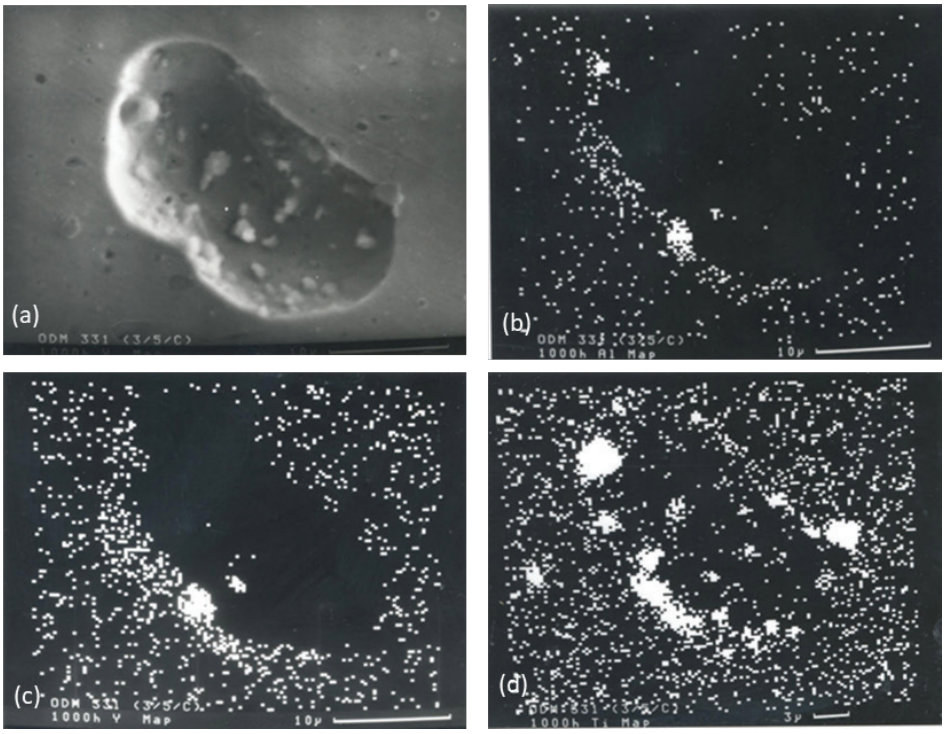
Şekil 11.11- *MA 956'nın 1200°C'de 2400 h %2 oksijen-hava ve daha sonra 1300°C'de 100 h durgun havada bekletilmesi sırasında koruyucu yüzey oksit filminin kırılması ile yüzeyin hemen altında oluşan Widmanstatten AlN parçacıkları ve bu parçacıkların EDAX analizi*



Şekil 11.12- *TiN parçacığı üzerinde çekirdekleşen ve kısmen büyüyen AlN'ün SEM görünümü (a), Al haritası (b) ve Ti haritası (c).*

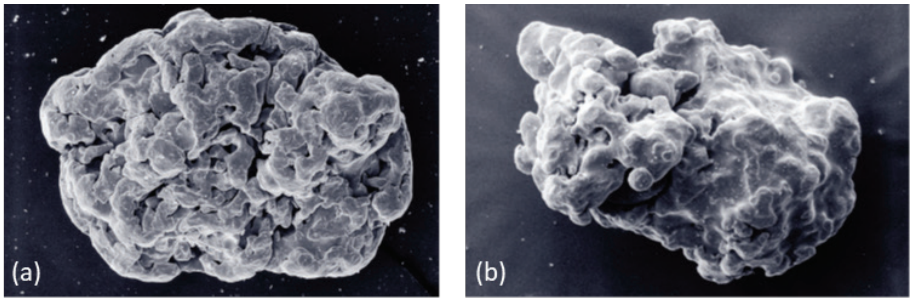


Şekil 11.13- *Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen ODM 751 süperalaşımda 1200^{o}C'de 1200 h sonunda oluşan gözenekli yapının optik mikroskop görünümü (a) ve aynı malzemenin üretilmesi sırasında oluşmuş bir gözeneğin SEM görünümü [6].*



Şekil 11.14- *1200°C sıcaklıkta 1000 h tutulan ODM 331 (**O**xide **D**ispersion **M**icroforged) numunede görülen gözenek yapısı ve o bölgeden alınan Al, Y ve Ti element haritaları. Oluşan gözenek içerisinde ikinci faz partiküllerinin ağırlıklı olarak Ti'ce zengin olduğu görülmektedir (a). Element haritalarından da anlaşılacağı üzere gözeneklerin civarında Al (b), Y (c) ve özellikle Ti (d) fazı bakımından oldukça zengin bölgeler bulunmaktadır.*

TOZ METAL MALZEMELER



Şekil 11.15- *Toz metal sünger demir tozu* ve su atomize demir tozunun** SEM görünmü [7].*

**Sünger demir tozu üretiminde yüksek saflıktaki manyetit demir cevheri, katı hal indirgeme işlemiyle yüksek sıcaklıkta bir tünel fırında saf demire indirgenir. İndirgeme işleminin katı hal doğası nedeniyle, sünger demir tozlarının şekli düzensizdir ve yüksek derecede birbirine bağlı gözeneklilik ile karakterize edilir. Bu tozlar, son derece yüksek mukavemet ve makul sıkıştırılabilirlik verir. 6.6 g/cm^3 veya daha düşük yoğunluk gerektiren uygulamalar için tavsiye edilir.*

***Su atomizasyon işleminde, bir nozuldan akan ergiyik metal, yüksek basınçlı su jetleri ile zerrecikler halinde parçalanır. İstenilen metalleri ergitmek için elektrik ark ocağı kullanır. Ergimiş metal fırından bir potaya ve ardından bir tandişe dökülür, buradan kontrollü bir akım püskürtme odasına akar. Bu şekilde üretilen toz kurutulur ve ardından atomizasyon sırasında yapıya giren oksijeni uzaklaştırmak için hidrojen içinde tavlanır. Su atomize tozları düzensiz şekillidir ve çok az veya yok denecek kadar iç gözenekliliğe sahip olup 6.6 g/cm^3 ve üzeri yoğunluk gerektiren uygulamalar için tavsiye edilir*

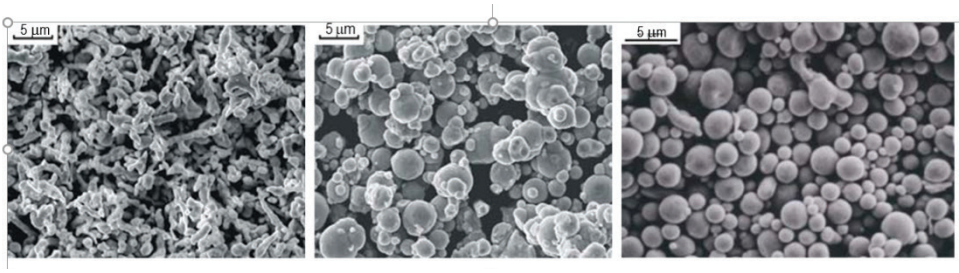
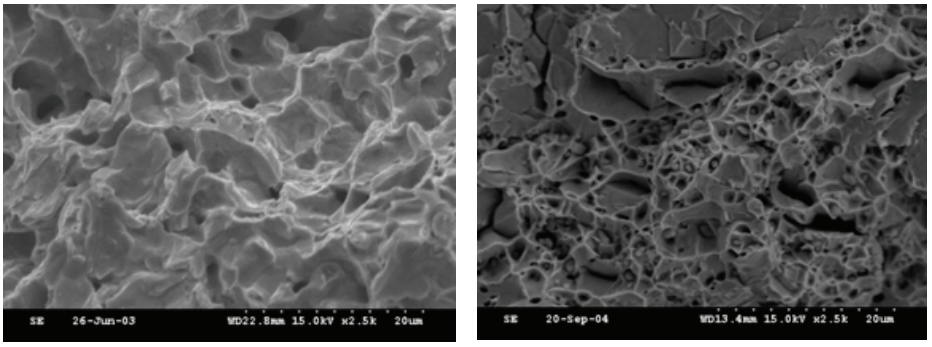
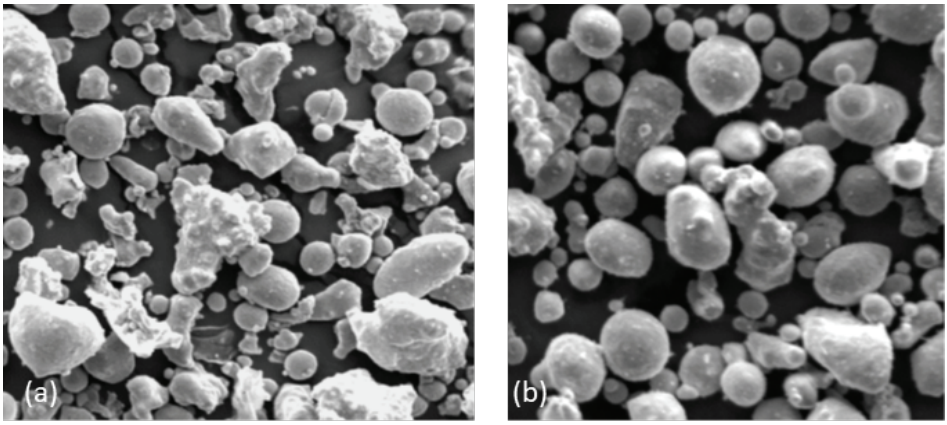


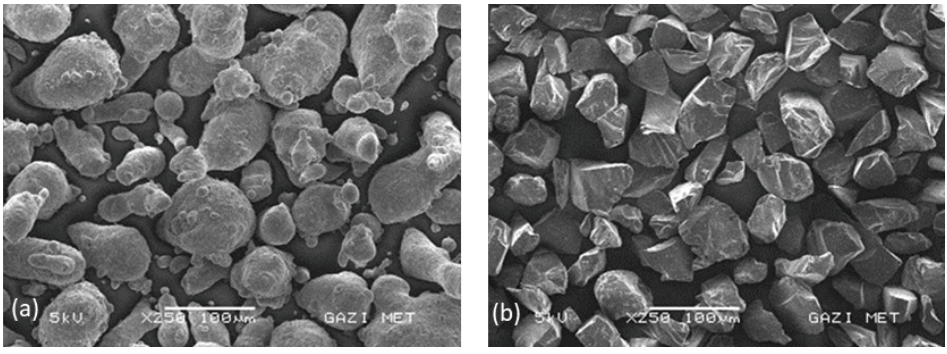
Fig. 11.16- *Çeşitli tozların görünümleri. a) extra ince Co; b) karbonil Fe, c) atomize Cu [8].*



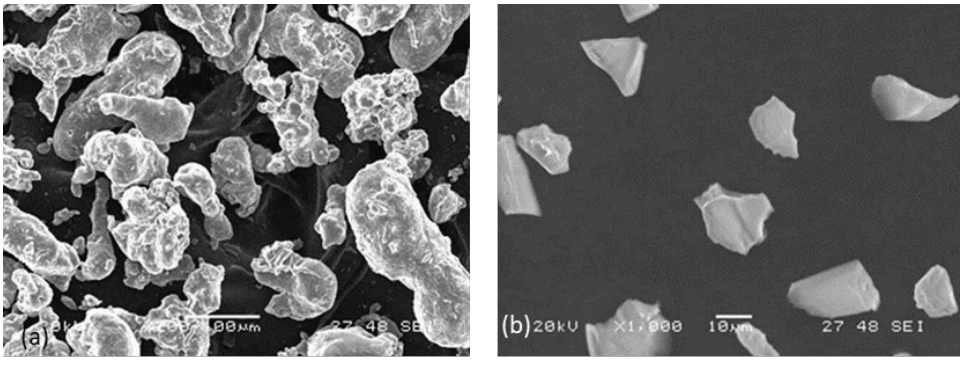
Şekil 11.17- *Metal tozları kullanılarak üretilen Co,70Fe,20Cu malzemeye ait kırık yüzey yapıları. (a) soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş yapı, (b) sıcak preslenmiş yapı[8] .*



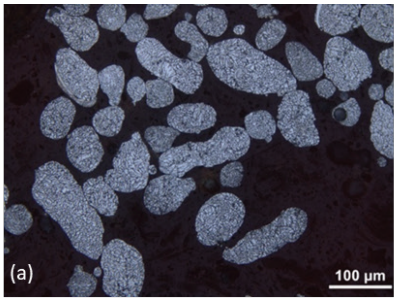
Şekil 11.18- *Düzensiz yapıdaki su atomize Fe tozları (yüzey alanı 0.638 m^2/g) ve aynı kimyasal bileşimdeki daha küresel yapıdaki gaz atomize tozların (yüzey alanı 0.352 m^2/g) görünümü. Düzgün küresel yapıdaki tozların görünür yoğunlukları iyi olduğu için kalıp daha kolay dolarken, düzensiz şekilli tozlar, presleme anında mekanik kilitlemeye sebep olduğundan daha yüksek ham mukavemet verir [9].*



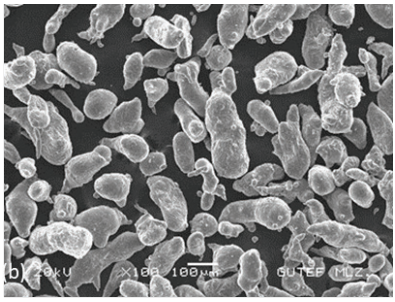
Şekil 11.19- *6061 Al alaşım tozları (solda) ve B_4C tozlarına ait SEM görüntüleri [10].*



Şekil 11.20- *Gaz atomize Al tozları (a) ve Al_2O_3 tozları (b). Al tozları gaz atomizasyon yöntemiyle üretilmesine rağmen bazı bölgelerinde düzensiz yapı mevcut olup bazı taneler su atomize tozlara benzer şekilde düzensiz parçacık yapısı ve yüzey kalitesine sahiptir. Al_2O_3 tozları ise tipik açısal ve düzgün yüzeylerden oluşmaktadır [11].*



Şekil 11.21- *6061 Al tozlarının dağlama ile elde edilen mikro yapısı [10].*



Şekil 11.22- *Gaz atomize, kısmi küresel ve eliptik yapıda AA 2014 (Al-4.4Cu,0.5Mg,0.7 Si) tozları [12] .*

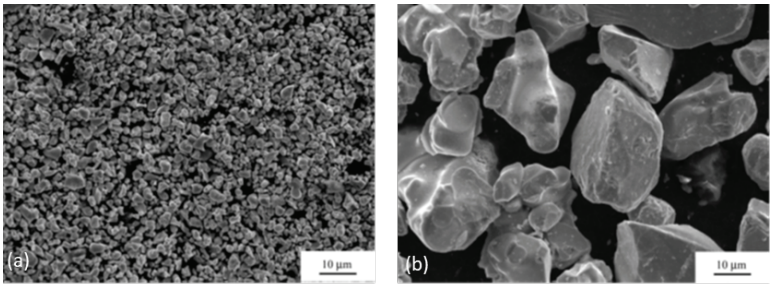
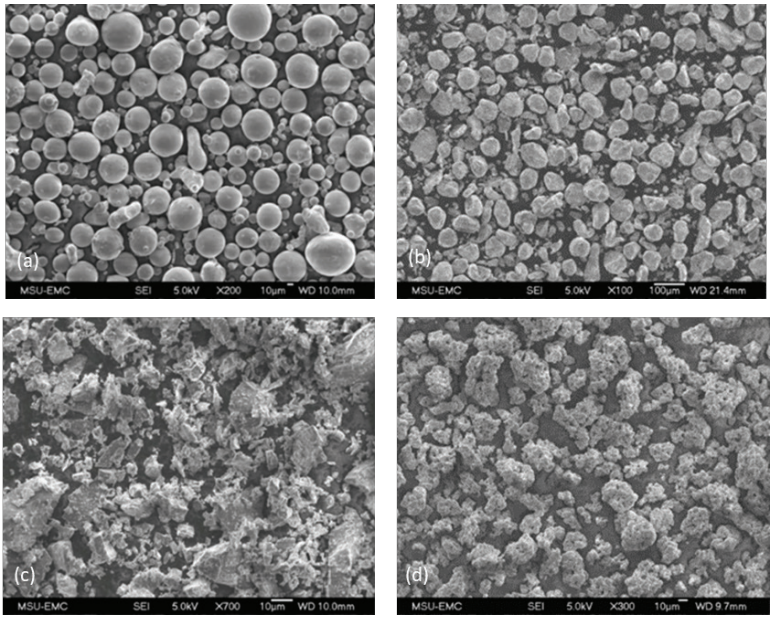
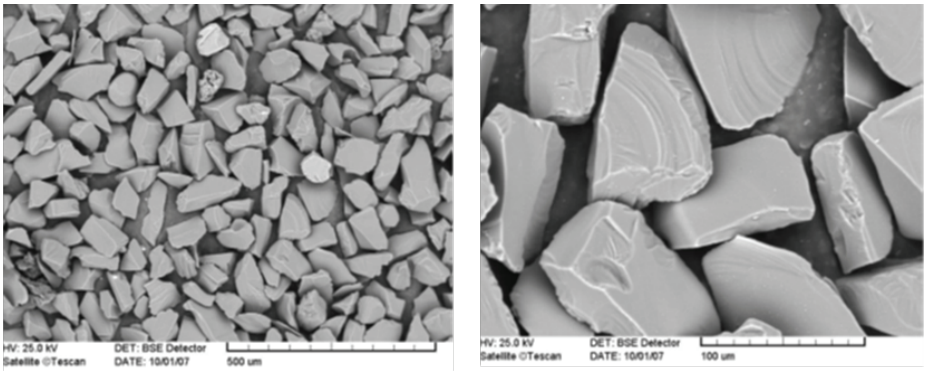


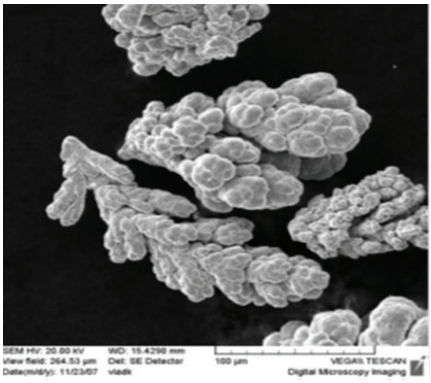
Figure 11.23- *3 µm altı ve 10-45 µm aralığında $MoSi_2$ tozlarının düşük ve yüksek büyütmede görünümü. Tozlar çok fazla olmasa da açısal ve düzgün yüzeyli görünmektedir [13].*



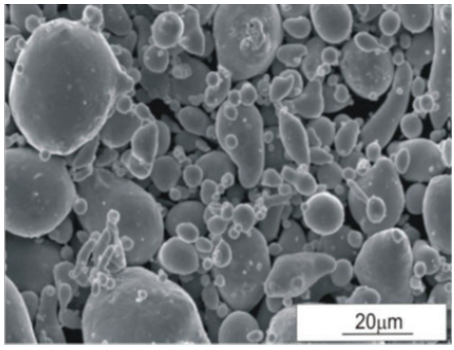
Şekil 11.24- *Cu, Mg, Si ve Ti tozları. Cu mükemmel denecek şekilde küresel yapıya sahipken (a), Mg tozları küresel olmakla beraber daha düzensiz bir yapı sergilemektedir (b). Si tozları düzensiz ve keskin köşeli açısal bir yapıda olup (c), Ti tozları sünger yapıya benzer bir görünüm sergilemektedir (d) [14].*



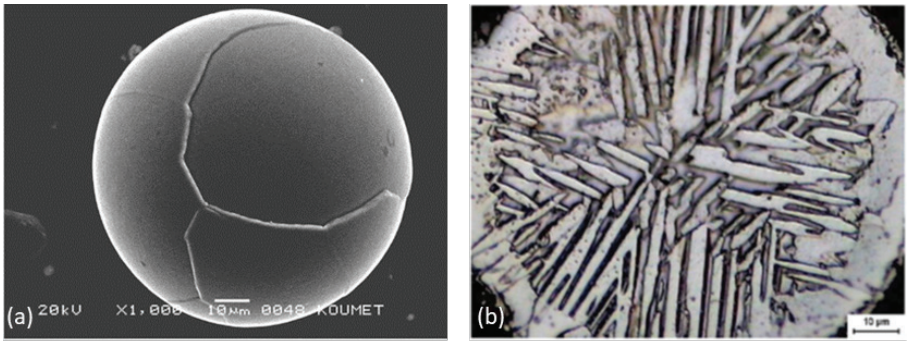
Şekil 11.25- *P 220 SiC partikül dağılımının 500X ve 1000X büyütmede SEM görüntüleri. Çok sert olan bu malzeme beklendiği şekilde düzgün yüzey ve açılıdır. Sert ve keskin köşeli yapısından dolayı bu tozlar zımparalama araçlarında yaygın olarak kullanılmaktadır [15].*



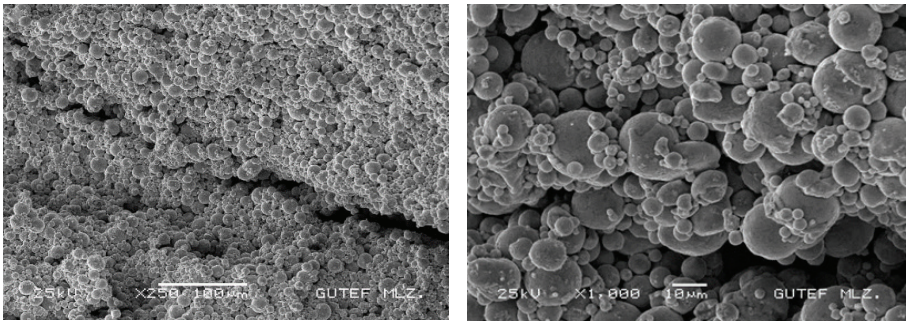
Şekil 11.26-*. Dendritik katılaşmış Cu tozlarının SEM görünümü [16].*



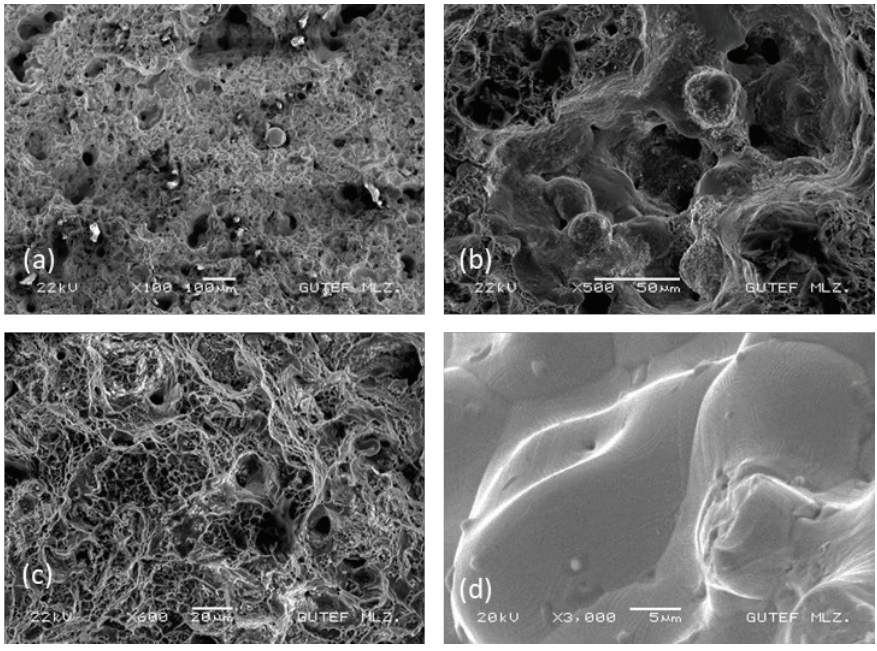
Şekil 11.27- *Atomize kalay bronzun SEM mikro yapısı. Tozlar düzgün yüzeyli, küresel ve eliptik görünümündedir [17].*



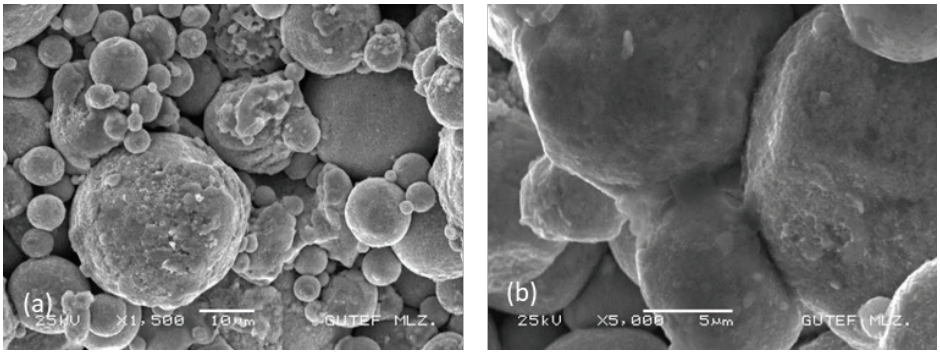
Şekil 11.28- *Ti-6Al-4V alaşımı tozuna ait SEM görüntüsü (a) ve aynı tozun kesit alanı mikro yapısı (b). Kesit alanı görüntüsünde Ti-6Al-4V alaşımının β alanında tavlanma sonrası havada soğutulduğunda oluşan yapısı görülmektedir. Yapıda aydınlık/beyaz kontrast α, koyu/gri kontrast β fazlarını göstermektedir [18].*



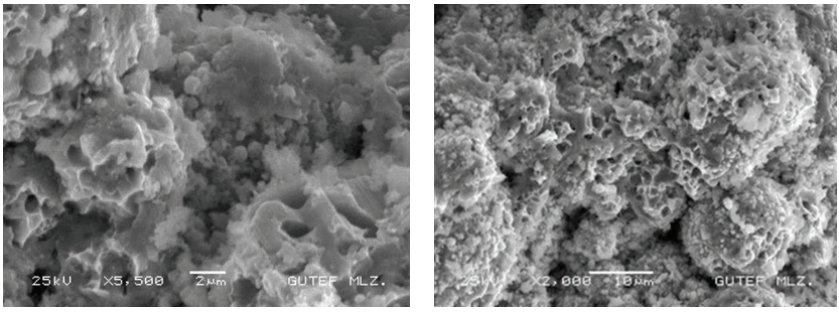
Şekil 11.29- *Ni esaslı IN 625 tozlarının düşük sıcaklıkta sinterlenmesi neticesinde kısmi sinterleme gösteren tozların farklı büyütmelerde kırık yüzey görünümü. Görüntülerinden de anlaşılacağı üzere toz taneleri arasında henüz yeterli bağ oluşmamış, bu nedenle toz yüzeylerinde fazla bozulma veya boyunlaşma olmadan kolay kırılma gerçekleşmiştir. Bu tür problemler genelde, toz yüzey oksit filmi, düşük sinterleme sıcaklığı veya kısa sinterleme süresinden kaynaklanır [19].*



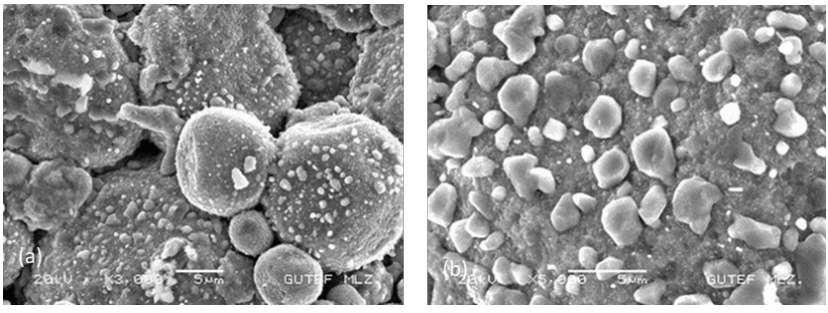
Şekil 11.30- *IN 625 tozlarının 1280^{o}C sinterlenmesi ile elde edilen malzemenin kırık yüzey yapısında çok sünek olmayan kırık yüzey görünümü ve yapıda küçük küresel partiküller (a). Sadece boyunlaşma bölgelerinde bir araya gelmiş, kısmi sinterlenmiş ve kolay kırılan gözenekli numune (b). Daha iyi sinterlenmiş numunede sünek kırılma örneği (c). Sinterleme sırasındaki yüksek sıcaklıktan ve uygun sinterleme atmosferinden dolayı oluşan mükemmel sinterleme, numune yüzeyinde dalgalanmalar ve yüzeyde büyümüş partiküller (d) görülmektedir [19].*



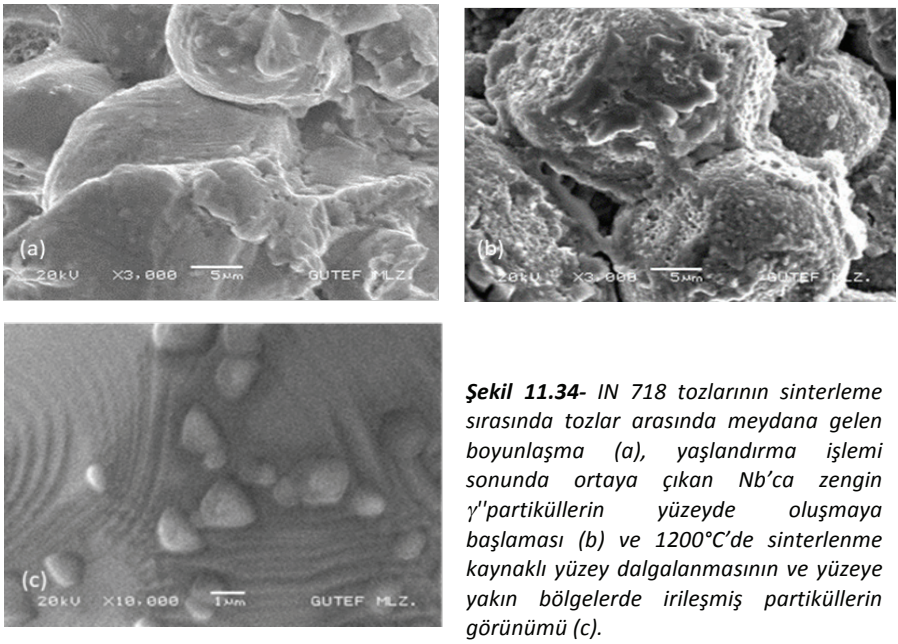
Şekil 11.31- *IN 718 Ni esaslı tozların 1260^{o}C'de yeterli olmayan sinterlenmesi sonrası kırık yüzeyde görülen toz tane yapısı. Resimde büyük tozlara yapışmış olan çok sayıda uydu tozlar görülmektedir (a). Aynı tozların uygun sinterlemesi sırasında ilk etapta toz taneleri arasında görülen kısmi boyunlaşma (b).*



Şekil 11.32- *Sinterleme işleminin ardından yaşlandırma yapılmış IN 718 tozlarından elde edilen numunede farklı büyütmelerde kırık yüzey görünümü. Yapılarda yaşlandırma sırasında ağırlıklı olarak Nb'ca zengin γ''partiküller malzeme yüzeyinde küçük yumrular halinde görülmektedir.*

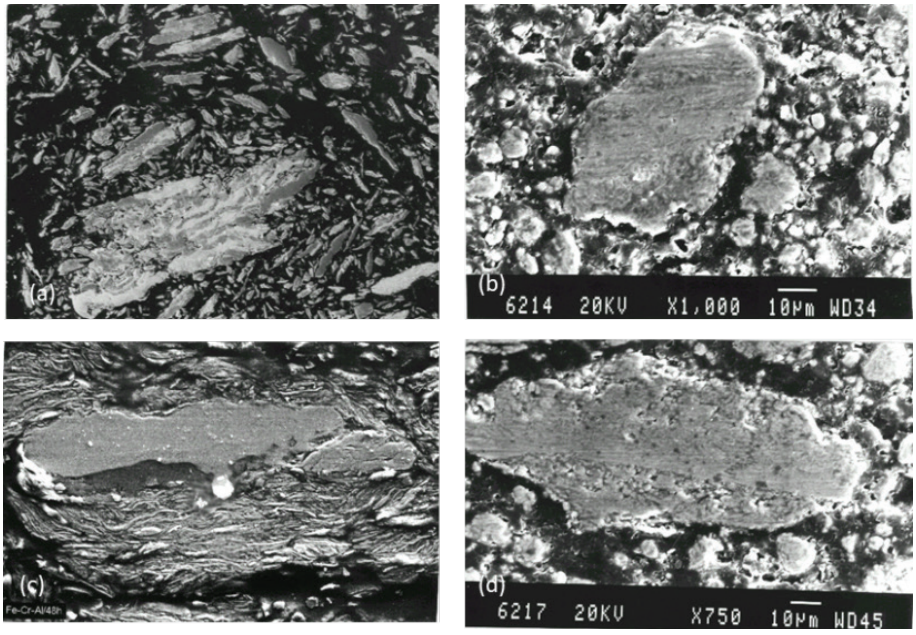


Şekil 11.33- *IN 718 tozların 1280^{o}C'de uzun süreli (8h) sinterlemesinden dolayı yüzeyde oluşan ve zamanla daha da irileşen γ''partiküllerinin düşük ve yüksek büyütmede SEM görünümü.*

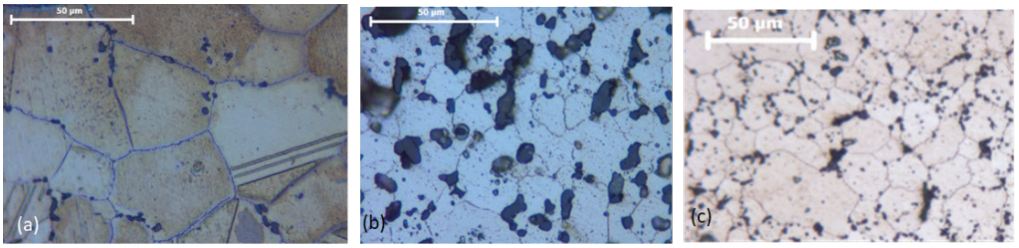


Şekil 11.34- *IN 718 tozlarının sinterleme sırasında tozlar arasında meydana gelen boyunlaşma (a), yaşlandırma işlemi sonunda ortaya çıkan Nb'ca zengin γ''partiküllerin yüzeyde oluşmaya başlaması (b) ve 1200°C'de sinterlenme kaynaklı yüzey dalgalanmasının ve yüzeye yakın bölgelerde irileşmiş partiküllerin görünümü (c).*

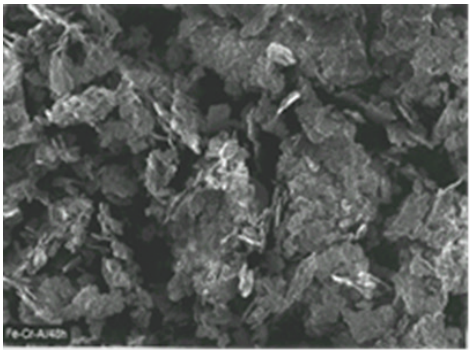
MEKANİK ALAŞIMLAMA (MA) YAPILARI



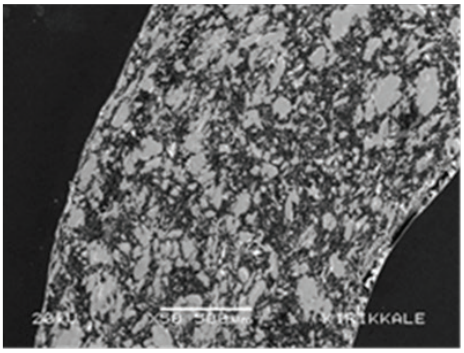
Şekil 11.35- *Fe-20Cr,5Al,0.5Ti,0.5Y alaşımının 10 h süreyle MA değirmeninde öğütülmesi ile oluşan katmanlı yapı. Yapıda beyaz görünen bölgeler Cr, daha koyu bölgeler de Fe tozlarıdır (a). 24 h MA sonunda oluşan daha homojen ve daha ince katmanlı tozların yapı (b).Tozların 48 h MA ile oluşan küçük ve iri taneli lamelli yapı (c). 48 h MA sonunda iri bir toz içerisinde çok ince lamelli yapı ve etrafında oluşmuş homojen yapılı küçük partiküllerin SEM görünümü (d) [20].*



Şekil 11.36- *Ni esaslı süperalaşım malzeme (Ni-Cr,Al_2O_3,Ti,Y_2O_3) 8 h MA, presleme ve sinterleme işlemlerinden sonra sırasıyla %75 (a), %50 (b) ve %25 (c) deforme edilip 1350^oC'de ikinci yeniden kristaleşme yapılmıştır. Uygulanan bu termo mekanik işlem neticesinde tanelerde irileşme ve genelde tane sınırlarında partiküllerde artış görülmüştür [21].*

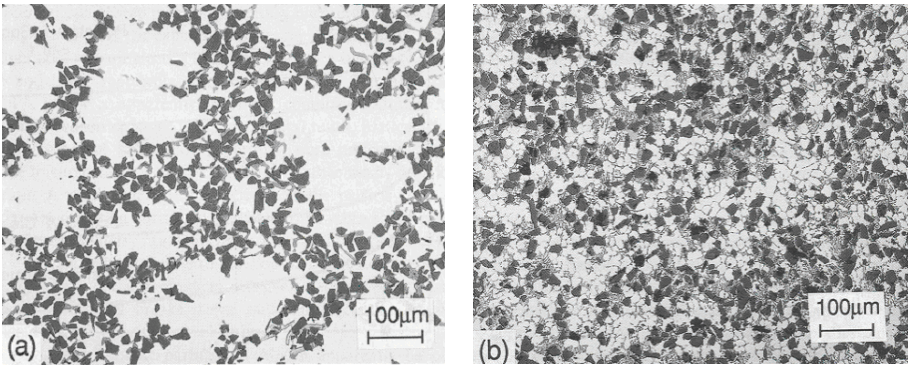


Şekil 11.37- *48 h atritörde öğütülen tozların tane yapısının herhangi bir gömme ve parlatma yapılmadan gevşek halde yüzey SEM görünümü. Yapıda irili ufaklı pul şeklinde ve birbirine kaynaklaşmış tozlar görülmektedir. [20].*

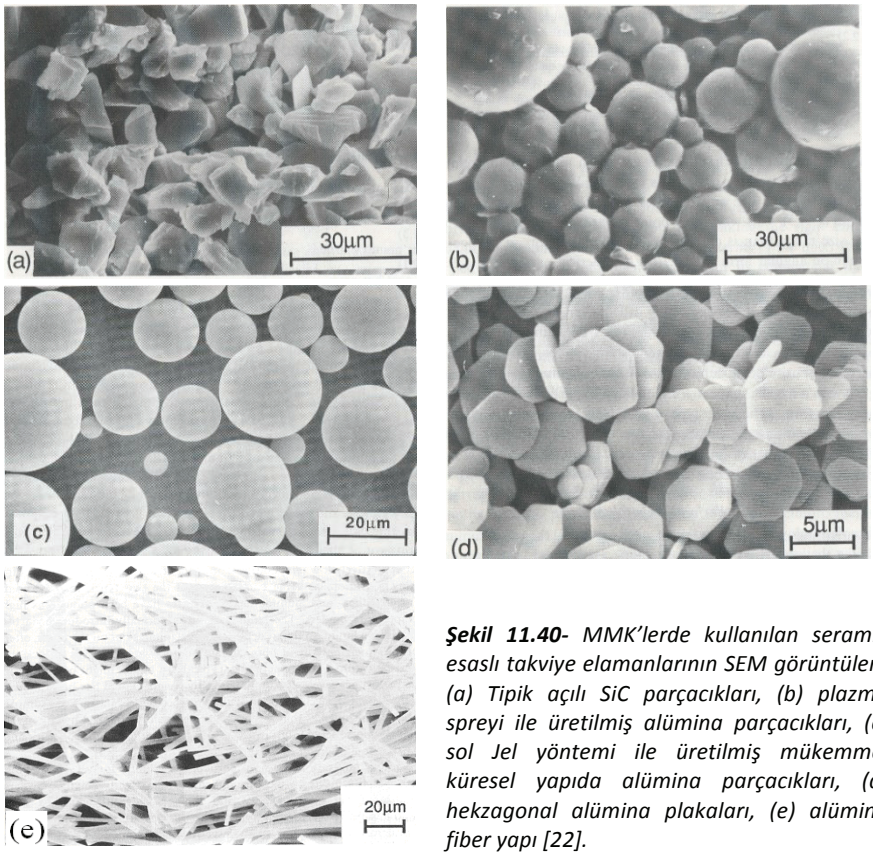


Şekil 11.38- *Toz enjeksiyon kalıplama ile üretimi planlanan Fe esaslı süperalaşım tozlarının 10 h atritörde öğütülüp, polimer ile karıştırılan ve kapiler reometrede 175^oC'de akıtılan yapısı. Tozların bağlayıcı içeresindeki dağılımı [20].*

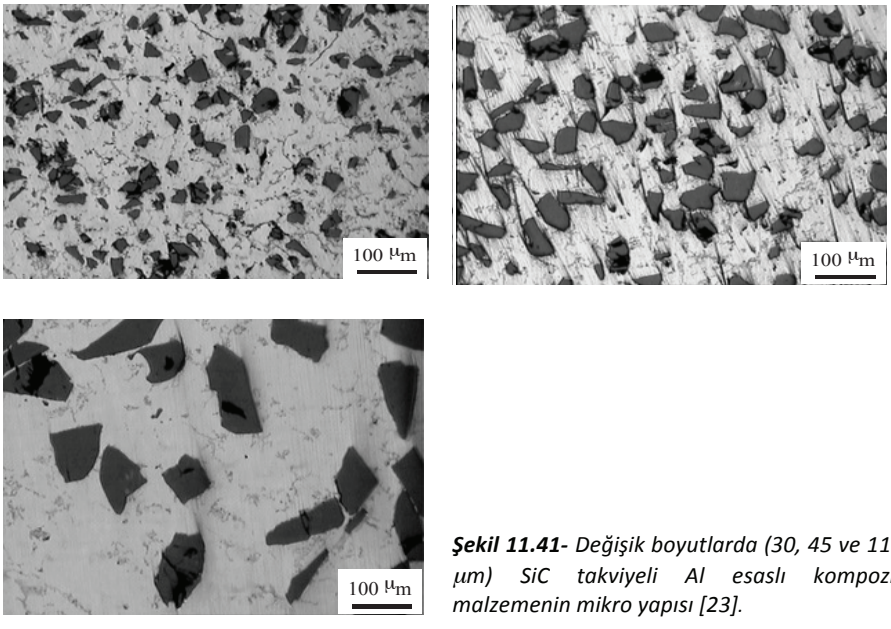
KOMPOZİT YAPILAR



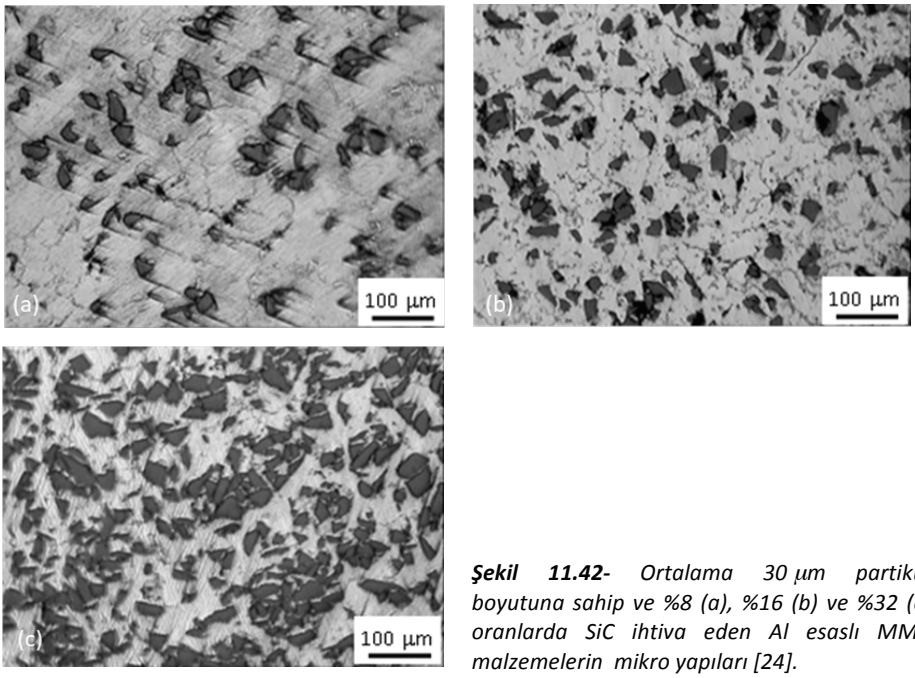
Şekil 11.39- *Al-7Si alaşımının mikro yapısı. Hassas döküm (yavaş soğuma) (a) ve pres döküm (hızlı soğuma) (b) yapıları. Yavaş soğuma sırasında Si parçacıkları dendiritler arasına sürüklenerek o bölgelerde toplanırken hızlı soğumada oluşan girdaptan kaynaklanan parçacık hareketi ile daha homojen bir dağılım sağlanmıştır [22].*



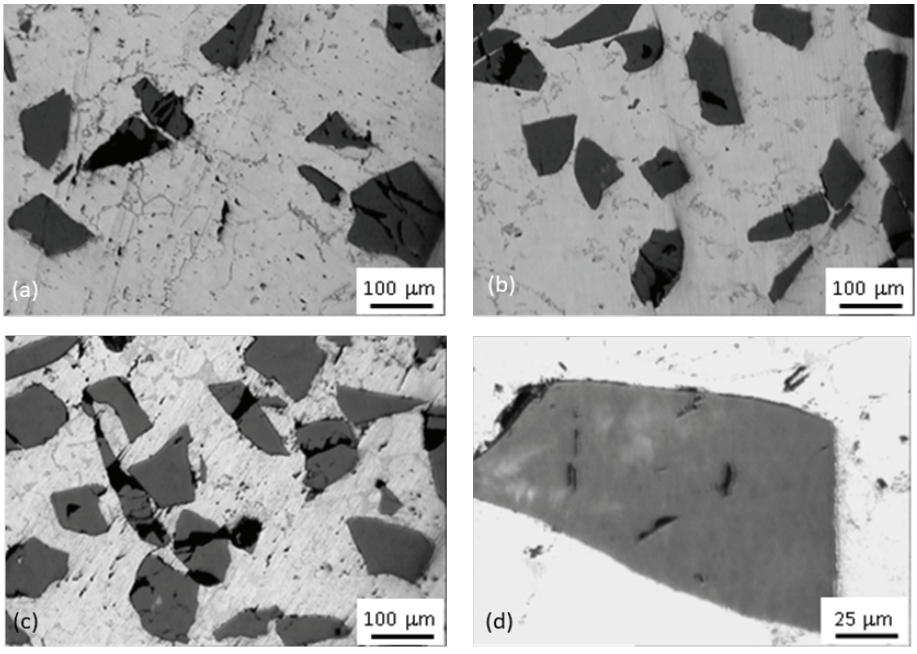
Şekil 11.40- *MMK'lerde kullanılan seramik esaslı takviye elamanlarının SEM görüntüleri. (a) Tipik açılı SiC parçacıkları, (b) plazma spreyi ile üretilmiş alümina parçacıkları, (c) sol Jel yöntemi ile üretilmiş mükemmel küresel yapıda alümina parçacıkları, (d) hekzagonal alümina plakaları, (e) alümina fiber yapı [22].*



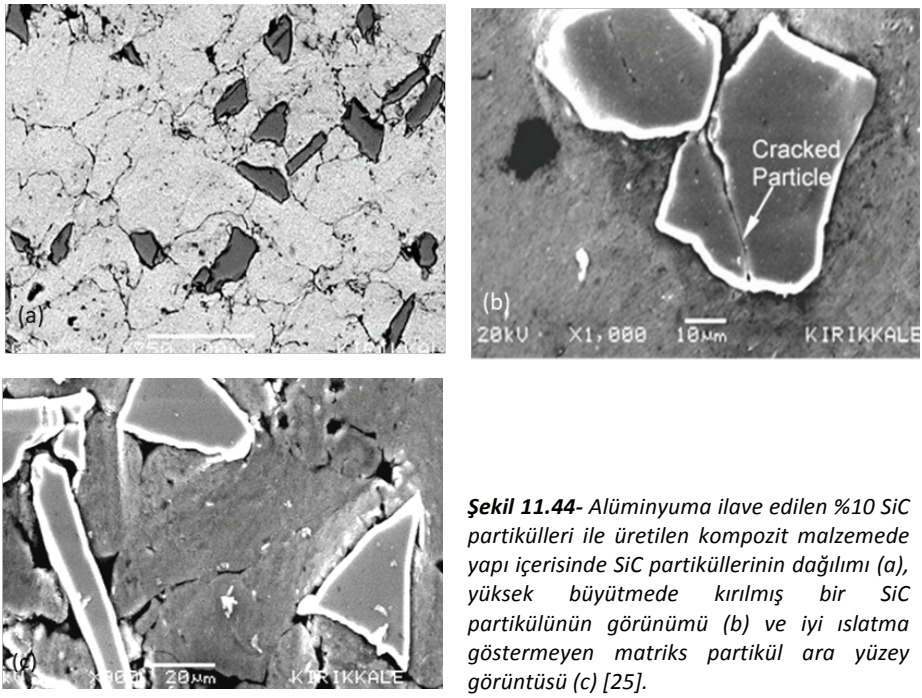
Şekil 11.41- *Değişik boyutlarda (30, 45 ve 110 μm) SiC takviyeli Al esaslı kompozit malzemenin mikro yapısı [23].*



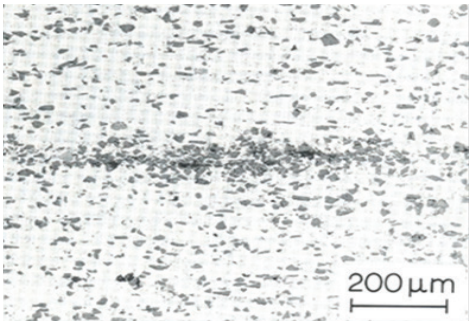
Şekil 11.42- *Ortalama 30 µm partikül boyutuna sahip ve %8 (a), %16 (b) ve %32 (c) oranlarda SiC ihtiva eden Al esaslı MMK malzemelerin mikro yapıları [24].*



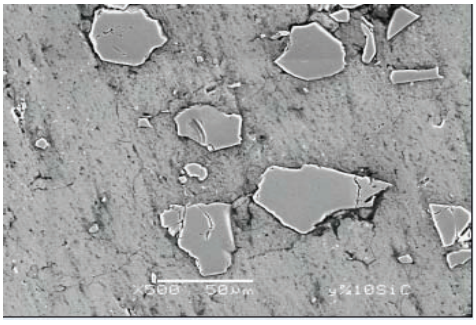
Şekil 11.43- *Ortalama 110 µm partikül boyutuna sahip ve %8 (a), %16 (b) ve %32 (c) oranlarında SiC ihtiva eden Al esaslı MMK malzemelerin mikro yapı fotoğraflarını, (d)'de ise partikül matris ara yüzeyi göstermektedir [24].*



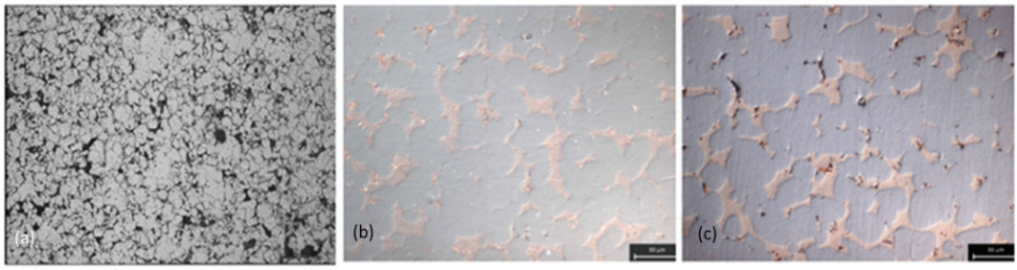
Şekil 11.44- *Alüminyuma ilave edilen %10 SiC partikülleri ile üretilen kompozit malzemede yapı içerisinde SiC partiküllerinin dağılımı (a), yüksek büyütmede kırılmış bir SiC partikülünün görünümü (b) ve iyi ıslatma göstermeyen matriks partikül ara yüzey görüntüsü (c) [25].*



Şekil 11.45- *MMK malzemede yapı içerisinde ektrüzyon sırasında meydana gelen takviye elemanı açısından zengin bölge [22].*

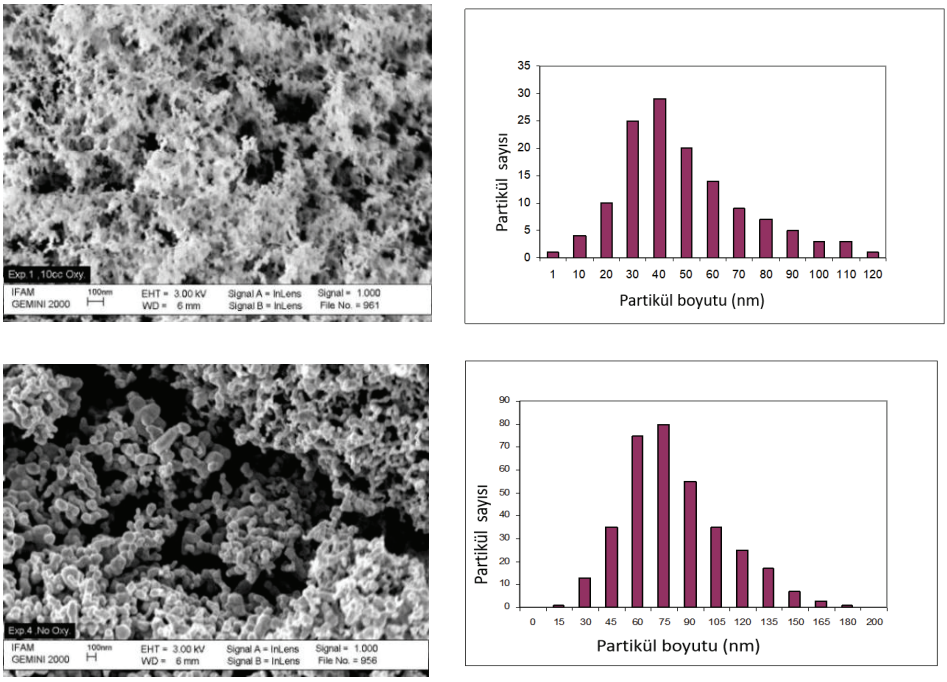


Şekil 11. 46- *Al-%10 SiC kompozit numunenin kesitinin SEM görünümü [26].*

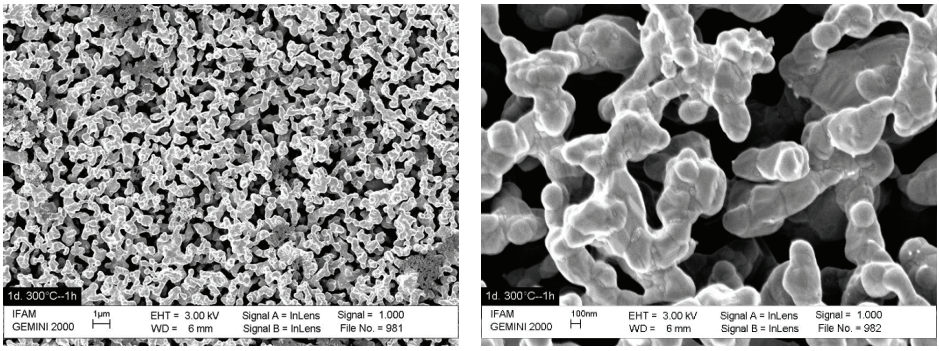


Şekil 11.47- *Metal tozlarından çeşitli birleştirme teknikleri uygulanmış numuneler. 300 MPa'da preslenmiş AISI 316 paslanmaz çeliğin yapısı (a). Bakır infilitrasyon yapılan malzemenin görünümü (b). Bronz infilitre edilen numunenin mikro yapısı (c) [27].*

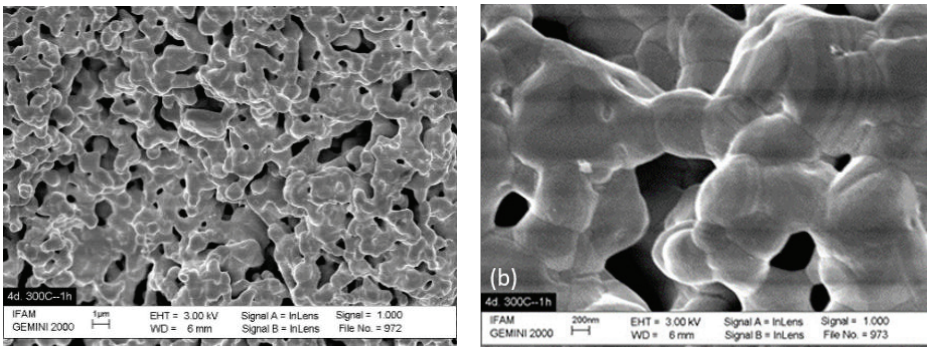
GÜMÜŞ NANO TOZLAR



Şekil 11.48- *Asal gaz yoğuşturma yöntemi ile 20 mb He+10 cm^3 oksijen ortamında üretilen yaklaşık 44 nm (üstte) ve saf He ortamında üretilen ve ortalama 74 nm boyutlarında (altta) üretilen Ag nano tozların parçacık dağılım grafiği ve SEM görünümü. Üstteki resimde üretim sırasında yapıya ilave edilen oksijenden dolayı yüzyde oksit filmi oluşmuş ve daha küçük boyutlarda daha küresel tozların oluşmasına sebep olmuştur [28].*

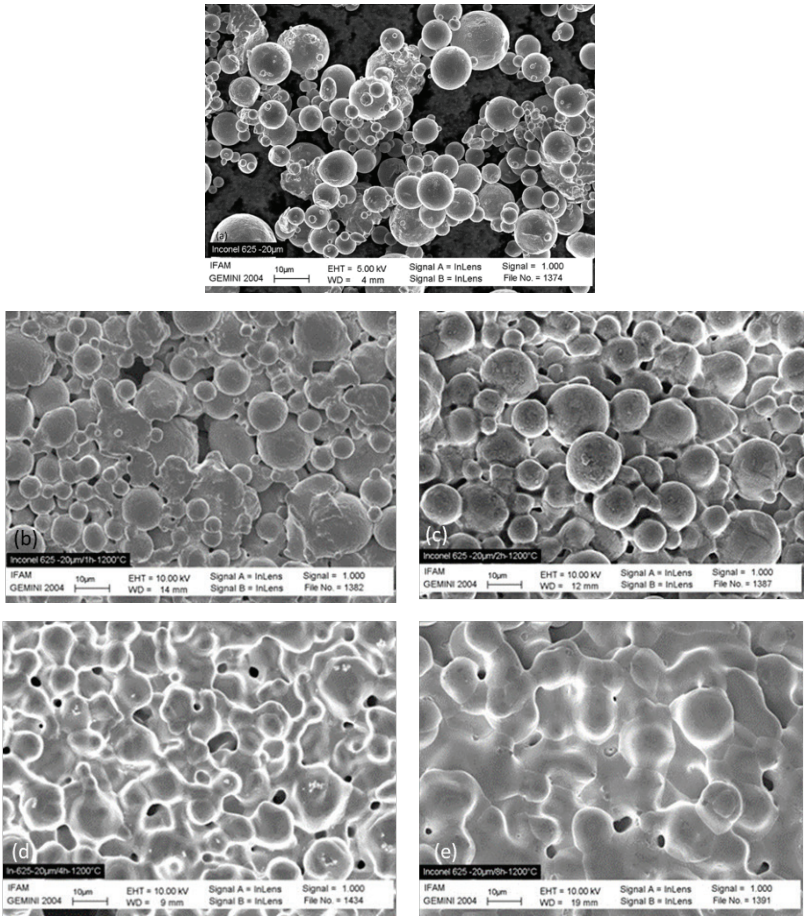


Şekil 11.49- *He+10 cm^3 oksijen ortamında üretilen ve yüzeylerinde ince oksit filmi bulunan Ag nanotozların 300^oC'de 1 h sinterleme sonunda parçacık irileşmesi (a) ve boyun oluşumu (b) [29]*

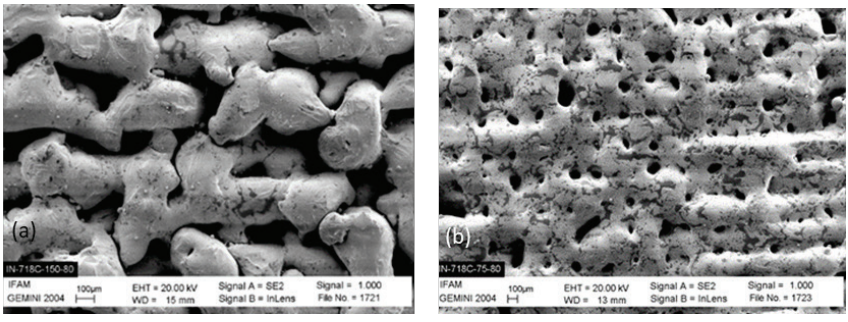


Şekil 11.50- *20 mb saf He ortamında üretilen Ag nanotozların 300^oC'de 1 h sinterlenmesi ile parçacık irileşmesi (a) ve boyun oluşumu (b). Oksijen içermeyen ortamda üretilen Ag nano tozların sinterlenmesi sırasında yüzey temiz olduğundan daha kolay ve hızlı sinterlenmiştir [29].*

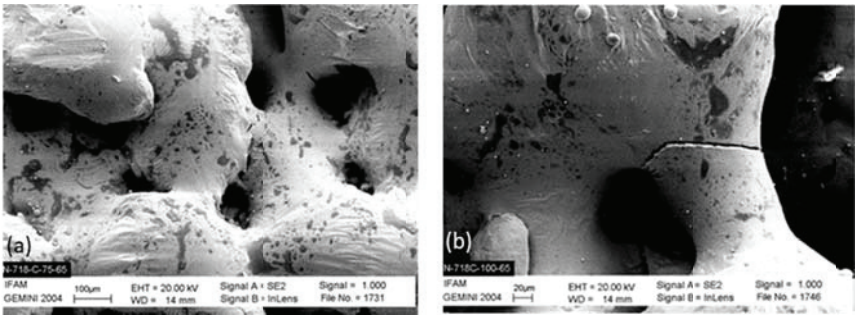
SİNTERLEME, 3DP VE DİĞER PARTİKÜL YAPILARI



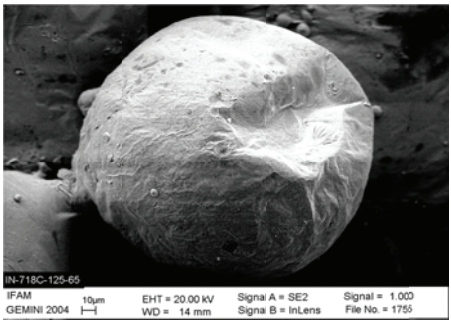
Şekil 11.51- *IN 625 tozlarının işlemsiz ve sinterleme aşamalarında yapısı. a) üretildiği şekilde, b) 1200^{o}C de 1 h, c) 2 h, d) 4 h, e) 8 h süreyle vakum altında sinterleme ile ortaya çıkan yapılar. Sinterleme süresi artıkça tozlar arasında boyunlaşmanın attığı ve gözenek miktarının azaldığı net olarak görülmektedir.*



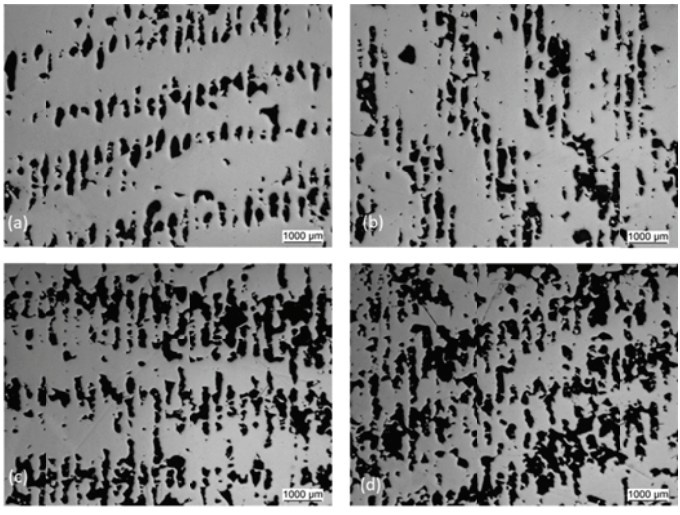
Şekil 11.52- *IN 718 tozlarının lazerle sinterleme sırasında lazer hızının sinterlemeye etkisi. Hızlı (150 mm/s) sinterleme nedeniyle tam bir birleşme sağlanamazken (a), daha yavaş sinterleme hızında (75 mm/s) daha kompakt ve daha az gözenekli yapı elde edilmiştir (b).*



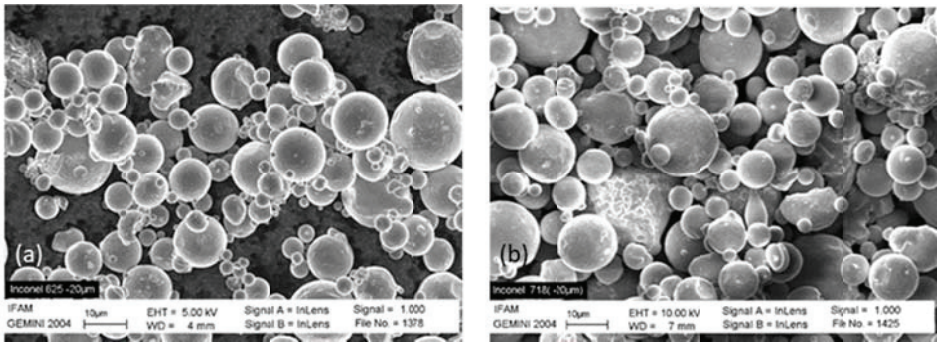
Şekil 11.53- *IN 718 süperalaşım tozlarının lazer sinterlenmesi sırasında hızlı ısıtma ve hızlı soğuma kaynaklı gerilmelerden dolayı özellikle tozların birleşme yerlerinde görülen çatlaklar. Bu çatlak ve hatalar muhtemelen bir sonraki katmanın sinterlenmesi sırasında giderilmiştir.*



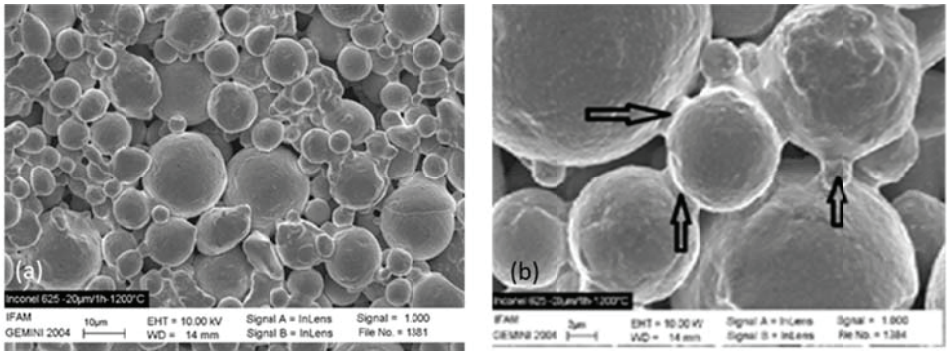
Şekil 11.54- *IN 718 süperalaşım tozun lazer sinterlenmesi sırasında yüksek sıcaklık kaynaklı yüzey yapısında meydana gelen bozulmanın SEM görünümü.*



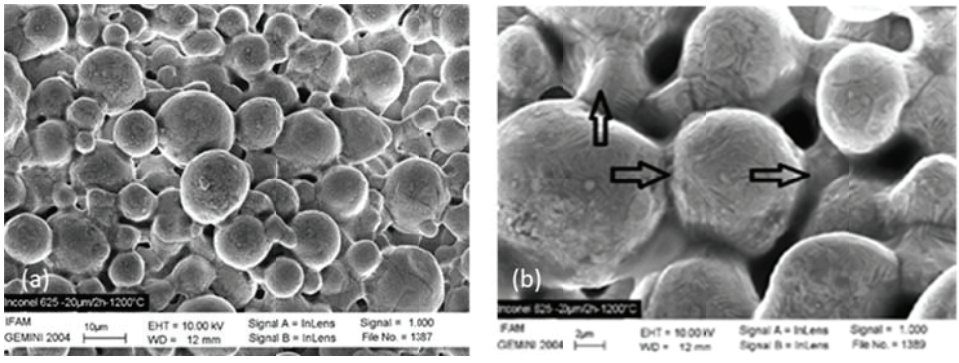
Şekil 11.55- *IN-718'in sinterlenmesinde lazer hızının gözenek miktarına etkisinin kesit alanında görünümü. (a) 75 mm/s, (b) 100 mm/s, (c) 125 mm/s ve (d) 150 mm/s lazer hızında, %95 lazer gücü ile toz katman kalınlığı 0.06 mm ve lazerler arası mesafe 0.35 mm olarak alınmıştır.*



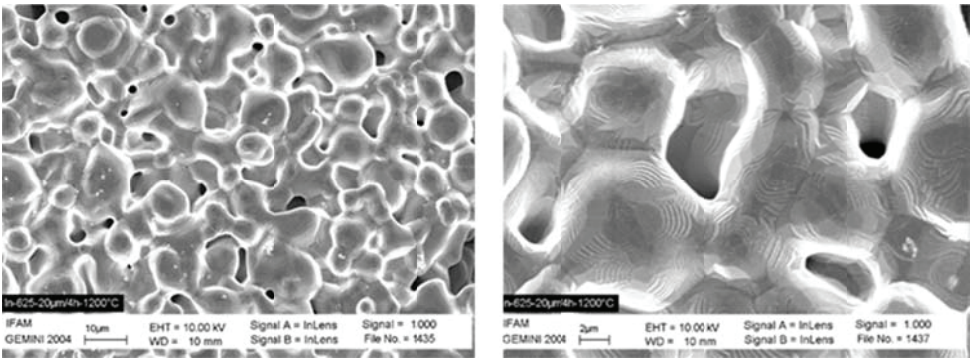
Şekil 11.56- *Lazer sinterleme ve 3DP'de kullanılan gaz atomize küresel şekilli Ni esaslı süperalaşım tozları. Ortalama 13.2 µm çapında IN 625 (a) ve ortalama 16,5 µm çapında IN 718 tozlarının SEM görüntüleri (b).Özellikle IN 718 tozlarının üzerinde küçük uydu tozlar dikkat çekmektedir.*



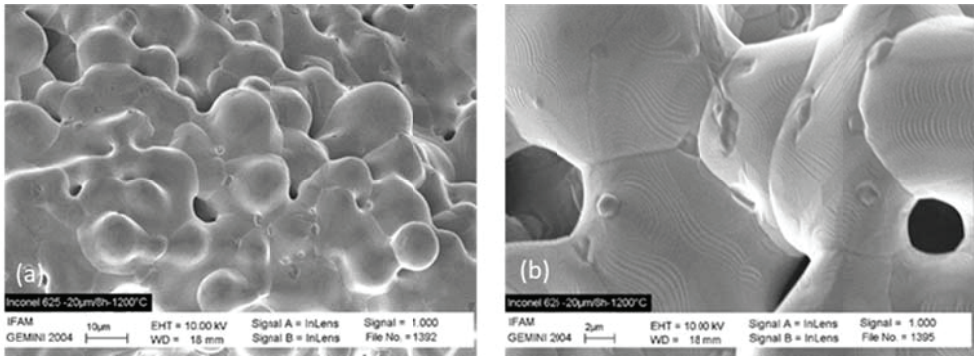
Şekil 11.57- *IN 625 tozların 1200°C'de 1 h süreyle basınçsız sinterlenmesi ile tozlar arasında başlayan kısmi boyunlaşmanın (okla gösterilmiştir) düşük (a) ve yüksek büyütmede (b) SEM görünümü.*



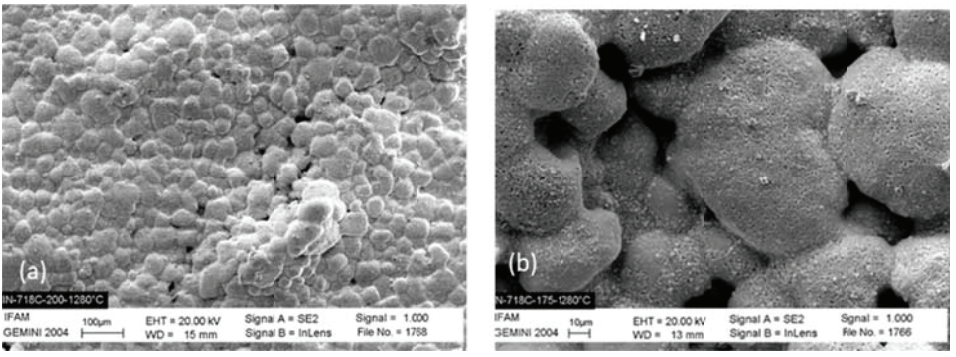
Şekil 11.58- *IN 625 tozların 1200°C'de 2 h süreyle sinterlenmesi ile tozlar arasında başlayan boyunlaşmanın arttığı hem genel (a), hem de yüksek büyütme (b)'de okla gösterilmiştir) SEM görünümü.*



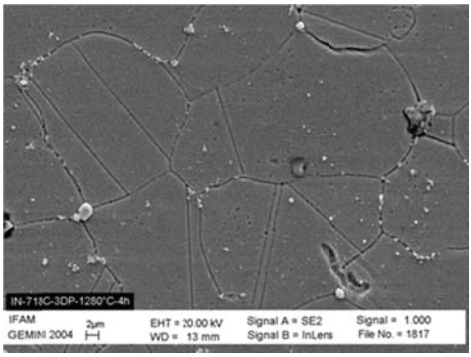
Şekil 11.59- *Aynı numunenin 1200°C de 4 h sinterlenmesi ile tozlar arasındaki sinterlenmenin önemli ölçüde gerçekleştiği düşük (solda) ve yüksek büyütme (sağda) SEM resimleri.*



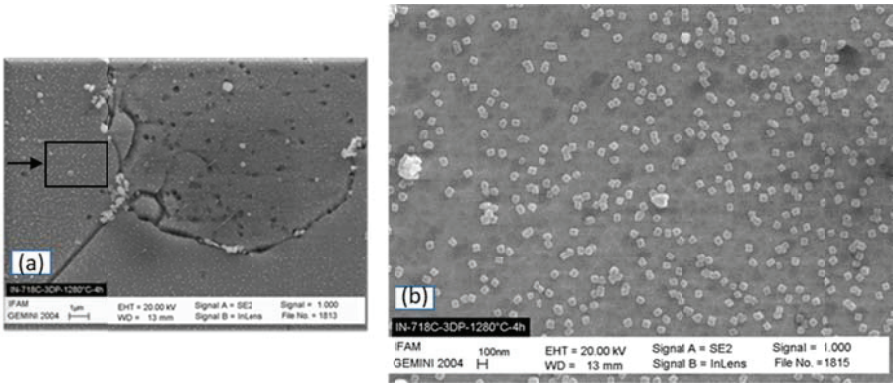
Şekil 11.60- *IN 625 tozların 1200°C'de 8 h sinterlenmesi ile tozlar arasındaki sinterlenmenin neredeyse tamamlandığı, sinterleme sıcaklığından dolayı malzeme yüzeyinde dalgalanmanın olduğu düşük (a) ve yüksek büyütme (b) SEM görünümleri. Yüksek büyütmede malzeme yüzeyinde büyüyen küçük partiküller ve sinterlemeden kaynaklı dalgalanmalar dikkat çekmektedir.*



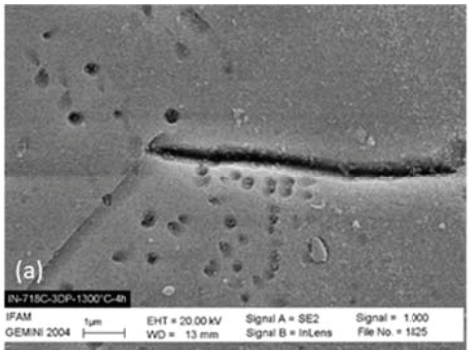
Şekil 11.61- *3DP (üç boyutlu yazıcı) ile birleştirilen ve 1280°C de sinterlenen IN 718 numunenin yüzey morfolojisinin düşük (a) ve yüksek büyütmede (b) SEM görüntüleri.*



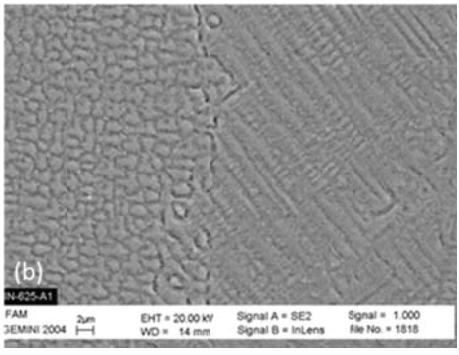
Şekil 11.62- *3DP ile üretildikten sonra 1280°C de 4 h süreyle vakum altında sinterlenen IN 718 numunede tane yapısı ve tane içlerinde yüksek sıcaklıktan kaynaklı ikizlemeler. Yüzeyde görülen beyaz partiküller dağlama sırasında yapıdan sökülen niyobyumca zengin γ'' nano parçacıklardır.*



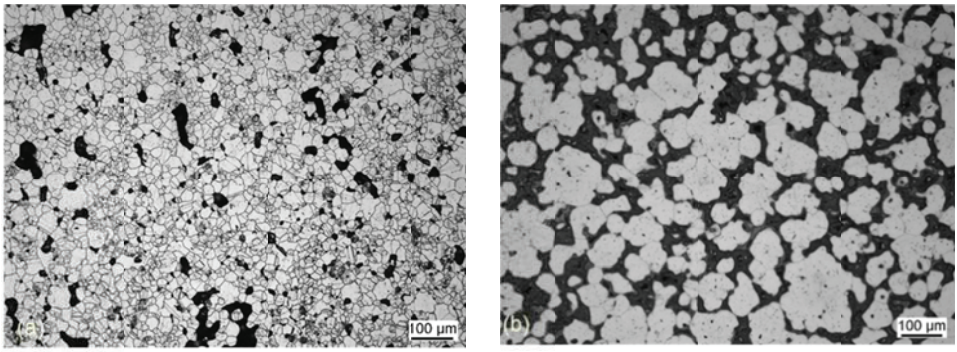
Şekil 11.63- *3DP yöntemi ile üretilen ve 1280°C'de sinterlenen IN 718 içerisinde oluşan niyobyumca zengin γ'' nanopartiküllerin SEM görünümü (a) [30]. Şekil (a)'de okla gösterilen bölgenin yüksek büyütme SEM görünümü (b)'de verilmiştir [31].*



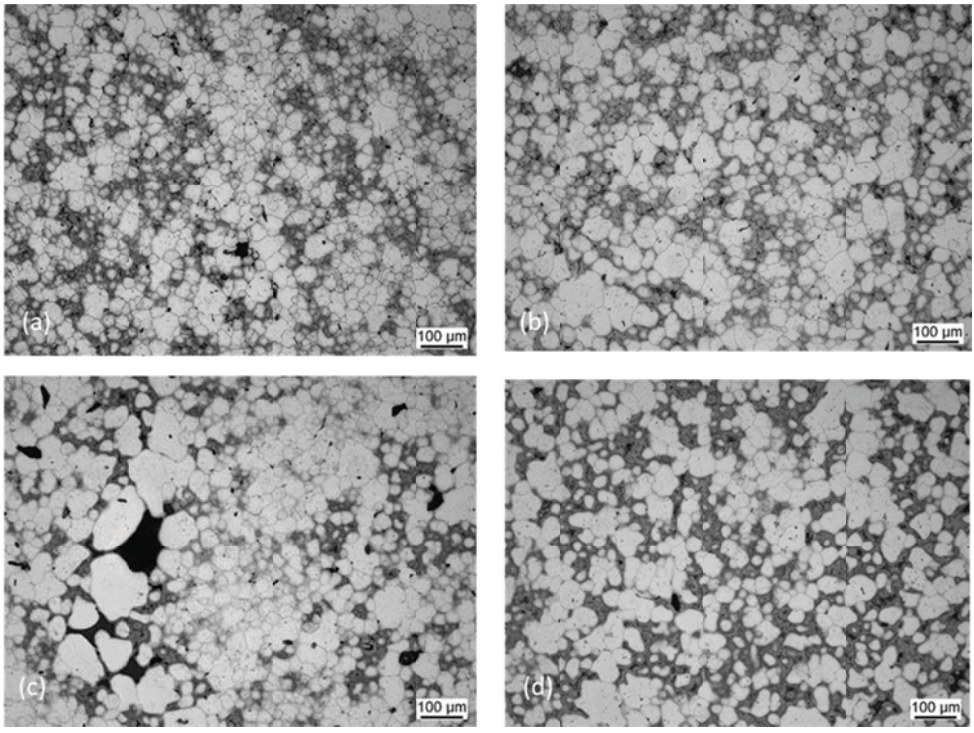
Şekil 11.64- *IN 718 numunede 1300°C'de sinterlemesiyle oluşan Nb'ca zengin γ'' partüküllerin çözünmesi ile geriye kalan oyukların görünümü [31].*



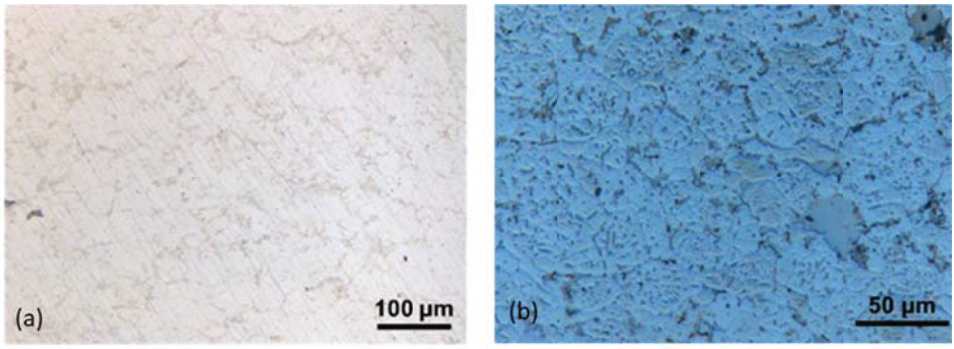
Şekil 11.65- *IN 625 numunenin 3DP yöntemi ile üretimi neticesinde elde edilen iri ve girintili tane yapısı ile tane sınırının görünümü.*



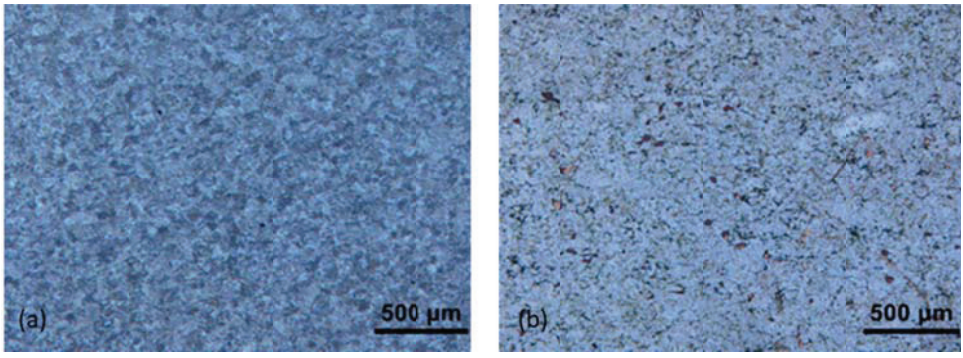
Şekil 11.66- *3DP yöntemi ile 125µm katman kalınlığı ile birleştirilen IN-718 tozların 1260°C (a) ve 1300°C'de (b) sinterlenmesi sonrası mikro yapı görüntüleri. 1260°C'de yeterli sinterleme sağlanamazken (küçük siyah bölgeler gözenekleri göstermektedir) 1300°C'de yok denecek kadar az gözenek içeren mikro yapılar elde edilmiştir [30].*



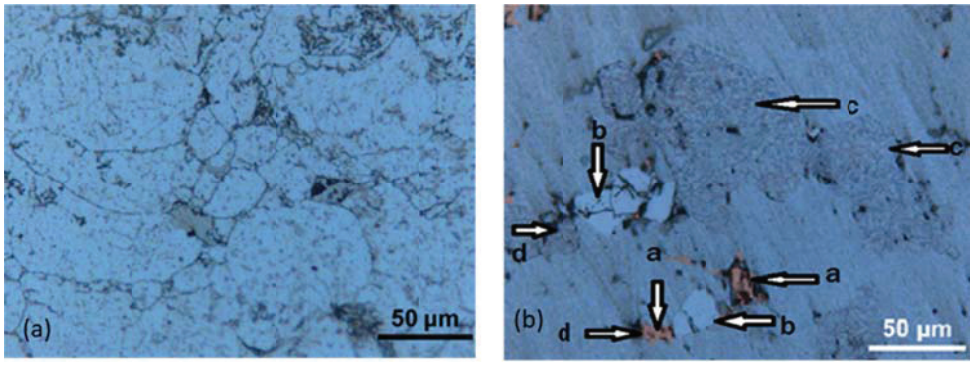
Şekil 11.67- *3DP ile 100 µm (a), 125 µm (b), 150 µm (c) ve 200 µm (d) toz serme kalınlıklarında üretilen ve 1280°C'de sinterlenen ortalama 16,5 µm toz boyutuna sahip IN-718 malzemenin mikro yapısı. Dağlama: % 5 oksalik asit [30].*



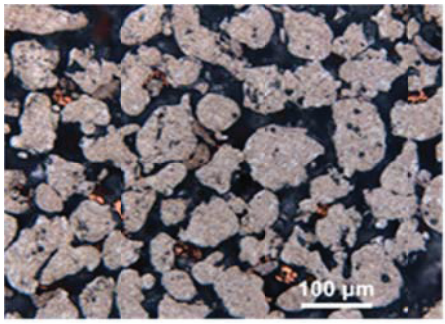
Şekil 11.68- *Kısmi dağlama yapılmış Alumix 231 malzemede henüz ortaya çıkmaya başlamış tane yapısının görünümü (a), Kellers ile dağlanmış Alumix 231 malzemede her bir faz farklı yükseklikte görülmektedir (b).* *(Prof. Dr. Yusuf Özçatalbaş'ın izni ile.)*



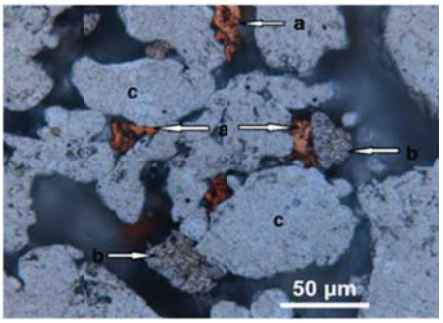
Şekil 11.69- *Kellers ile (a) ve NaOH ile dağlanmış (b) Alumix 231 malzemenin görünümü. (Prof. Dr. Yusuf Özçatalbaş'ın izni ile.)*



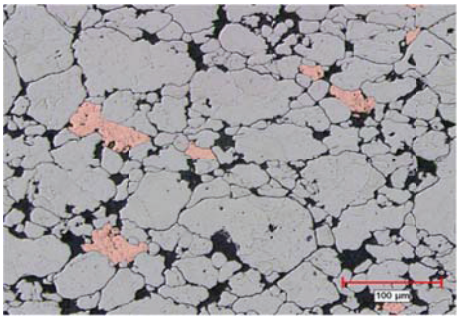
Şekil 11.70*- Alumix 231'in NaOH ile dağlanmması ile ortaya çıkan mikro yapının yüksek büyütme görünümü (solda) ve sağdaki resimde 400 MPa'da preslenmiş ve sinterlenmiş olan, çinko stearet içeren Alumix 231'de Cu (a ile gösterilen), çinko stearat (b ile gösterilen), Si içeren fazların (c ile gösterilen) ve gözenekli yapının (d ile gösterilen) görünümü.* *(Prof. Dr. Yusuf Özçatalbaş'ın izni ile.)*



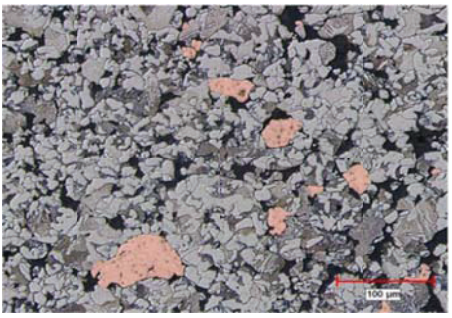
Şekil 11.71- *185 s HF ile dağlanmış çinko stearet ilaveli ön karışımlı Alumix 123 tozlarının genel görünüm. (Prof.Dr. Yusuf Özçatalbaş'ın izni ile.)*



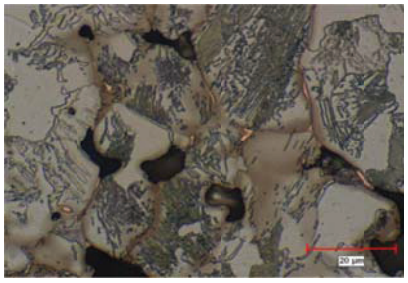
Şekil 11.72- *185 s HF ile dağlanmış Zn stearet ilaveli ön karışımlı Alumix 123 tozlarında Cu (a), Si (b) ve Al'ce zengin (c) fazların görünümü. (Prof. Dr. Yusuf Özçatalbaş'ın izni ile.)*



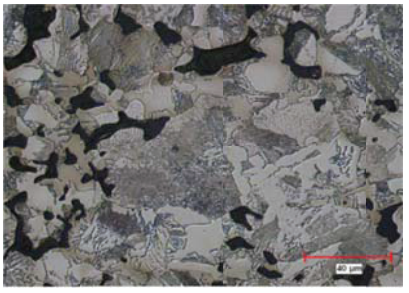
Şekil 11.73- *Sinterleme sıcaklığında 1 dak. tutulan ve yeterli sinterleme olmamış bir numunenin mikro yapısı. Tüm parçacık sınırları net bir şekilde görülmektedir. Dağlama: %2 Nital + %4 Pikral [32].*



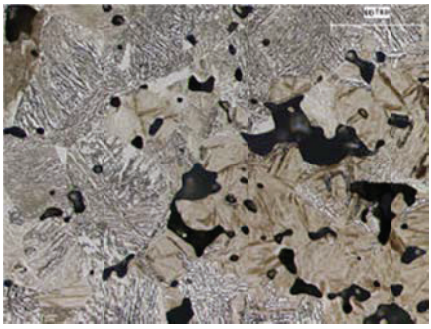
Şekil 11.74- *5 dak. sinterleme neticesinde yapıda grafit difüzyonu ile oluşan perlitik yapı ve henüz ergimemiş halde yapıda bulunan Cu partikülleri. Dağlama: %2 Nital + 4 Pikral [32].*



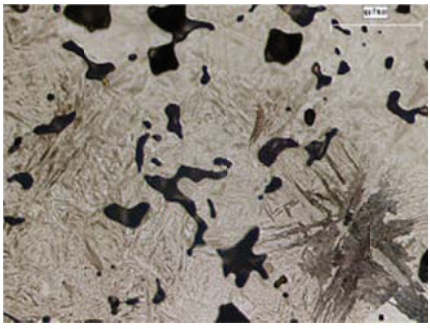
Şekil 11.75- *10 dak. sinterleme ile Cu partikül ve tane sınırları boyunca difüzyonunu gösteren mikro yapı. Kahverengimsi bölgeler Cu'nun tane içleri ve sınırlarında daha yüksek konsantrasyona sahip olduğu bölgeleri göstermektedir. Dağlama: 2 Nital+4 Pikral [32].*



Şekil 11.76- *30 dak. sinterlenmiş numunede C ve büyük Cu partiküllerinin ergimesiyle oluşan gözeneklerin dağılımı. Yapıda C ve Cu dağılımı homojen olarak görülmektedir. Uzun süreli sinterleme ile belirgin bir parçacık sınırının kalmadığı dikkat çekmektedir. Dağlama: 2 Nital+4 Pikral [32].*



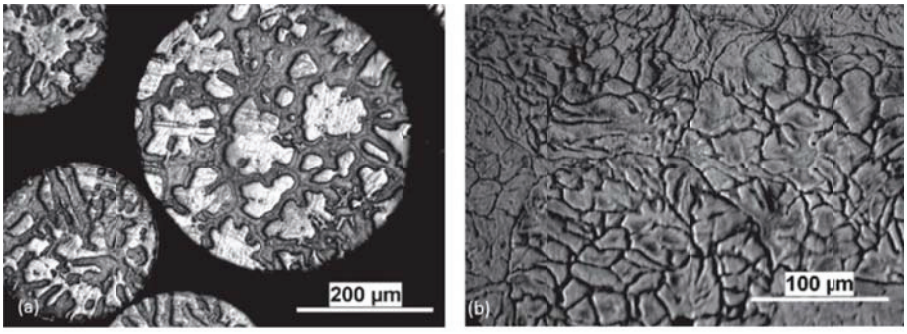
Şekil 11.77- *MDB (sinterlenmiş) malzemenin mikro yapısı. Yapı martenzit, beynit ve belli bölgelerde çok ince çözülmemiş perlit ve ayrı bölgelerde oluşan perlitten oluşmaktadır. Dağlama: 2% Nital 4% Pikral. X 500 [33].*



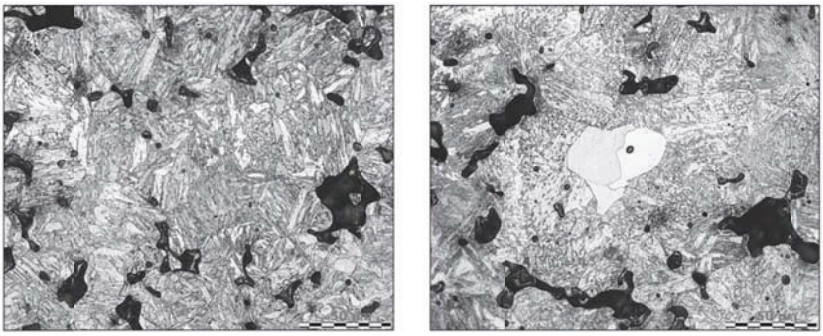
Şekil 11.78- *MDC (sinterlenmiş ve temperlenmiş) malzemesinin mikro yapısı. Yapı ağırlıklı olarak martenzit ve bir miktar beynitten oluşmaktadır. Dağlama: 2% Nital 4% Pikral. X500 [33].*



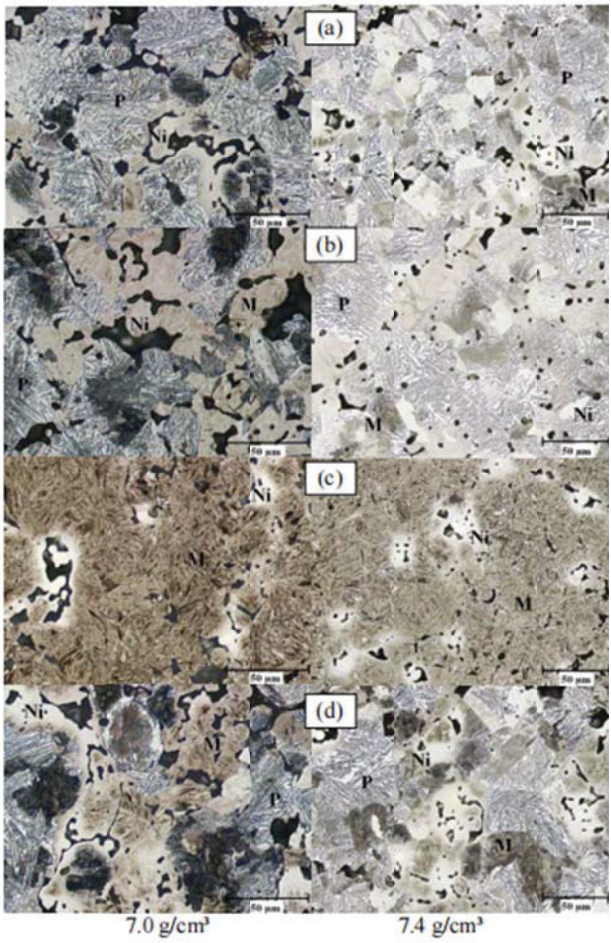
Şekil 11.79- *1 Fe-%3Mn-%0.8C'den oluşan yarı kapalı kalıpta çözünmüş amonyakta sinterlenen, daha sonra 10 ^{o}C/dak. soğutma hızında soğutulan toz metalden imal edilmiş çelik dişli malzemenin optik mikro yapısı, X600 [34].*



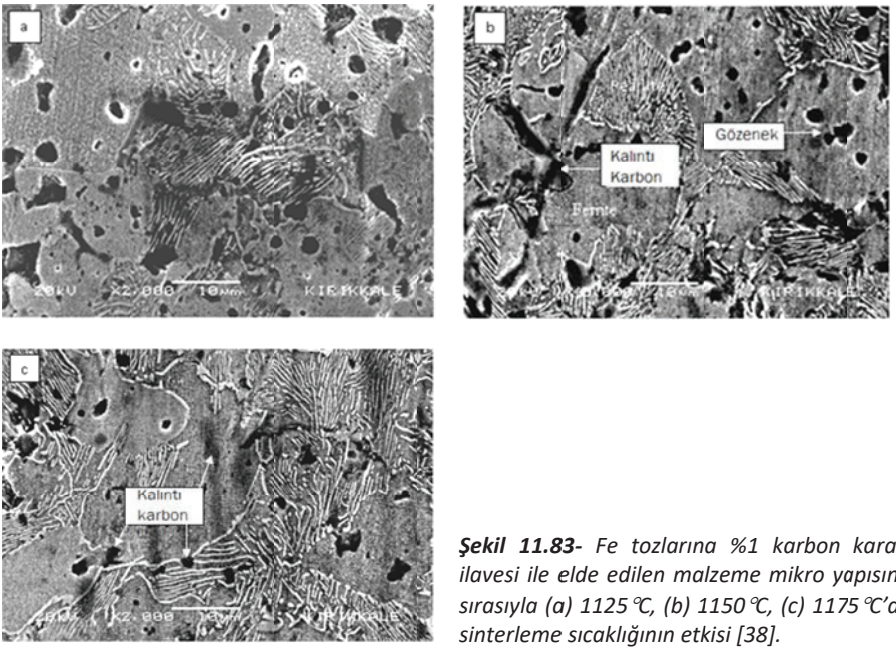
Şekil 11.80- *Ortalama tane boyutu 285 µm olan küresel Mg tozlarının üretim öncesi mikro yapısı (a), ve sıcak deformasyon sonrası Mg numunelerinin deformasyona dik yöndeki mikro yapısı (b) [35].*



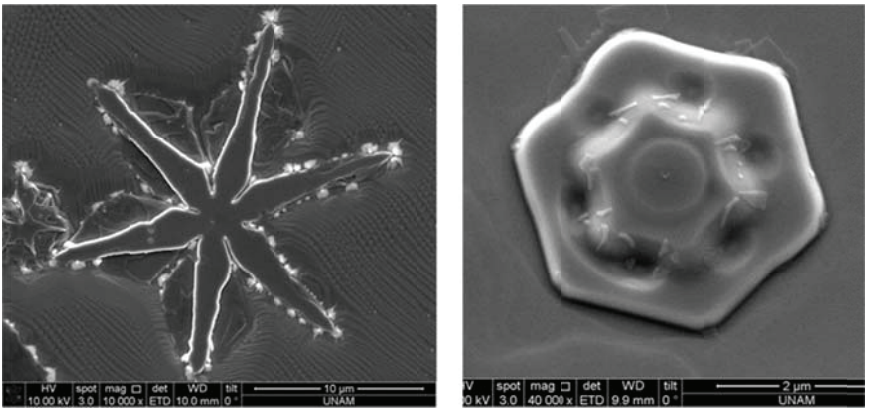
Şekil 11.81- *1250°C'de $95N_2/5H_2$ ortamında sinterlenmiş Höganäs Astaloy CrL (Fe-%1.5Cr,%0.2Mo) +% 0.3 C+%3 Mn tozlarının mikro yapısı (solda) ve Ar ortamında sinterlenmiş malzemenin mikro yapısı (sağda). Ortalama tane boyutu 285 µm olan küresel Mg tozları [36].*



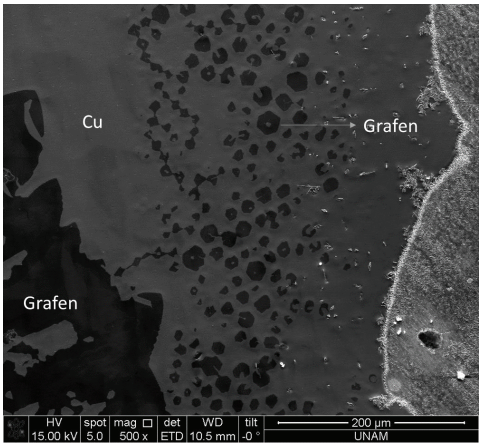
Şekil 11.82- *7.0 ve 7.4 g/cm³ yoğunluktaki Ancorsteel 85 HP alaşımlı çelik tozlarından imal edilmiş malzeme mikro yapıları. (a) 1120°C'de sinterlenmiş, (b) 1260°C'de sinterlenmiş, (c) sertleştirilmiş + menevişlenmiş, (d) sinterlenmiş ve sertleştirilmiş [37].*



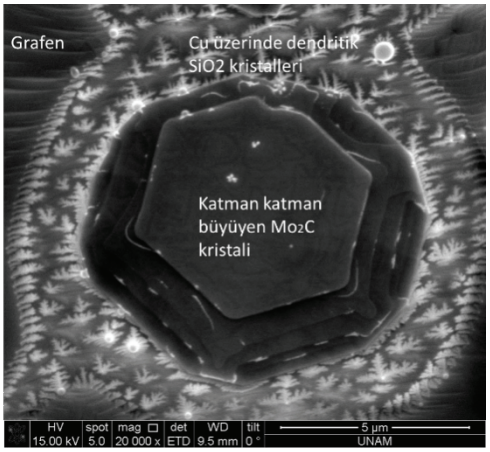
Şekil 11.83- *Fe tozlarına %1 karbon karası ilavesi ile elde edilen malzeme mikro yapısına sırasıyla (a) 1125 ℃, (b) 1150 ℃, (c) 1175 ℃'de sinterleme sıcaklığının etkisi [38].*



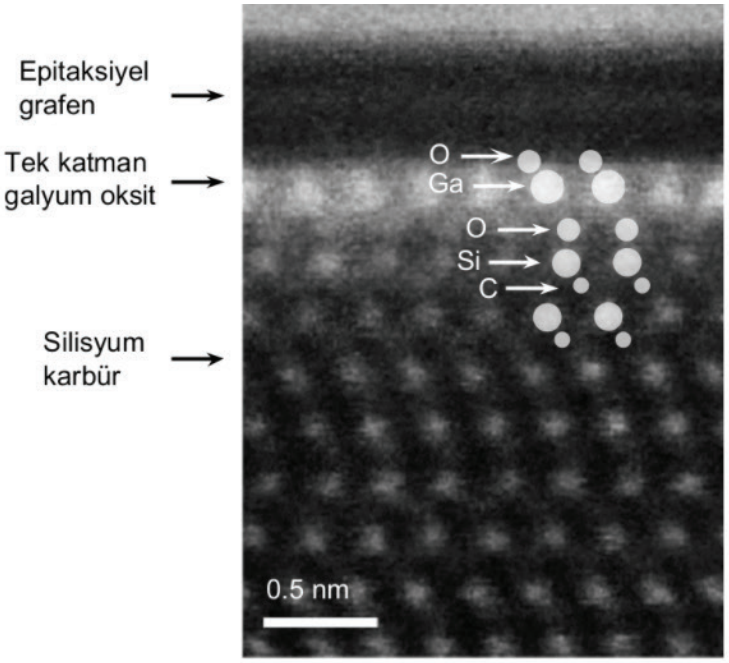
Şekil 11.84- *Sıvı Cu üzerinde kimyasal buhardan çöktürme yöntemi ile büyütülen yıldız şekilli ve poligonal yapıda α-Mo_2C kristali.* (*Furkan Türker'in izni ile, State College,USA).*



Şekil 11.85- *Kimyasal buhardan çöktürme yöntemi ile Cu üzerinde süreksiz grafen sentezinin SEM görünümü. Grafen, bakırdan gelen ikincil elektronları sönümlediği için SEM'de grafen kaplı bölgeler daha koyu gözükmektedir.* *(Furkan Türker'in izni ile, State College,USA).*



Şekil 11.86- *Sıvı bakır üzerinde kimyasal buhar çöktürme yöntemi ile büyütülen Mo_2C kristali.* *(Furkan Türker'in izni ile, State College,USA).*



Şekil 11.87- *2 boyutlu (2B) galyum oksitin kesitinin, karanlık alan TEM görüntüsü. Atomik numarası yüksek olan atomlar (galyum gibi) daha parlak gözükmektedir. 2B GaOx, yüksek derecede saflıktaki (99.99%) galyum öncü grafenin üzerine buharlaştırarak ve ardından 600^oC'de O_2 atmosferinde tavlama ile araya ekleme yöntemi ile epitaksiyel grafen ve SiC (0001) arayüzeyinde sentezlenmiştir. Çok yüksek büyütmede elde edilen bu resimde atomlar görülebilmektedir.* *(Furkan Türker'in izni ile, .State College,USA).*

KIRIK YÜZEY ANALİZİ

Çok gelişmiş mühendislik malzemeleri üretilmesine rağmen kısa veya uzun süreli servis şartlarında malzemelerde bozulmalar, çatlamalar veya kırılmalar görülür. Bazı durumlarda malzemede meydana gelen hasarlar önemli problemler oluşturabilir. Bu hasarlar maddi kayıplara neden olabileceği gibi çevreye zararlı atıkların yayılması veya can kaybı şeklinde de olabilir. Her ne kadar malzemelerde oluşan hasarları yok etmek mümkün olmasa da, bunu en az indirme ve önceden tespit etme yolunda çalışmalar devam etmektedir. Bozulma riskini en aza indirmek için tasarım, kimyasal bileşim, ısıl işlem ve üretim metotlarında değişik gibi bir çok tedbir alınabilir. Zaman zaman kırılma veya bozulmaya neden olan ortamlar ve kırık yüzeyler araştırılarak malzemenin geliştirilmesine yönelik çalışmalar yapılır. Metalografik inceleme bu yöntemlerden bir tanesidir.

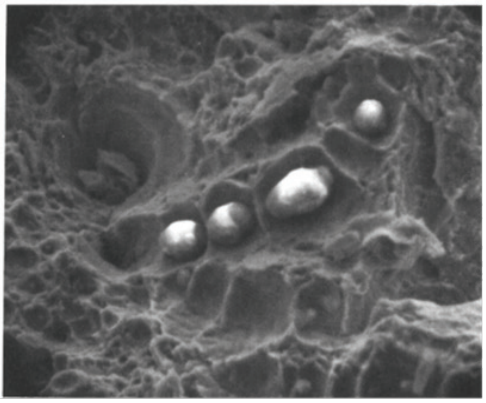
Malzemelerde meydana gelen kırılmalar iki temel kırılma mekanizmasından kaynaklanır. Bunlar; gevrek (klivaj) kırılma ve sünek kırılmadır. Gevrek kırılma genelde çekme gerilmesi altında ve kristalografik düzlemlerde ayrılma şeklinde görülür ve kırılmadan önce malzemede hemen hemen hiç plastik deformasyon görülmez. Bunun sonucu olarak kırık yüzeyde gevrek kırılma tavrı yani düz bir kırık yüzey meydana gelir ve malzeme çapında daralma veya boyunlaşma hemen hemen hiç görülmez. Sünek kırılmada ise kaymadan kaynaklanan plastik deformasyon meydana gelir. Bu tür kırılma için daha fazla enerjiye ihtiyaç duyulur ve kırık yüzeyler girintili çıkıntılı bir görünüm verir. Sünek kırılma neticesinde malzemede uzama ve boyunlaşma görülür.

Yorulma kırılması, malzemenin tekrar eden veya döngülü çekme yüküne maruz kalması ile ortaya çıkan ve çok yaygın olarak karşılaşılan bir kırılma türüdür. Kırılmanın başladığı bölgede yorulma izleri görülürken en son kırılan bölgede genelde gevrek kırılma tavrı görülür. Sünek veya yorulma direnci iyi olan malzemelerde daha geniş bir alanda ve daha çok yorulma izleri görülürken, gevrek malzemelerde bu izler daha azdır ve daha dar bir alanda görülür.

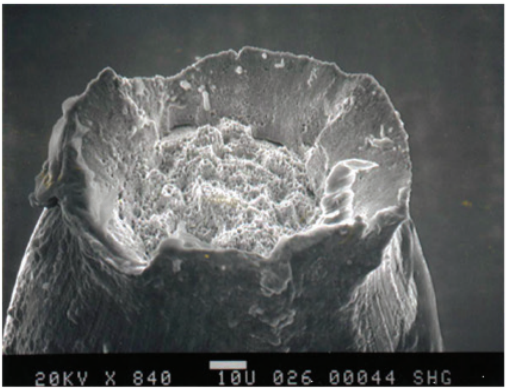
Malzemede meydana gelen tanelerarası kırılma çok değişik şekillerde karşımız çıkabilir. Sürünme kırılması, yüksek sıcaklıkta tane sınırı kayması veya tane sınırlarında boşlukların oluşması ile meydana gelebilir. Bazı durumlarda ise kırılma tane sınırlarında bazı elementlerin segregasyonları neticesinde meydana gelir. Böylece gevrek bir yapı oluşturarak darbe veya tek yönlü yükleme ile kırılma meydana gelir.

Çevresel etkilerden kaynaklanan kırılma, uygulanan gerilme ve korozyon gibi saldırgan çevre etkisinden veya hidrojen gibi gevrekleştirici ortam veya kimyasal çözeltilerin malzeme tarafından absorbe edilmesinden kaynaklanır. Çevresel etkilerden kaynaklanan bozulma; gerilmeli korozyon çatlağı, korozyonlu yorulma, hidrojen gevrekleşmesi ve sıvı metal gevrekleşmesinden kaynaklanabilir. Bunlara ilave olarak radyasyon hasarından kaynaklanan bozulma veya kırılmalar da sayılabilir.

Bozulmuş yapılar, makro veya mikro inceleme ile değerlendirilebilir. Makro inceleme, gözle muayene veya düşük büyütmeli mikroskop (tercihen stero mikroskobu) kullanılarak yapılabilir ve kırılma modu hakkında bilgi verir. Uygulanan gerilme ile kırılma düzlemleri arasında ilişki kurulabilir. Daha detaylı inceleme için yüksek büyütmeli optik veya elektron mikroskobu kullanılır. Bazı durumlarda Auger spekroskopi veya elektron prob mikro analizleri ile kırık yüzeye yakın bölgedeki element analizi yapılarak kırılma ile parçacık veya segregasyon ilişkisi araştırılır. SEM incelemesi bu metotlar içerisinde en kolay ve en etkili olanıdır. Aşağıda bazı gevrek ve sünek kırık yüzey örnekleri optik ve aynı bölgenin daha yüksek büyütmede SEM görüntüleri ile verilmiştir. Şekil 12.1-Şekil 12.46'da farklı malzemelere ait kırık ve bozulmuş yüzey yapıları verilmiştir.



Şekil 12.1- *Malzeme içerisindeki partiküller, boşluk ve gözenek oluşumu için çekirdekleşme bölgesi olarak görev yapar [39].*



Şekil 12.2- *Gerilme altındaki araç lastiği içerisindeki telin kırılma yüzey görünümü. Tel, tipik sünek kırılma tavrı sergilemektedir [40].*

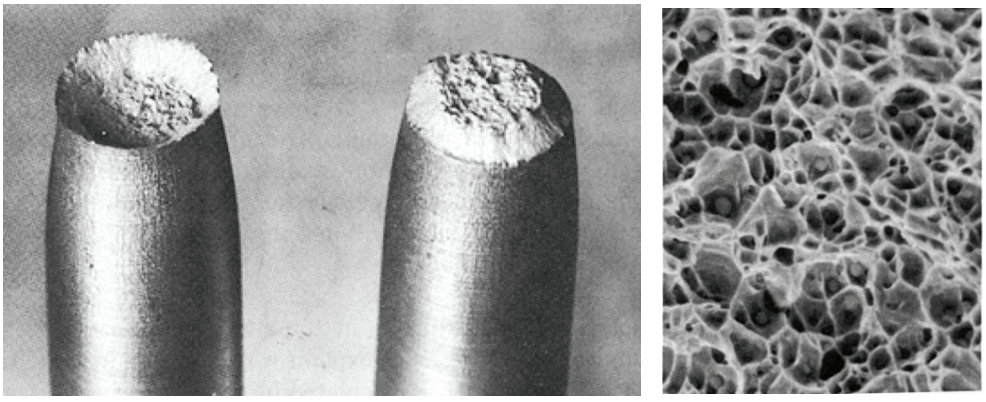
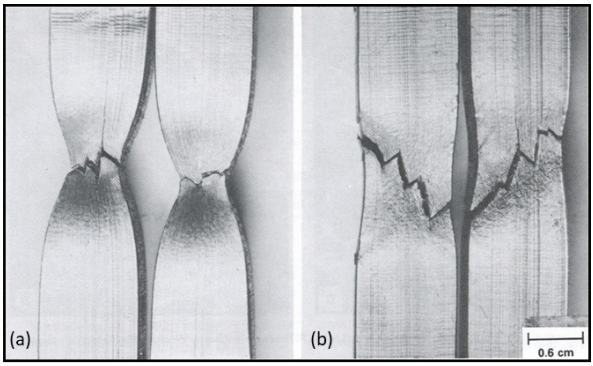
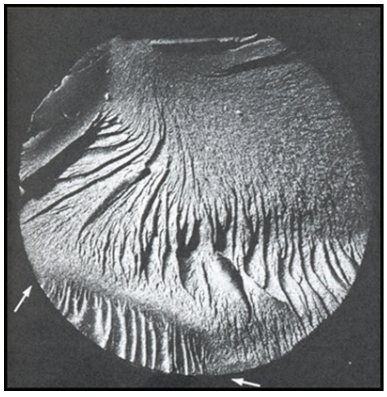


Figure 12.3- *Sünek Mn bronz malzemede çekme testi sonunda oluşan tipik koni- çanak kırılma (solda). Çelik malzemede sünek kırılma örneği (sağda). Kırık yüzeyde oyuklar ve bir çoğunun içersinde inklüzyonlar dikkat çekmektedir [41].*



Şekil 12.4- *Boyuna (a) ve enine (b) yönde alınmış ve 150^{o}C sıcaklıkta haddelenmiş plakadan hazırlanmış çekme numunelerinin kırık makro yapı görünümleri. (a)'daki numunelerde sünek kırılmadan dolayı boyunlaşma görülürken, (b)'deki numunelerin çok daha az boyunlaşma ve kısmen gevrek kırılma tavrı sergilediği görülmektedir [42].*



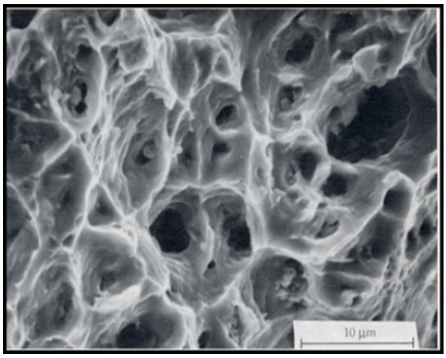
Şekil 12.5- *32 mm çapında çentikli çelik bir numunenin çekiç darbesiyle kırılmış kırık yüzey görünümü [42].*



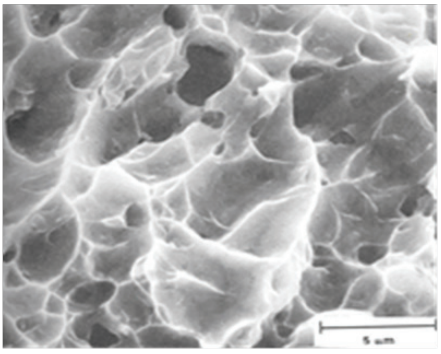
Şekil 12.6- *10 gün ıslak buharda tutulan, fazla miktarda (%0.018) Pb içeren, AG40A dökme demirin kırık yüzey yapısı. Dış kısımda koyu bölgeler tanelerarası korozyonu göstermektedir [43].*



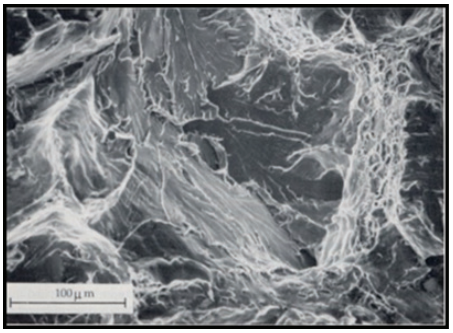
Şekil 12.7- *İnklüzyonların çevresinde başlayan yorulma çatlak büyümesinin yüksek büyütme görünümü. Şekildeki çizgiler arasındaki uzaklık yaklaşık 0.5 μm'dir [44].*



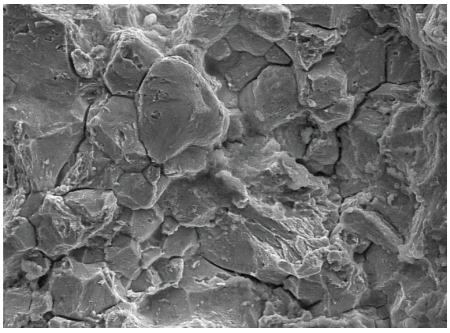
Şekil 12.8- *Boşlukların büyümesinden kaynaklı sünek kırılma örneğinin SEM görünümü [45].*



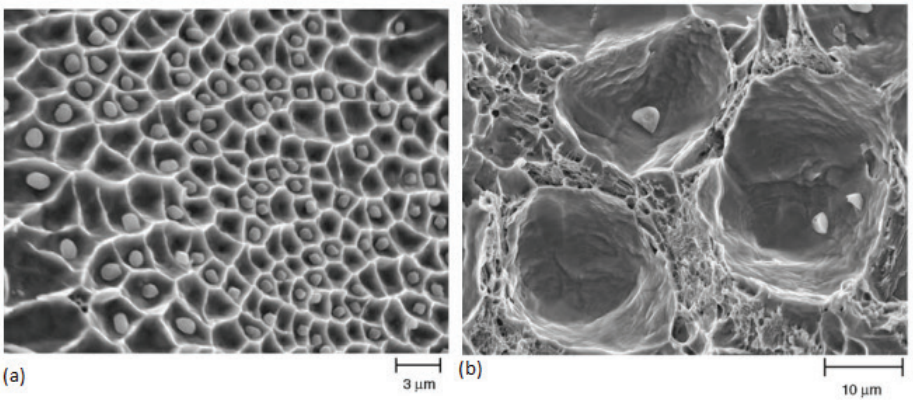
Şekil 12.9- *700°C'de ısıtılmış Ti, 6Al, 2Sn, 4Zr, 6Mo alaşımın aşırı yükleme ile oluşan oyuklu kırık yüzey görünümü [42].*



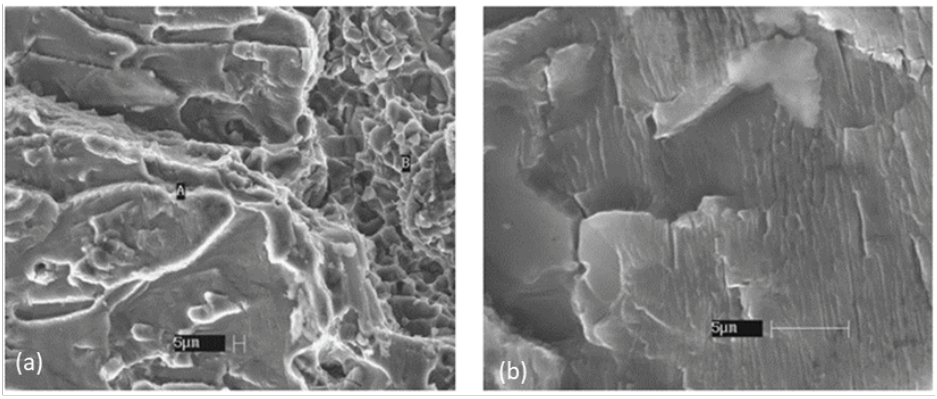
Şekil 12.10. *Tipik gevrek kırılmış yüzey görünümü. Kırılmanın büyük kısmı klivaj kırılma şeklinde oluşurken bazı bölgelerde sünek kırılma görülmektedir [45].*

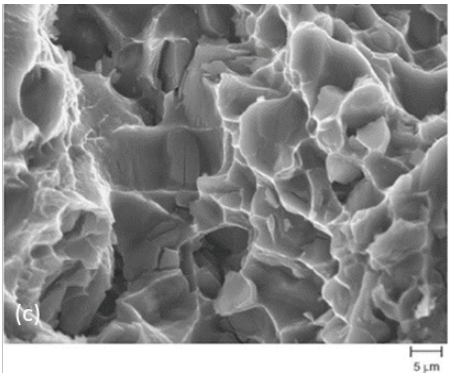


Şekil 12.11- *Bir çelik vidanın (12-12.9) kırık yüzey SEM görünümü. Tanelerarası ayrışma malzemenin tipik hidrojen gevrekleşme tavrını göstermektedir, X1000 [46].*

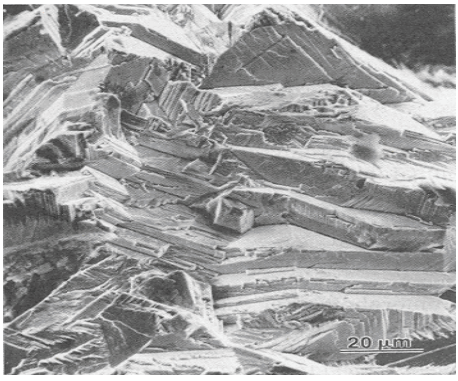


Şekil 12.12- *Çekme deneyi sırasında oluşan kırık yüzeyde farklı büyüklüklerdeki çukurların düşük ve yüksek büyütmede görünümü. Bunların büyüklükleri yapıdaki partiküller ve farklı oluşumlara göre değişmektedir [47].*

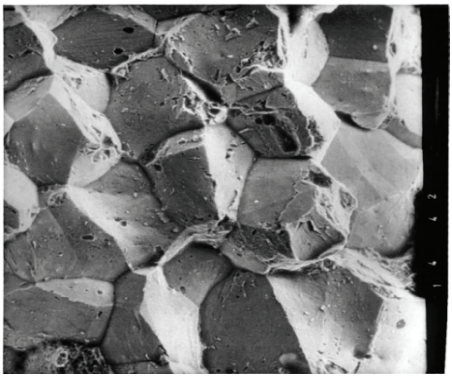




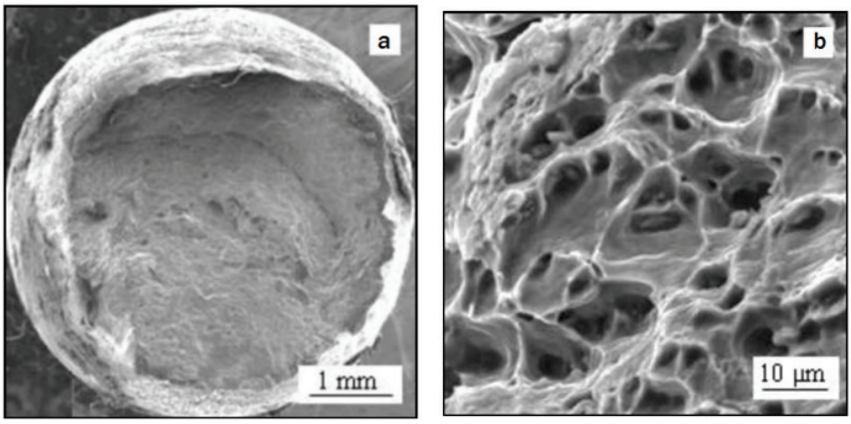
Şekil 12.13- *Dökümü, tane inceltilmesi ve modifikasyonu yapılmış, T6 ısıl işlemi uygulanmış, V çentik açılarak kırılmış Al 355 (AlSi5Cu) alaşımının kırık yüzey sınır bölgesinin görünümü. Matriste kesme kırılması ve iki fazlı bölgede hücresel kırılma görülmektedir X500 (a). Şekilde 'A' ile gösterilen bölgede yüksek büyütmede (X3600) kesme kırılması ve yüzey morfolojisi görülmektedir (b), Şekilde 'B' ile gösterilen bölgenin yüksek büyütme görünümü (c)'de verilmiştir. Yapıda iki fazlı bölgede hücresel kırılma, gevrek çökeltilerin bulunduğu bölgelerde de klivaj kırılma olmuştur. Bunlar α-Al katı çözeltideki mikro boyunlaşmaların kesme kenarlarında kavisli görüntü sergilemektedir X 1500 [47].*



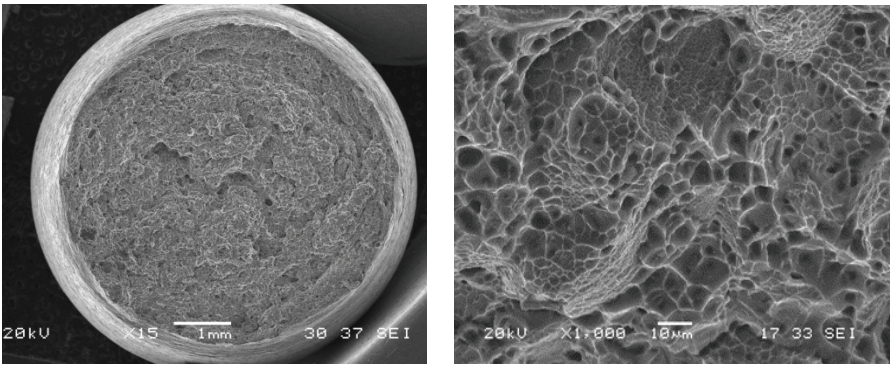
Şekil 12.14 *Ni esaslı malzemede yorulma kırılması başlangıç bölgesi [48].*



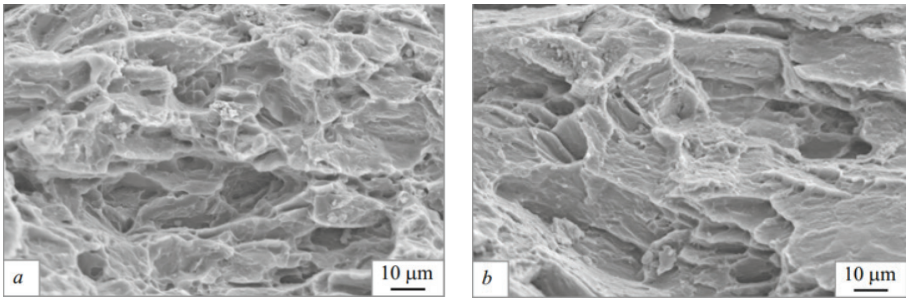
Şekil 12.15- *Fe-0.35C,1.5Mn,0.1P çeliğinde 950^{o}C'de su verme, 550^{o}C'de 2h temperleme sonrası taneleraarası kırık yüzey SEM görünümü [46].*



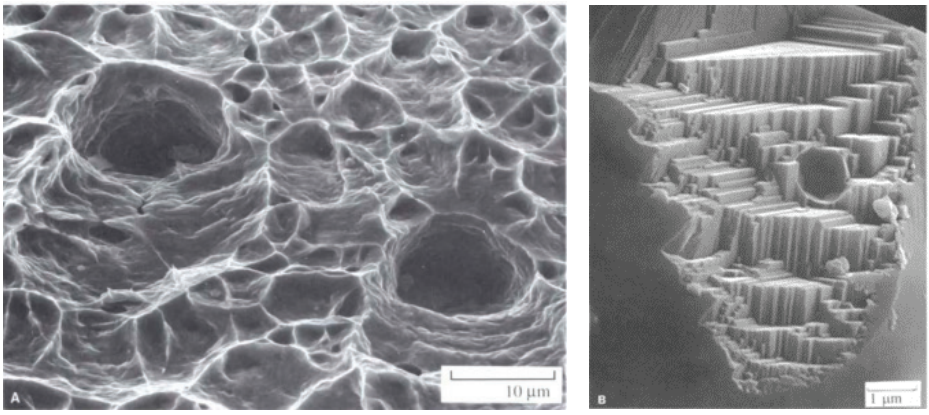
Şekil 12.16- *520°C'de 2 h çözelti ısıl işlemine tabi tutulan ve %2 ön gerilme uygulanan 6063 Al alaşımının (Al-0.441Si, 0.502Mg, 0.008Mn, 0.005Cu) 180°C' de 7 h bekletildikten sonra kırılan yüzey durumlarının düşük ve yüksek büyütme görümleri. Kırık yüzey, küçük oyuklar ve klivaj kırılmanın da bulunduğu karışım kırılma tavır sergilemektedir [49].*



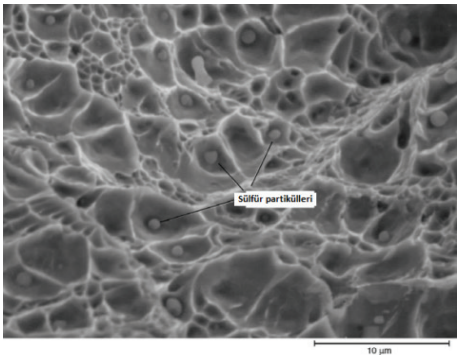
Şekil 12.17*- Herhangi bir işlem görmemiş 6063 Al alaşımının kırık yüzeyinin düşük ve yüksek büyütmede görünümü [50].*



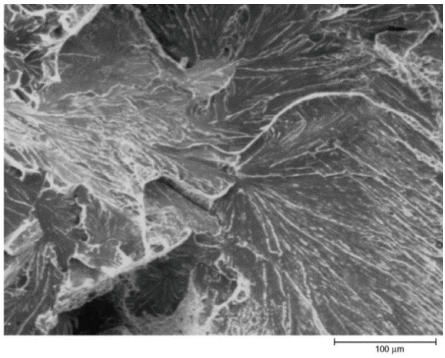
Şekil 9.18- *Farklı durumdaki Mg alaşımı AZ31'in kırık yüzey yapısı. (a) Herhangi bir işlem uygulanmamış durumda, (b) çözelti ısıl işlemi uygulandıktan sonrası yapı [51].*



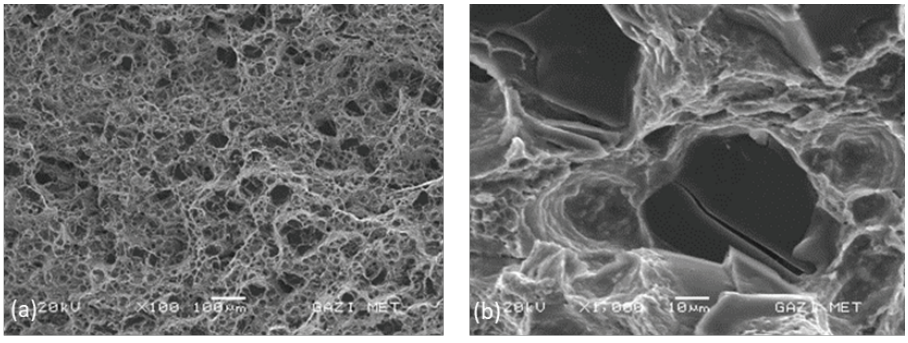
Şekil 12.19- *Paslanmaz çelikte sünek kırılmanın (A) ve Al_2O_3'te gevrek kırılma yapısının (B) SEM görünümü [52].*



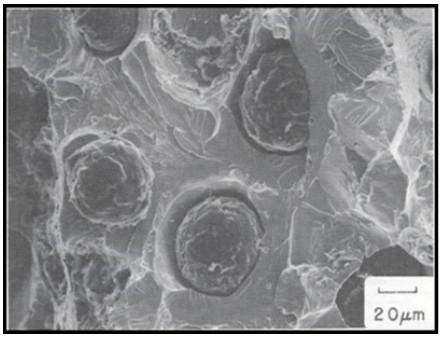
Şekil 12.20- *1018 çelikte sünek kırılma yüzeyinin SEM görünümü, X23000 [53].*



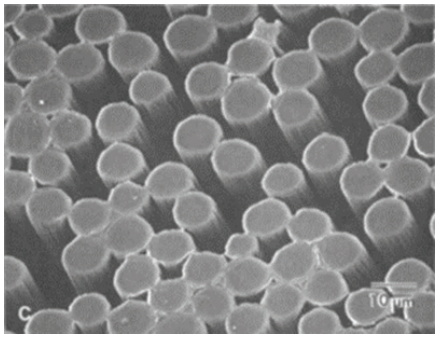
Şekil 12.21- *1018 çelikte klivaj kırılma yüzeyinin SEM görünümü, X160 [53].*



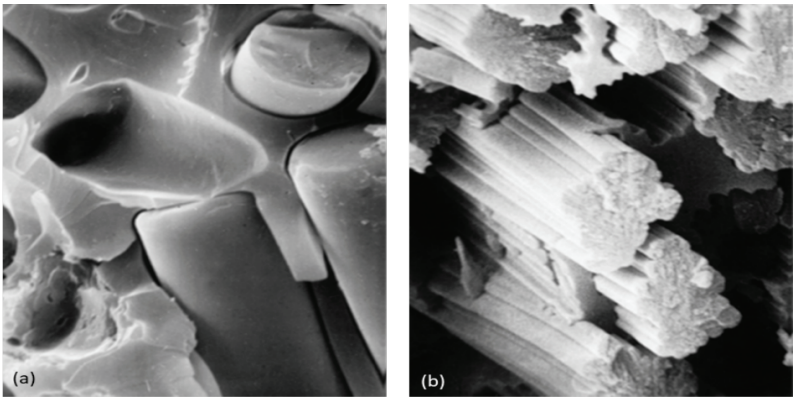
Şekil 12.22- *%5B_4C takviyeli Al6061 matrisli kompozit malzemede sıvı faz sinterleme sonrası kırık yüzeyin düşük (a) ve yüksek büyütme (b) SEM görünümü [10].*



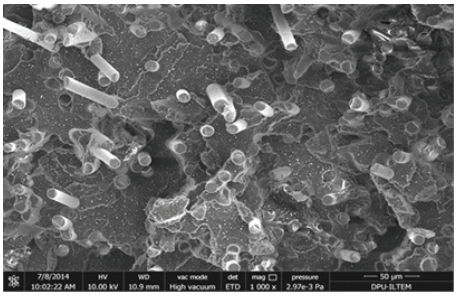
Şekil 12.23- *Sünek dökme demirin kırık yüzey SEM görünümü. Yapı içerisinde küresel grafit nodülleri görülmektedir [54].*



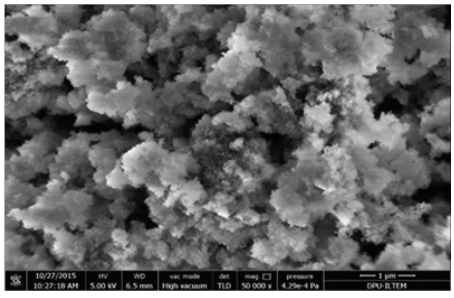
Şekil 12.24- *Epoksi matris içerisinde C fiber bulunduran poimer kompozit yapının enine yönde kesitinin SEM görünümü [52].*



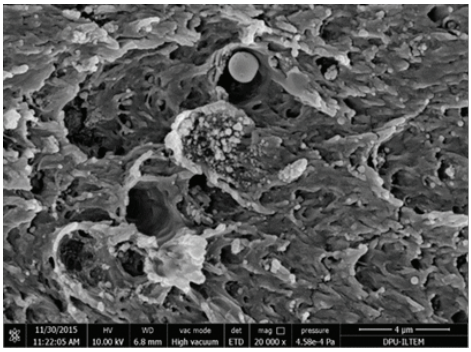
Şekil 12.25- *(a) Cam fiber takviyeli epoksi kompozitte kırık yüzey görünümü. Fiberler 10 μm çapında ve keyfi diziliş sergilemektedir. (b) Grafit fiber takviyeli epoksi kompozitin kırık yüzey görünümü. Grafit fiberler ortalama 10 μm çapında ve demet halinde bir yönde diziliş sergilemektedir [55].*



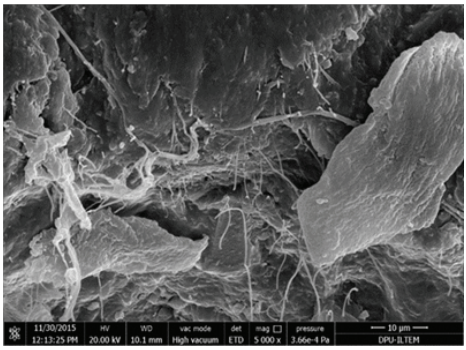
Şekil 12.26- *%40 fiber içeren ve mikro partikül (beyaz noktalar) takviyeli hibrit polimer kompozit [PPS (polipenilen sülfat) + cam fiber + Al_2O_3] çekme numunesinin kırık yüzey SEM görünümü. Enjeksiyonla üretilmiş malzemeye cam elyaflar önceden katılmıştır. PA46, MOS_2 ve Al_2O_3 ise mekanik özelliklerin geliştirmesi amacı ile ilave edilmiştir [56].*



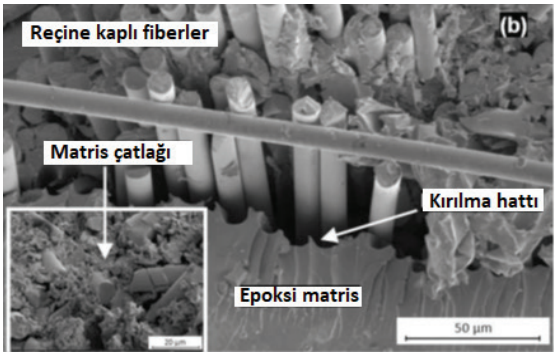
Şekil 12.27- *% 99 saflıktaki ortalama 30 nm çapındaki nano kolloidal silikanın (SiO_2) SEM yapısı [57].*



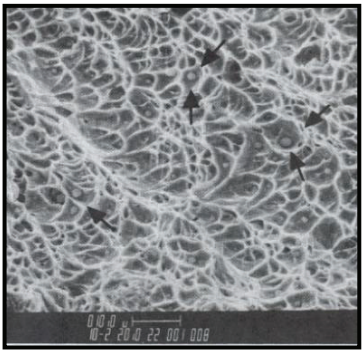
Şekil 12.28- *Çift vida ekstrüzyon yöntemi ile imal edilmiş ABS içerisine takviyeli nanokolloidal silikanın görünümü [57].*



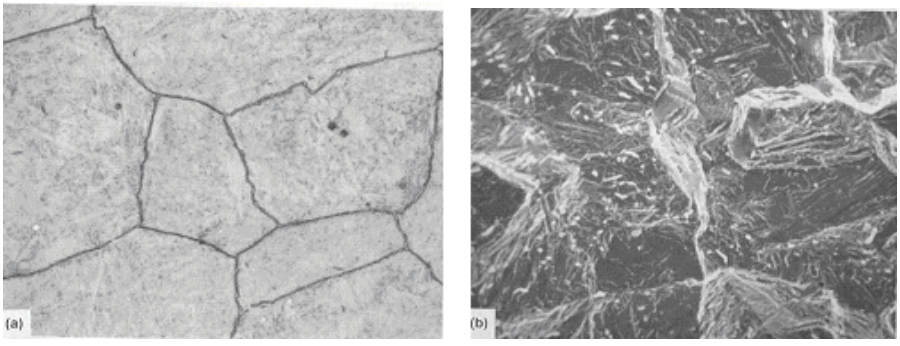
Şekil 12.29- *ABS içerisine takviye edilmiş, çok duvarlı fiber C nano tüp malzemenin SEM görünümü.(Prof. Dr. Mustafa Aydın'ın izni ile.)*



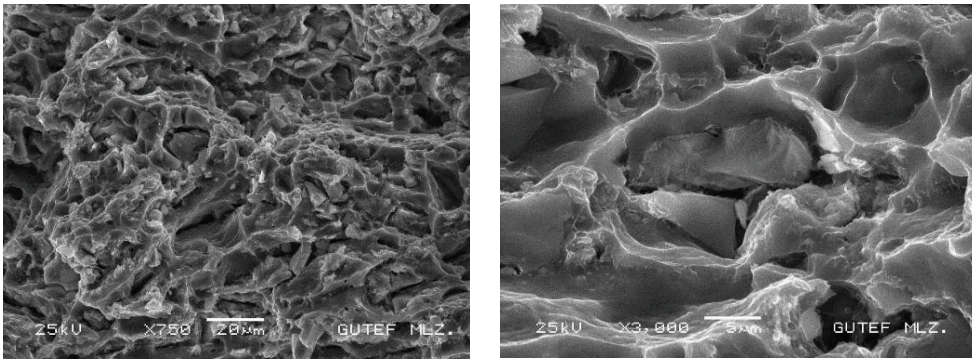
Şekil 12.30- *Cam elyaf reçine kompozitte kırık yüzey yapısı. Numune nano SiO_2 takviyeli, 3D boşluklu cam elyaf epoksi kompozittir. Çekme numunesinin kırık yüzey görüntüsünden fiberlerin matristen ayrılması, çatlak ve hasar başlangıcı görülmektedir [58].*



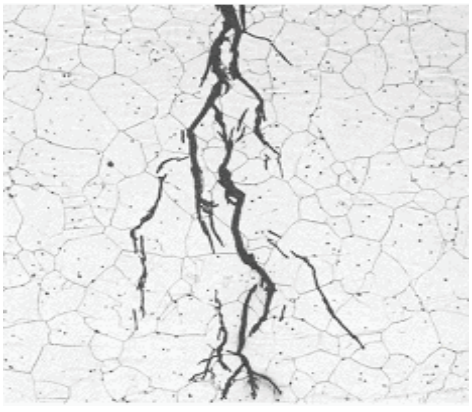
Şekil 12.31- *Charpy numunesinin (A 543 /G0091) üst kısmının SEM görüntüsü. Kırık yüzeyde inklüzyonlar okla gösterilmiştir [48].*



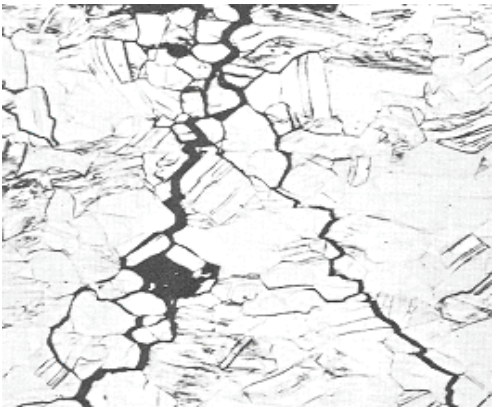
Şekil 12.32- *52100 çeliğinde ilk östenit tane sınırlarında karbür ağının optik mikroskop görünümü (a), Dağlama: Nital X450. Aynı çeliğin tane sınırlarındaki karbürler boyunca kırılmayı gösteren SEM görüntüsü (b), X310 [54].*



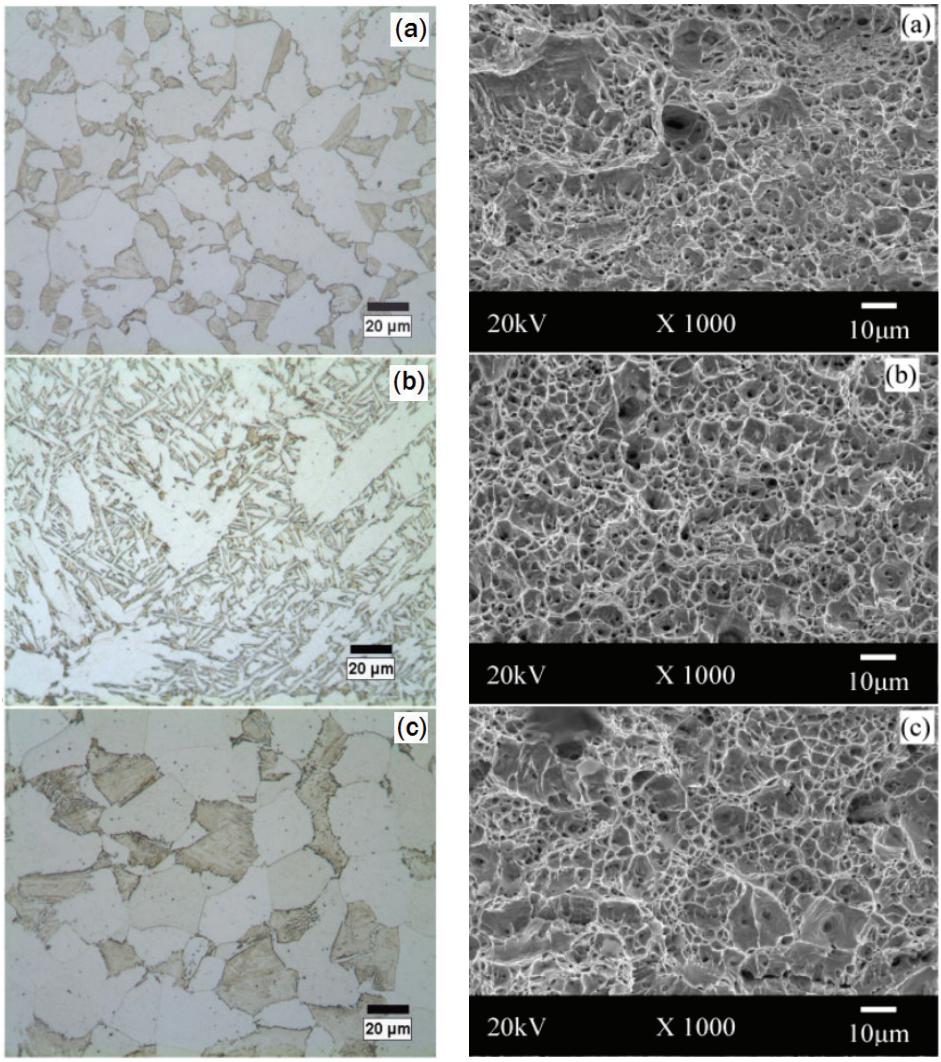
***Şekil 12.33**- %10 parcacık takviyeli kompozit malzemede kırık yüzeyde partikül dağılımı ve partikül matris ara yüzey ayrışmasının SEM görünümü. (Vedat Ekinci'nin izni ile.)*



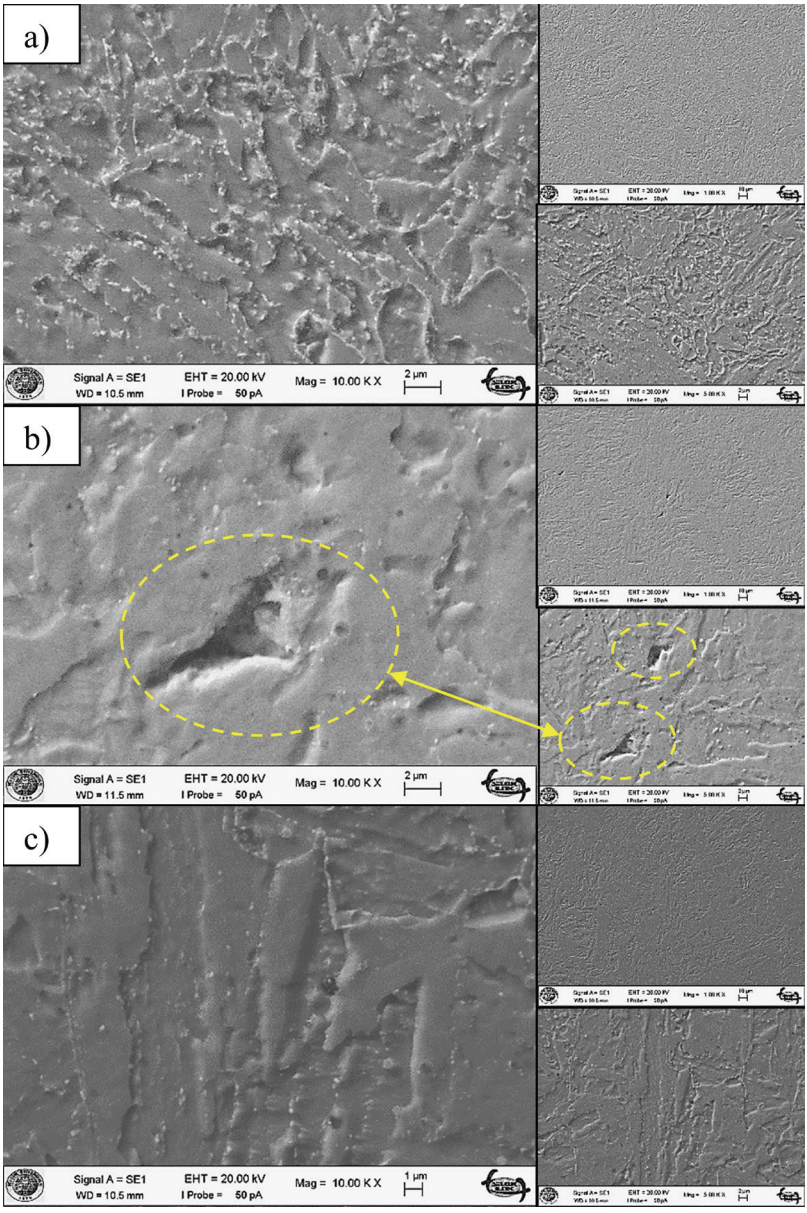
***Şekil 12.34**- 316 paslanmaz çelikte klordan kaynaklanan ve tane içlerinden ilerleyen gerilmeli korozyon çatlağı [42].*



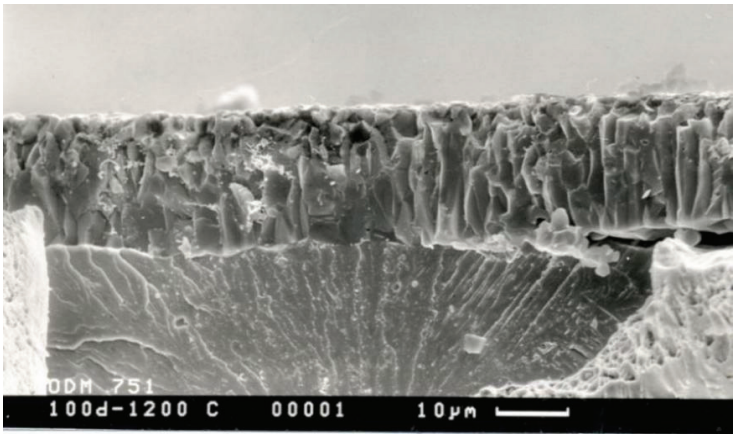
***Şekil 12.35**- Cu-30Zn pirinç alaşımında taneler arasında oluşan gerilmeli korozyon çatlağı, X100 [59].*



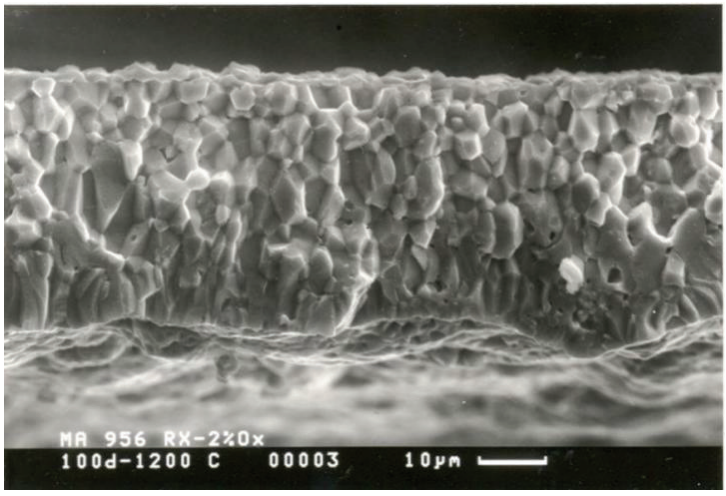
***Şekil 12.36**- Farklı martenzit morfolojisine sahip düşük karbonlu çelikte (0.17C,0.40Si,0.020S,0.025P, 1.40Mn) mikro yapılar (solda) ve kırık yüzey görüntüleri (sağda). (a) Net work şeklinde martenzit yapı, (b) fiber şekilli martenzitik yapı, (c) blok şeklinde martenzit yapı[60] .*



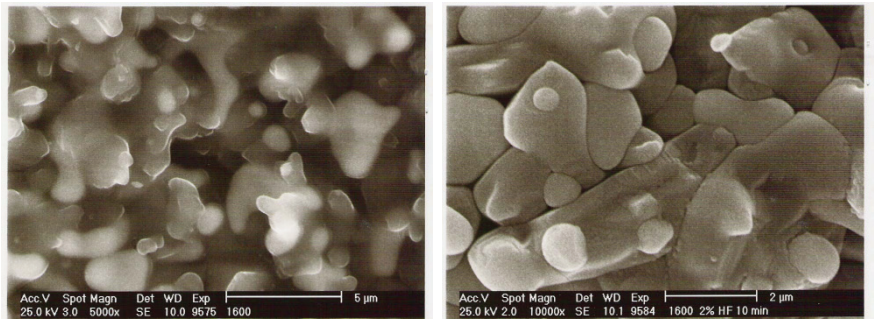
Şekil 12.37- *9%Cr'lu Co içermeyen yalın kaynak metaline ait 150 MPa gerilme ve farklı sıcaklıklarda yapılan sürünme testine ait sürünmeye dik yönde SEM fotoğrafları a) 600 °C b) 650 °C c) 675 °C, Dağlama: Pikrik HCl) [61]*



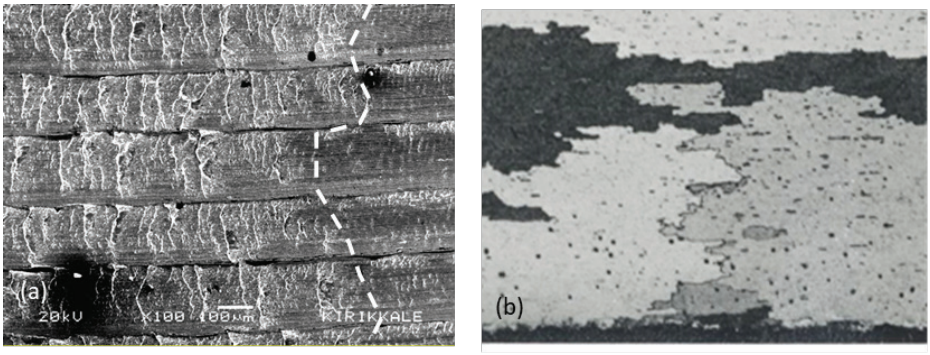
Şekil 12.38- *ODM 751 süperalaşımın 1200°C'de 2400 h sonunda yüzeyinde oluşan sütunsal yapıda oksit filminin tane yapısının kırık yüzey görünümü. Filmin hemen altındaki demir esaslı malzeme de sıvı azot içerisinde soğutmadan dolayı gevrek kırılma tavrı sergilemektedir [62].*



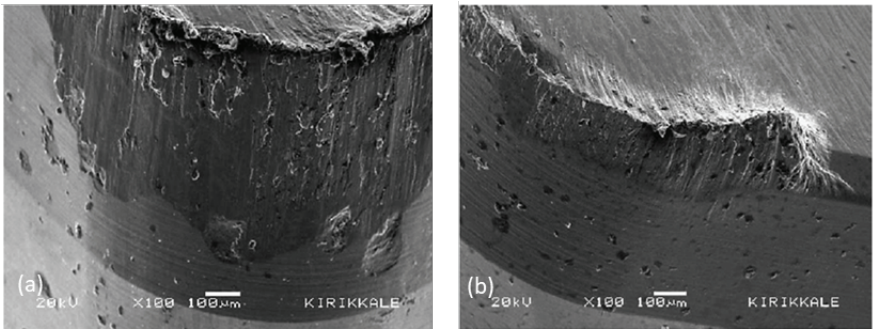
Şekil 12.39- *MA 956 ferritik süperalaşımın 1200°C'de 2400 h sonunda yüzeyinde oluşan oksit filminin eş eksenli tane yapısının kırık yüzey SEM görünümü [62].*



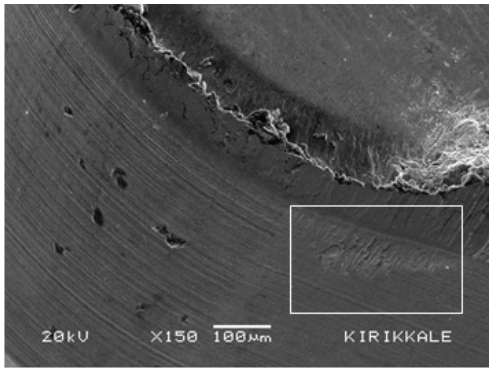
Şekil 12.40- *1600°C'de 4 h süre ile sinterlenmiş (solda) ve %2 HF ile 10 dak. dağlanmış mullit-zirkonya seramik kompozitinin numunenin SEM görünümü [63].*



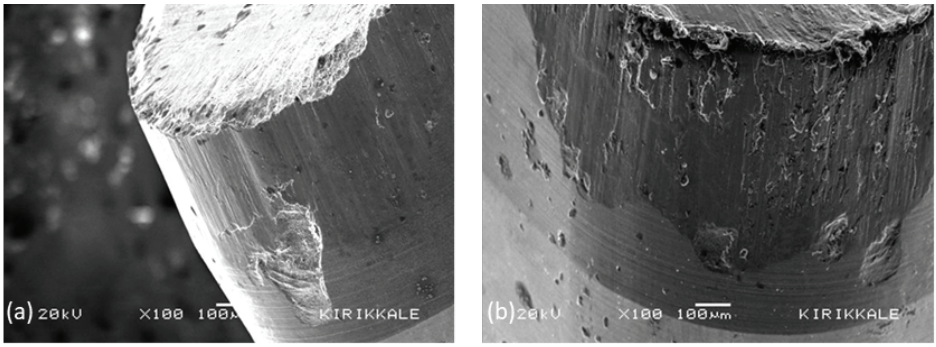
Şekil 12.41- *PM 2000 Fe esaslı süperalaşımın anizotropik tavrının talaşlı işlenebilirlik özelliklerine etkilerini belirlenmek amacıyla 20 m/dak. kesme hızında tornalanmış yüzeyin SEM görüntüsü. Şekildeki kesik çizgi tane sınırını göstermekte (solda), sağda ise aynı malzemenin iri tane yapısı görülmektedir [64].*



Şekil 12.42- *(a) % 16 SiC içeren ve ortalama parçacık boyutu 110 µm olan SiC parçacık takviyeli Al esaslı kompozit malzemenin ve (b) ortalama parçacık boyutu 45 µm olan SiC parçacık takviyeli Al esaslı kompozit malzemenin 100 m/dak. kesme hızında işlenmelerinde kullanılan CBN kesici takımların durumunu gösteren SEM fotoğrafları. Şekil (a)'da büyük SiC parçacık boyutunun kesici takımda ciddi kırılmalara sebep olduğu görülmektedir [23].*



Şekil 12.43- *Al-%16 SiC/30 MMK malzemenin CBN kesici takımla 200 m/dak. kesme hızında işlenmesi sonucu kesici takımda oluşan aşınma. Bu bölge daha ayrıntılı incelendiğinde ise abrasif izlerle birlikte iş parçasının bu izlere yapışması ve kopup giderken de bir miktar kesici takım malzemesini koparmasıyla oluşan aşınmalar da görülmektedir [24].*



***Şekil 12.44**- Al-%16 SiC/110 MMK malzemenin CBN kesici takımla a) 50 m/dak. ve b) 100 m/dak. kesme hızlarında işlenmesi sonucu kesici takımda oluşan kırılmalar [24].*

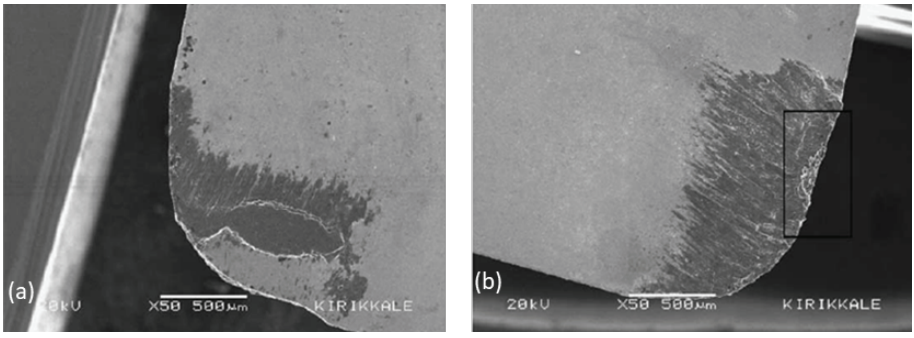
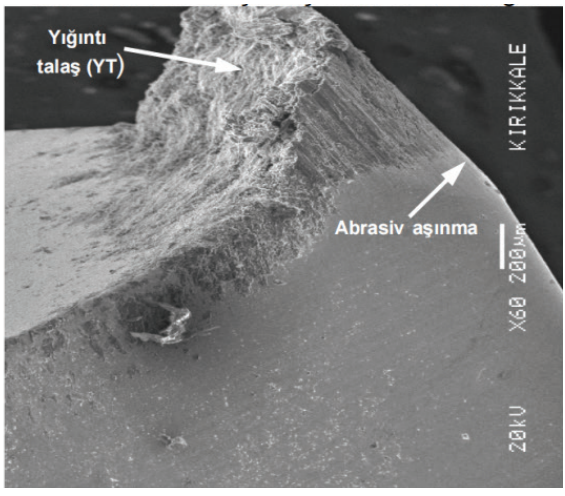
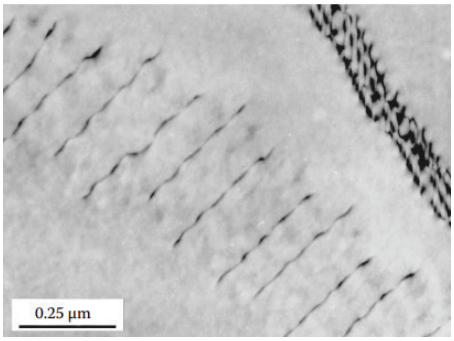


***Figure 12.45**- Ağırlıkça %8 oranında ve ortalama parçacık boyutu 45 µm olan SiC parçacıklarla takviyeli Al esaslı kompozitin 20 m/dak. kesme hızında işlenmesi sonucu kaplamasız karbür takımda gerçekleşen aşınmaların SEM görüntüsü (a). Aynı kompozitin 80 m/dak. kesme hızında işlenmesinde kullanılan kesici takımın görüntüsü (b). Düşük kesme hızında düzgün bir aşınma görülürken yüksek kesme hızında kesici uçta ciddi kırılmalar görülmektedir [65].*

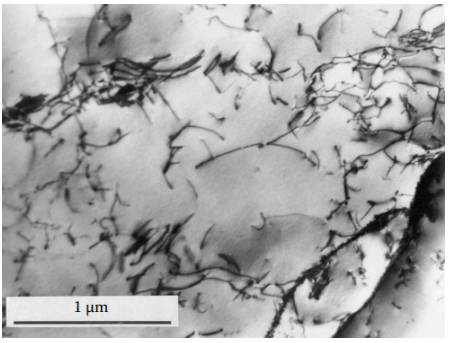


***Şekil 12.46**- Al-% 30 SiC MMK numuneyi 37 m/dak. ve 0.12 mm/dev'de işlemiş ucun SEM görünümü [66].*

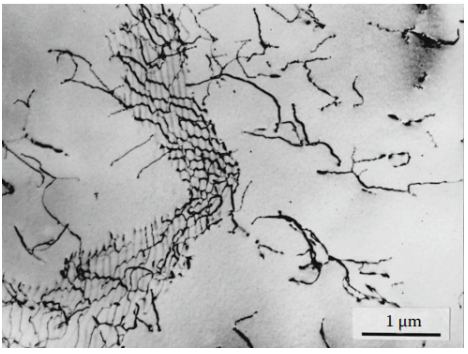
DİSLOKASYON VE PARTİKÜL YAPILARI



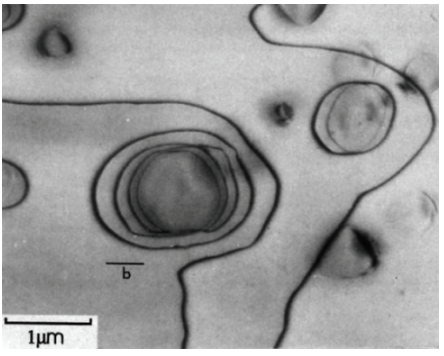
Şekil 13.1*-Su verilmiş östenitik paslanmaz çelikte dislokasyon yapısının TEM görünümü [67].*



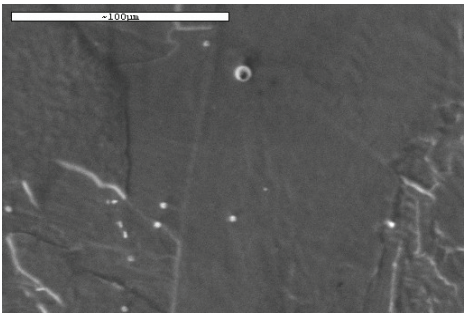
Şekil 13.2*- Su verilmiş Cu malzemede düşük dizilim hatasından kaynaklı dislokasyonların TEM görünümü [67].*

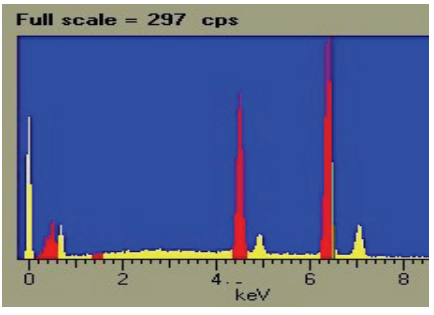


Şekil 13.3*- Hareketli dislokasyonların etkileşiminden kaynaklanan Arap saçı da denilen karmaşık dislokasyonların tavlanmış Al malzemede görünümü. Bu karmaşık dislokasyonların fazla olması durumunda dislokasyon duvarı oluştururlar [67].*

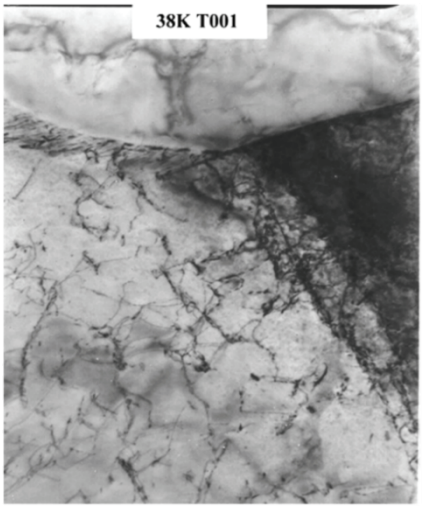


Şekil 13.4*- Ni-%6Si tek kristalli malzemede Ni_3Si partikülleri etrafında oluşmuş Orowan haklası [68].*



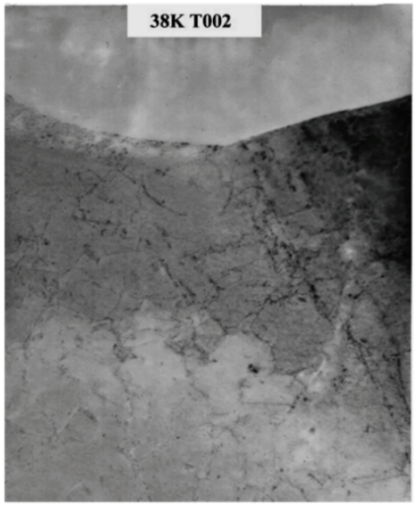


Şekil 13.5*- t63inxp kodlu FeTi63 (Fe-% 0.63 Ti) alaşımının elektrolitik dağlama ile elde edilen mikro yapısı. İnklüzyonlar bu yöntemle oldukça detaylı bir şekilde incelenebilmektedir (solda), aynı inklüzyona ait EDX spektrometre analizi* (sağda). *Prof. Dr. Şükrü Talaş'ın izni ile.*

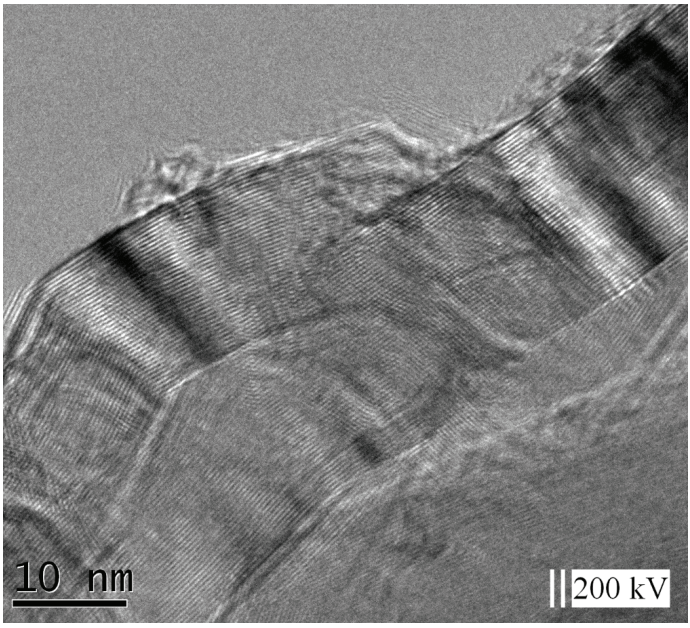


Şekil 13.6- *FeTi 50 (ağ.%0.5 Ti) aşımında alt tane* sınırı ve dislokasyon yoğunluğunu gösteren TEM resmi, X38000. (Prof.Dr.Şükrü Talaş'ın izni ile.)*

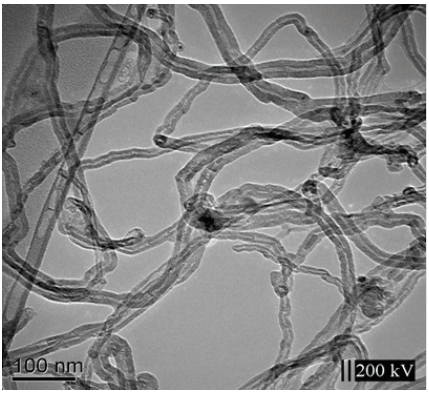
**Tanelerin kendi içerisinde de tane oluşumları gözlemlenebilir. Bu, özellikle saf elementlerde ve bazen oldukça yüksek alaşımlı malzemelerde görülür. Genelde tane sınır açıları <%2 olduğu için en hassas ısı değişimleri ile serbest enerji engeli aşılarak irileşmeye yol açılabilir.*



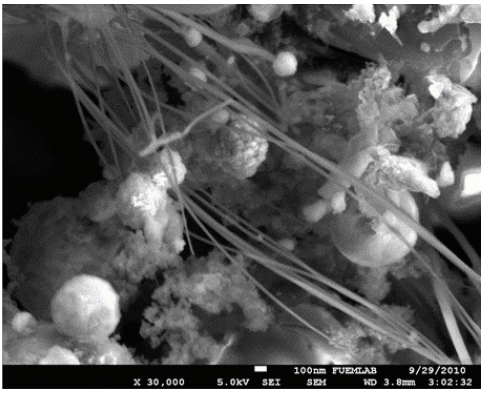
Şekil 13.7- *Yandaki resmin tilt edilmiş halidir. Bazı noktaların değişmediği yani TiN partiküllerinin dislokasyon etkileşimi görülmektedir X38000. (Prof. Dr. Şükrü Talaş'ın izni ile.)*



Şekil 13.8- *MA sonrası ısıl işlem ile elde edilmiş karbon ribbon malzemenin HRTEM görünümü. (Prof. Dr. Ertan Evin'in izni ile.)*

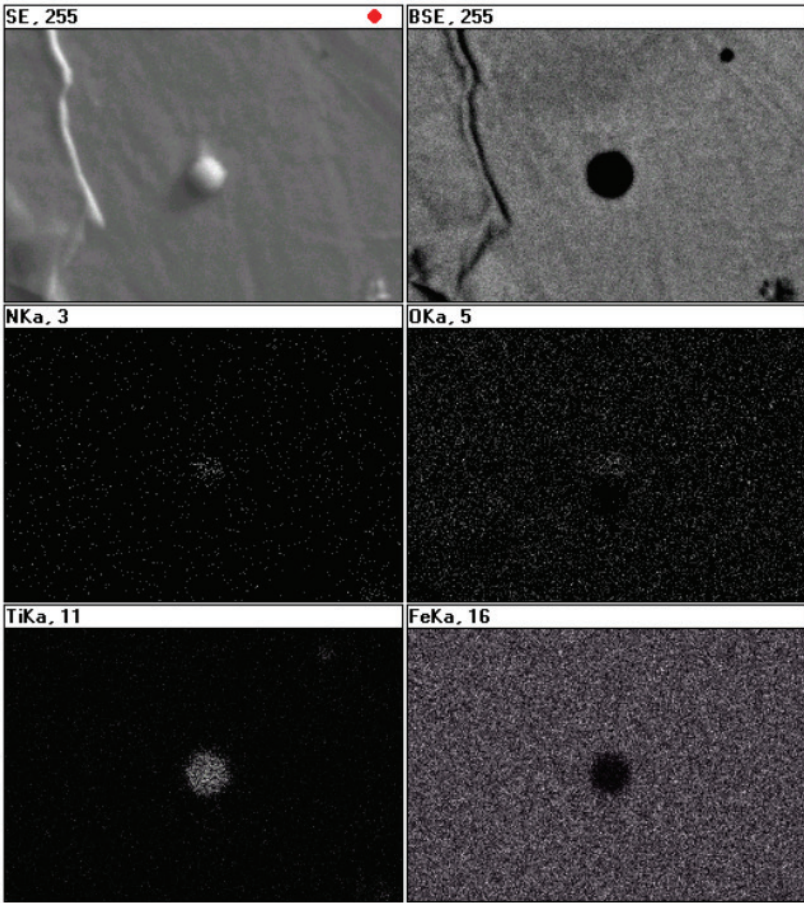


Şekil 13.9- *Çok duvarlı karbon nano tüpün TEM görünümü [69].*

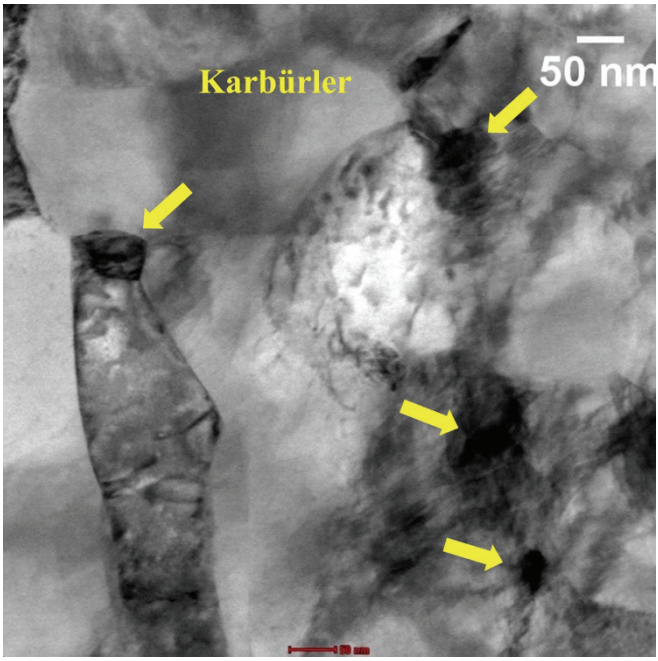


Şekil 13.10- *MA sonrası ısıl işlem ile elde edilmiş karbon nono çubukların SEM'de genel görünümü. (Prof. Dr. Ertan Evin'in izni ile.)*

[1]



Şekil 13.11- *FeTi57-(Fe+%0.57wt Ti) alaşımındaki bir inklüzyonun elementel haritalama EDX resmi. (Prof. Dr. Şükrü Talaş'ın izni ile.)*



Şekil 13.12- *1.5%Co içeren 9Cr'lu kaynak metaline ait TEM aydınlık alan görüntüsünde tane yapısı ve karbürlerin dağılımı [61].*

MİKRO SERTLİK

Bir metalin plastik deformasyona karşı direncini belirlemenin en basit ve hızlı yolu sertlik testidir. Sertlik testlerinin büyük çoğunluğu sert bir batıcı ucun malzemede girinti oluşturması esasına dayanır. Sertlik ölçümü için malzemeyi çizme testleri de olmasına rağman batıcı iz testleri daha kullanışlı olup daha yaygın kullanım alanı bululmuştur. Metallerdeki sertliği belirlemede kullanılan iz testleri, plastik deformasyona karşı direnci ölçer. Metalin hem akma gerilmesi hem de iş sertleştirme özellikleri sertliğin belirlenmesinde önemlidir. Malzemenin akma gerilmesi ile sertliği arasında ilişki vardır. Sertlik ölçümü, nano mikro ve makro uçlarla yapılsa da literatürde genellikle mikro sertlik ve makro sertlik testleri olarak adlandırılır.

Bazen bir malzemenin genel sertliğine ihtiyaç duyulurken, bazen de sadece küçük bir bölgedeki faz ya da ayrıntının sertliği ölçülür. Bu tür küçük alanlarda yapılacak ölçümler ancak mikro sertlik ile mümkün olur. Bu yöntemde test için çok küçük yükler kullanıldığından oluşan iz çapları mikro boyutlu bölgelere sığacak kadar küçüktür. Ölçüm sırasında iz ile oluşturulan girintinin bir mikro yapı üzerinde istenilen yerlere konumlandırılmasını sağlayan bir mikroskop kullanır ve aynı mikroskopla izin boyutları ölçülür. Birçok durumda bir malzemede sadece bir fazın sertliğinin belirlenmesi gerekli olabileceği gibi, çok karmaşık yapılı malzemelerde veya yapıdaki çözünmemiş karbür

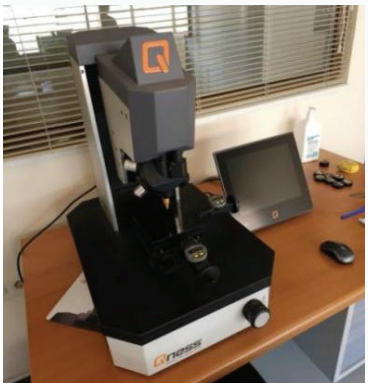
sertliği veya yüzeyden merkeze doğru karbür derinliği, dekarbürizasyon derinliği, nitrürlenmiş bölge derinliği gibi alanların belirlenmesinde standart sertlik ölçme yöntemleri pek uygun olmadığı için mikro sertlik yaygın olarak kullanılır. Mikro sertlik testi aynı zamanda zımparalama veya taşlama yanıklarını ve yüzey kontaminasyonunu belirlemek için de etkili bir yöntemdir. Yapıdaki östenit, daha sert olan su verilmiş martenzitten mikro sertlik yöntemi ile ayrılabilir. Ayrıca morfoloji olarak birbirine benzetilen beynit ve martenzit yine mikro sertlik yöntemi ile ayrılabilir. Bu tür hassas ölçümler geleneksel Brinell, Vickers veya Rockwell sertlik test cihazının faz boyutlarını aşması nedeni ile pek mümkün olmaz. Bu nedenle mikro sertlik yöntemi tercih edilir. Şekil 14.1'de bir mikro sertlik test cihazı görülmektedir.

Mikrosertlik ölçümünde yaygın olarak kullanılan iki sertlik testi tekniği vardır. Bunlar; Vickers ve Knoop yöntemleridir. Vickers sertliğinde elmas şeklindeki "piramit" iz oluşurken Knoop sertliğinde uzun, "rombohedral" şeklinde iz elde edilir. Bu iki yöntemde oluşan iz şekilleri ve ortaya çıkan girintilerin görüntüleri Şekil 14.2'de verilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi Vickers'te kullanılan elmas piramit şeklindeki girinti eşit uzunlukta köşegenlere sahipken Knoop izinin bir tarafı diğerinden daha büyüktür. Mikro iz sertlik deneyleri mikro yapılarda küçük farklılıkları belirlemede kullanıldığı için hassas analizlerin yapıldığı metalografi laboratuvarlarında yaygın olarak kullanılır. Uygulanan yük Rockwell ve Brinell'e göre çok daha küçüktür. Mikrosertlik testi sırasında, 1-1000 g kadar hafif bir yük kullanılarak Vickers veya Knoop elmas uç ile malzeme yüzeyine seçilen yük genellikle 15 saniye boyunca uygulanır. Uygulanan yük sonrası yüzeyde kalıcı deformasyon oluşur ve oluşan iz boyutu, diğer sertlik ölçme yöntemlerine göre oldukça küçük olmasına rağmen elde edilen sonuçlarla mukayese edildiğinde aynı hassasiyette sertlik sonucu elde edilir. Ortaya çıkan elmas uç izi bir mikroskop altında uygun büyütmede (genelde X400-X500) incelenir, ölçülür ve bu ölçüm daha sonra bir sertlik numarasına dönüştürülür. Vicker ve Knoop sertlik değerlerini hesaplama için kullanılan eşitlikler aşağıda verilmiştir. Knoop ve Vickers sertlik değerleri sırasıyla HK ve HV kısatmalarıyla gösterilir ve sertlik değerleri her iki teknikde yaklaşık olarak eşdeğerdir.

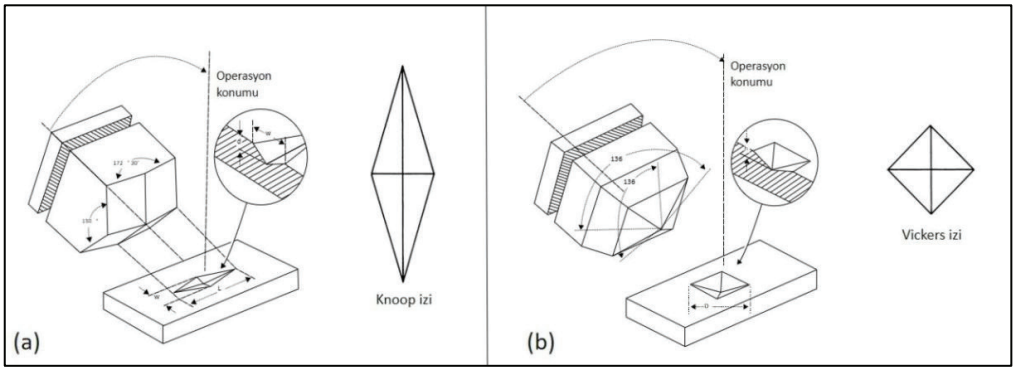
$$HK = 14.2\frac{F}{l^2} \qquad HV = 1.854\frac{F}{d^2}$$

Burada; F: yükü "kgf" cinsinden, d: Vickers yönteminde iz köşegenini "mm" cinsinden ve "*l*": Knoop yönteminde uzun eksen uzunluğunu göstermektedir.

Vickers iz derinliği diyagonal boyutun yaklaşık 1 ⁄ 7'si kadarken Knoop izinin derinliği uzun esenin yaklaşık 1 ⁄ 30'u kadardır. Vickers iz derinliği Knoop iz derinliğinden daha derin ancak daha küçüktür. Knoop iz ölçümünde sadece uzun köşegen ölçülürürken Vickers iz ölçümünde her iki köşegen de ölçülür ve ortalama köşegen uzunluğu kullanılır. Her iki girinti için de sabit bir yük için sertlik (örneğin 50 g) iz uzunluğunu sertlikle ilişkilendiren tablolar vardır.



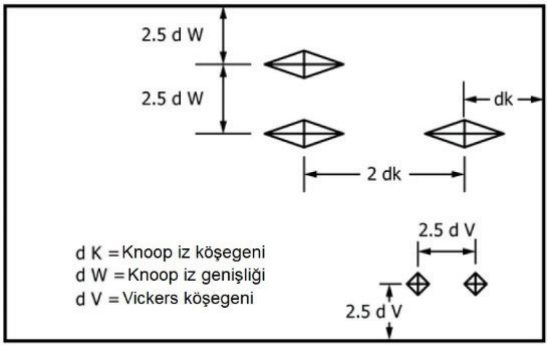
Şekil 14.1- *Mikro sertlik deney cihazı (G.Ü. Metalurji ve Malz. Müh Böl. Metalografi lab.)*



Şekil 14.2- *Knoop ve Vickers sertlik uç yapıları ve oluşturduğu izlerin şematik gösterimi [70].*

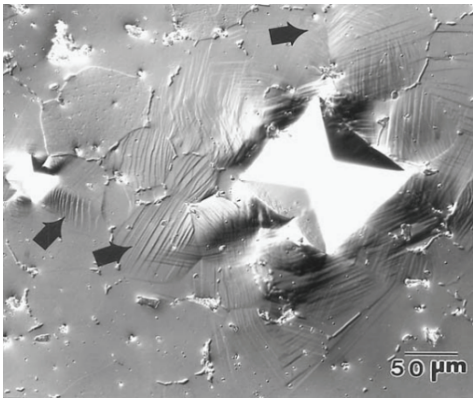
Mikro sertlik ölçümü yapılırken izlerin birbirine ve kenara çok yakın olmamasına dikkat etmek gereklidir. Genel kural; izler arası mesafenin veya kenardan olan uzaklığın iz boyutunun yaklaşık 2.5 katı mesafede olmasıdır (Şekil 14.3). Bunun nedeni, bir izin etrafında deformasyondan kaynaklı olarak sonraki ölçümlerde yanlışlığa sebep olmasındandır. Benzer şekilde iki izin üst üste binmesi, önceden var olan izin etrafındaki soğuk deforme olmuş bölge oluşturacağından ve sertlik değerini etkileyeceğinden yanlış okumalara sebep olacaktır.

Vickers ve Knoop mikrosertliği tarafından bir malzeme üzerinde oluşturulan deformasyon görüntüleri Şekil 14.4 ve Şekil 14.5'te verilmiştir. Şekil 14.4'te tek bir malzeme üzerinde iki farklı yükte oluşan Vickers izleri verilmektedir. Bunlardan biri 10 g (solda) diğeri 50 g (sağda) yük uygulanarak elde edilmiştir. İzler etrafında meydana gelen kayma çizgileri olarak adlandırılan deformasyon işaretleri görülmektedir. Şekil 14.5'te deformasyon işaretleri 50 g yük uygulanarak oluşturulan bir Knoop izi etrafında görülebilir.

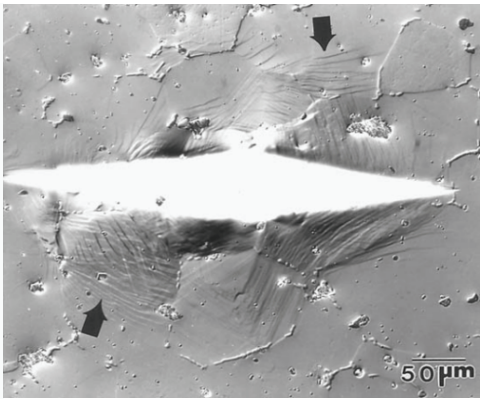


Şekil 14.3- *Vickers ve Knoop sertlik testlerinde izler arasında önerilen en az uzaklıklar [71].*

Şekil 14.6'da ferrit-perlit bantlı yapıdaki 1045 çeliği üzerinde elmas piramit (Vickers) sertlik testinin kullanımını göstermektedir. Oluşturulan sertlik iz girintiler bir ferrit bandına ve bir perlit bandına yerleştirildiğinde, perlit bandındaki girintinin daha küçük olduğunu dikkat çekmektedir. Bu da perlitin ferritten daha sert olduğunu göstermektedir. İz girintisini bantlı yapıdaki tek bir fazın içine sığacak kadar küçük tutmak için testte kullanılan ağırlığın 50 g gibi düşük bir değere ayarlanması gerekir. Mikrosertlik testinde perlit için 260 HV ve ferrit için 211 HV'dir (Şekil 14.6). Şekil 14.7'de ise daha dar ve uzun olan Knoop testi bantlı yapıya sahip AISI 1144 çeliğinde ferrit ve ferrit fazları üzerine isabet ettirilerek farklı sertlikteki fazlarda farklı etkileri gösterilmektedir.



Şekil 14.4- *Dökülmüş haldeki E 660 çeliğinde iki farklı Vickers mikro iz etrafında (okla gösterilen) deformasyon izleri görülmektedir. Soldaki küçük iz 10 g yükle, sağdaki daha büyük iz 50 g yük altında elde edilmiştir. Nomarski X200 [72].*



Şekil 14.5- *Dökülmüş haldeki E 660 çeliğinde Knoop mikro iz etrafında (okla gösterilen) deformasyon izleri. Nomarski X200 [72].*

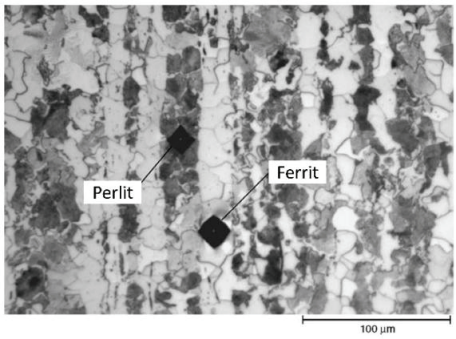
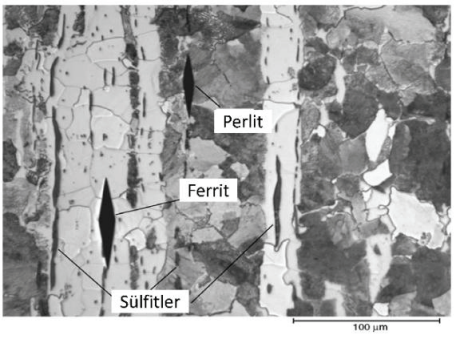


Fig. 14.6- *Bantlı yapıya sahip 1045 çeliğinde ferrit ve ferrit fazları üzerine isabet eden Vickers izleri. Yapıda daha yumuşak olan ferrit fazında daha büyük iz elde edilirken, daha sert olan perlit fazına isabet eden iz daha küçüktür, X 230 [73].*



Şekil 14.7- *Bantlı yapıya sahip 1144 çeliğinde ferrit ve ferrit fazları üzerine isabet eden Knoop izleri. Yapıda daha yumuşak olan ferrit fazında daha büyük iz elde edilirken, daha sert olan perlit fazına isabet eden iz daha küçüktür, X 230 [73].*

Vickers sertlik testinde, Knoop mikrosertlik testinde olduğu gibi, standart bir süre boyunca kontrollü basınç uygulanır, ancak kare tabanlı bir elmas piramit girinti ile gerçekleştirilir. Elde edilen izin köşegeni mikroskop altında ölçülür. Standart Vickers test metodu ile micro Vickers test metodu arasında ana fark, uygulanan yüklerdeki farklıktır. Mikro sertlikte çok daha düşük yükler (<1000 gf) uygulanır ve buna bağlı olarak malzemede daha küçük iz boyutları meydana gelir. Uygulanan yükler genelde 1-1000 gf aralığındadır. Özellikle çok dar alanlarda çok daha fazla iz elde edebilmek amacıyla baklava dilimine benzeyen ize sahip Knoop test yöntemi oldukça yaygın olarak kullanılır. Her iki yöntemde de genelde manuel ölçümler kullanılmakla beraber modern mikro sertlik testi ekipmanları otomatikleştirilerek iz aparatı bir bilgisayarla bağlantı kurularak görüntü analiz cihazı yardımı ile otomatik bilgiler alınmak suretiyle kaydedilir. Yazılım, iz konumunu, iz aralığı, sertlik değerlerinin hesaplanmasını ve grafik çizimini içermektedir.

Knoop mikro sertlik testinde kullanılan izin oldukça ince ve uzun olmasından dolayı Vickers izinden daha ince katmanlara sığar. Bu nedenle, ince tabaka şeklindeki mikro yapılar için özellikle uygundur. Uzun köşegen, kısa köşegenin yedi katından daha fazladır (7.114 katı). Malzemenin sertliği, Knoop iz açıcının nüfuz ettiği derinliğe göre belirlenir. İz mikroskobik olarak ölçülür ve test yükünün miktarı ile ilişkili olarak Knoop ölçeğindeki sertlik değerini hesaplamak için kullanılır. Knoop sertlik sayıları genellikle belirli yük değerleriyle bağlantılı olarak belirtilir. Knoop, özellikle seramik gibi gevrek malzemelerin sertliğinin ölçümünde tercih edilir. Knoop ucu ile elde edilen iz şekli sayesinde elastik toparlanma minimuma iner.

Knoop sertliği, Vickers sertliği ile aynı şekilde ifade edilir. Yani; “350 HK 0.2” denildiğinde 200 gf'lik bir yük uygulandığını ve bunun 350'lik bir Knoop sertliği ürettiği anlamına gelir (kgf/mm^2 birimi artık yazılmaz). Mikro sertlik ölçümünde Vickers yönteminde olduğu gibi Knoop testlerinde de tipik olarak 1-1000 gf arasındaki test kuvvetleri uygulanır.

Mikro sertlikte hızlı ölçüm avantajı vardır. Ölçüm için malzeme kalınlığının deney için yeterli olmasına dikkat edilmelidir. Vickers testleri için kalınlık, iz çapının en az 2.5 katı olmalıdır. Ancak Knoop girintisi, aynı yükte Vickerse göre daha ince olduğundan çok daha dar alanların ölçülmesi mümkün olur.

Numune Gereksinimleri

Genel olarak, mikrosertlik testi için uygun şekilde hazırlanmış parlatılmış veya dağlanmış numuneler gereklidir. Hatalı okumaları önlemek için numunenin alt ve üst yüzeyleri düz ve birbirine paralel olarak hazırlanmalıdır. Yüzeyi düz olmayan veya alt ve üst yüzeyleri paralel olmayan numuneler için alt ve üst tabanı paralel hale getirecek bir tesviye cihazı kullanılmalıdır. Numunenin üst yüzeyi, numunenin üstünü ve yan tarafını destekleyen iki levha tarafından düz olarak tutulur. Herhangi bir mikrosertlik testine başlamadan önce, batıcı uç yüzeyi çatlak ve diğer hatalar bakımından incelenmelidir. Arızalı bir uç kullanılmamalı ve değiştirilmelidir.

Doğruluğu ve Kesinliği Etkileyen Faktörler

Tekrarlanabilirlik ve doğruluk sorunları, mikrosertlik testinin doğasında vardır. Bununla birlikte, uygun şekilde bakımı yapılmış ve kalibre edilmiş ekipman, eğitimli personel ve uygun deney ortamları kullanılarak testten kaynaklı hatalar ve değişkenlikler azaltılabilir. Çok çeşitli test yükleri üzerinde yürütülen çok sayıda mikro iz sertlik testi sonuçları çalışması, sonuçların çok düşük yüklerde sabit olmadığını göstermiştir. “Girinti Boyutu Etkisi”(GBE) olarak adlandırılan bu sorunun, malzemenin temel özelliklerinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Çizelge 14.1’de gösterilen pek çok faktör mikrosertlik test sonuçlarının kalitesini etkileyebilir. Düşük yük (<100gf) uygulaması ve uygun olmayan numune hazırlama sertlik testi sonuçlarını etkilemektedir.

Numuneler genellikle sertlik deneyine tabi tutulmadan önce kesilir ve bakalite alınır veya epoksi reçinelerle kalıplanır. Kesme ve bakalite alma işleminden sonra operatörün iz uçlarını ayırt etme yeteneğini engelleyebilecek çiziklerden ve yüzey düzensizliklerinden arınmış bir test yüzeyi sağlamak için zımparalama ve parlatma yapılır. Dağlanmış bir numune üzerinde mikrosertlik testi yapılacaksa, istenen özelliği görsel olarak ayırt etmek için gereken minimum seviyede dağlama yapılmalıdır.

Uzun yıllar, mikro sertlik için numunelerin elektrolitik olarak parlatılmasının gerektiği ve böylece numune hazırlığından kaynaklanan hasar ortadan kaldırılarak ön gerilimsiz düşük yük testine imkan verileceği düşünülmekteydi. Ancak mekanik numune hazırlamanın geliştirilmesi ile mükemmel mekanik numune hazırlama prosedürleri geliştirilmiş ve elektro-parlatmaya ihtiyaç kalmamıştır. Özellikle düşük yüklerde yapılan mikro sertlik işlemlerinde numune hazırlama kalitesi daha önemli hale gelmiştir. Numunede sertlik ölçümü yapılırken yükün malzemeye dik olarak uygulanması gereklidir.

Çizelge 14.1- *Mikro İz Sertlik Testinin Kesinliği ve Sapmayı Etkileyen Faktörler*

Cihaz Kaynaklı Faktörler	**Ölçüm Faktörleri**	**Malzeme Faktörleri**
Uygulanan yükün doğruluğu	Ölçüm sisteminin kalibrasyonu	Numune hetorojenliği
Atalet etkileri, yükleme hızı	Objektifin sayısal açıklığı	Kristalografik yönlenmenin dayanımı (varsa)
İz açıcının veya numunenin yanal hareketleri	Büyütme	Numune hazırlama kalitesi
Yükleme zamanı	Yetersiz görüntü kalitesi	Düşük yansıma veya saydamlık
İz şeklinden sapma	Aydınlatma homojenliği	Yük sırasında hasar
Elmas uç hasararı	Optik bozulma	Yük sırasında yorulma
İzler arası veya izle kenar arasında yetersiz mesafe	Operatörün görüş hassasiyeti	Numune veya elmas iz üzerinde yağ, vb. kirlilik.
Uç giriş açısı	Görüntü netliği	

Sertifikalı bir test bloğu kullanarak test cihazının performansı düzenli olarak kontrol edilmelidir. Bununla birlikte, kullanılan hafif yükler nedeniyle, ufak da olsa titreşimler doğruluğa etki edebilir. Test cihazları her zaman düz, sağlam (tercihen özel titreşim önleyici) bağımsız halde duran bir masaya yerleştirilmelidir. Titreşim; kapı çarpması veya bitişik yüzeyde çalışan biri tarafından aktarılabileceğinden, cihazın bulunduğu tablaya bitişik bir herhangi bir cihaz ya da masa bulunmamalı ve cihaz duvarla temas halinde olmamalıdır. Aynı şekilde cihazın bulunduğu masasının zemini de sağlam olmalıdır. Operatörün rahat iz tespitine yardımcı olmak için genelde mikro sertlik test cihazlarında yüksek büyütmeli optik sistemler kullanılmalıdır. Optik yoldaki kir veya tozlar, yanlış ölçümlemelere neden olabilir. Bunun için temiz bir çevreye ihtiyaç vardır.

Mikrosertlik test cihazları oldukça hassas cihazlardır ve çok hafif yüklerin uygulanması esastır. Ortaya çıkan izler yüksek büyütme altında doğru bir şekilde ölçülmelidir. Bu zor deneylerin doğasında çeşitli sorunlar vardır. Bunlar; *doğruluk*, *tekrarlanabilirlik* ve *korelasyon* olmak üzere üç kategoriye ayrılabilir. Bunların da beş ana nedeni vardır. Bunlar; *makine, operatör, çevre, numune hazırlama* ve *cihazın kalibrasyonudur*.

Doğruluk: Cihazın bilinen sertlik standartlarını (onaylı test blokları) doğru bir biçimde okuma yeteneği ve bu doğruluğu test numunelerine aktarma yeteneğidir.

Tekrarlanabilirlik: Sonuçları tanınan sertlik standartlarında cihazın ne kadar iyi tekrarlanabildiğinin ölçüsüdür. Mikro sertlik testinde tekrarlanabilirlikte operatörün etkisi çok büyüktür. Diğer sertlik ölçme yöntemlerinde bu denli etkilenme söz konusu değildir. İki farklı operatörün aynı numunede dahi aynı sonucu bulması çok nadirdir. Yakın sonuçların bulunması genellikle makinelerin günlük olarak doğrulanması ile sağlanır. Ayrıca operatörler, test yüzeyleri iyi durumda olan, bilinen bir sertliğe sahip test blokları üzerinde ölçümler yapması faydalı olur. Yüzey hazırlığı iyi olmadığında ölçüm hataları artar. Uygun bir test için;

- operatörün iyi eğitimli ve deneyimli olduğundan,
- test yüzeyini hazırlamak için uygun araçlara sahip olunduğundan,
- cihazın uygun şekilde kalibre edildiğinden,

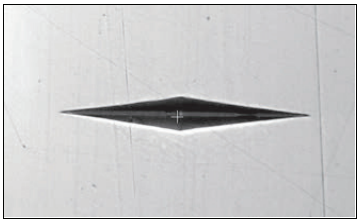
- uygun çalışma koşullarında olduğundan ve
- işi düzgün bir şekilde yapmak için yeterli zamana sahip olduğundan emin olunmalıdır.

Özenli, tecrübeli ve dikkatli bir kullanıcı ile operatör hatası en aza indirilebilir. Bilgisayar destekli sertlik testleri genellikle daha yüksek hacimli veya daha sık testlere ihtiyaç duyulduğunda işimizi kolaylaştırır. Mikrosertlik test cihazlarının çoğu, iyi bakımı yapıldığı sürece yaşına bakılmaksızın uzun yıllar kullanılabilir.

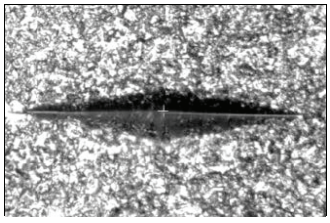
Korelasyon: Cihaz, "uygun şekilde kalibre edilmiş" başka bir cihaz tarafından elde edilen sonuçlara benzer sonuçlar verme yeteneği; veya iki operatörün aynı cihazı kullanarak aynı izlenimi verme ve benzer sonuçlar elde etme yeteneğidir. Yukardaki durumla ilgili oluşabilecek bu sorunları anlayarak, nedenlerine dair daha iyi bir fikir edinilebilir. Yalnızca beş ana neden olmakla birlikte, her birinin kapsadığı çok sayıda sorun vardır.

Mikro sertlik ölçümünde "test yüzeyine girici ucun" mesafesi ayarlandıktan sonra, yüksek güçlü objektif mercek test yüzeyine odaklanır. Lens uygun bir şekilde odaklandıktan sonra operatör, iş parçasına uygun hızda temas ettiğinden ve ucun çarpmadığından emin olmalıdır. ASTM E384 standartında bekleme süresi olan 15 saniye dikkate alındığında, bir cihazın bir sertlik ölçme süresi yaklaşık 30 saniye kadar sürer.

Sertlik değerinin doğruluğu bu hatadan etkilenmese de, operatörün etkin kabuk derinliğini ölçmesi durumunda numunenin kenarından olan mesafe yanlış olabilir ve sonuç olarak hatalı bir ölçümle sonuçlanabilir. Şekil 14.8'de pürüzsüz bir yüzeyde Knoop izi, Şekil 14.9'da dağlanmış bir yüzey üzerindeki Knoop izi ve Şekil 14.10'da daha pürüzlü bir yüzey üzerindeki bir Vickers iz girintisini göstermektedir. Şekillerde de görüldüğü gibi yüzey kalitesi doğru ölçüm için çok önemlidir. Şekil 14.11-14.14'te çeşitli numunelere uygulanan mikro sertlik deneyleri ve ortaya çıkan iz görüntüleri verilmiştir.



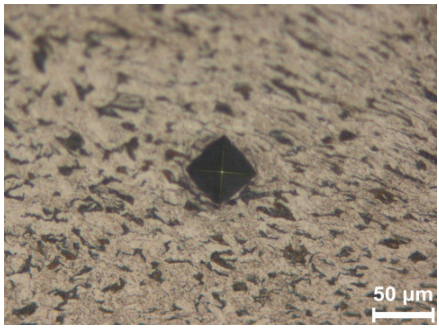
Şekil 14.8- *Uygun bir şekilde parlatılmış yüzey üzerinde iyi bir uç izi gösteren Knoop izi. İyi hazırlanmış bir yüzeyde iz sınırları net olarak görülmektedir [74].*



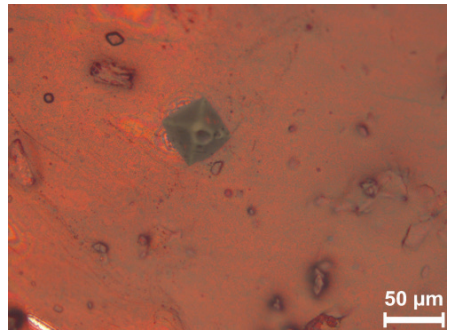
Şekil 14.9- *Dağlanmış bir yüzeyde sınırları net olarak tespit edilemeyen Knoop izi. Özellikle sağ ve sol taraflar karşılaştırıldığında dengesiz bir iz şekli görülmektedir [74].*



Şekil 14.10- *Zımparalanmış ve kaba numune yüzeyine sahip bir malzemede iz sınırlarını tanımlama problemi olan bir Vickers sertlik izi görünümü [74].*



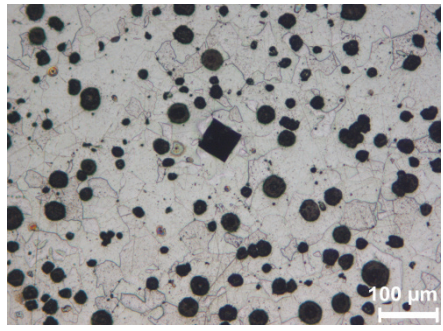
Düşük karbonlu çelik



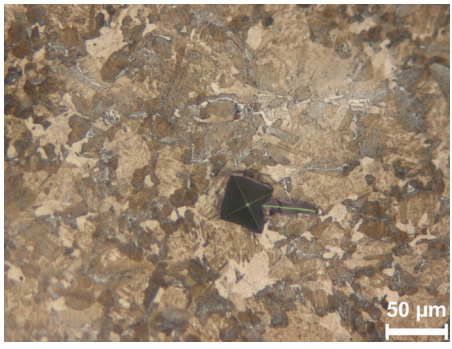
4140 çeliği



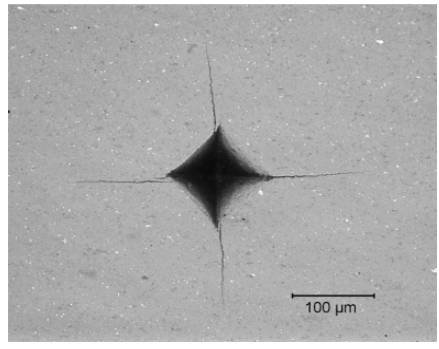
Gri dökme demir



Küresel grafitli dökme demir

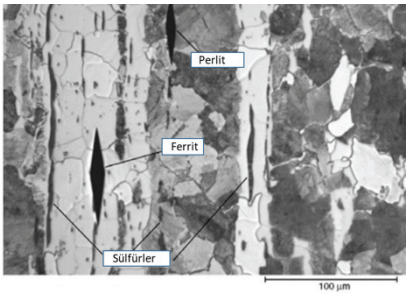


Döküm bronz malzeme

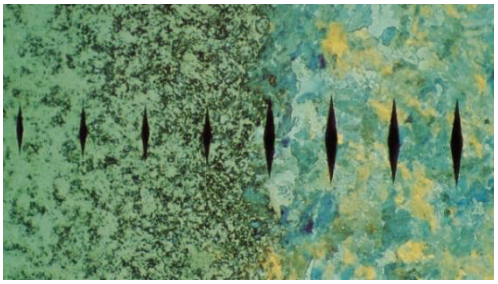


Seramik bir malzemede Vickers izi ve oluşan çatlaklar [75] .

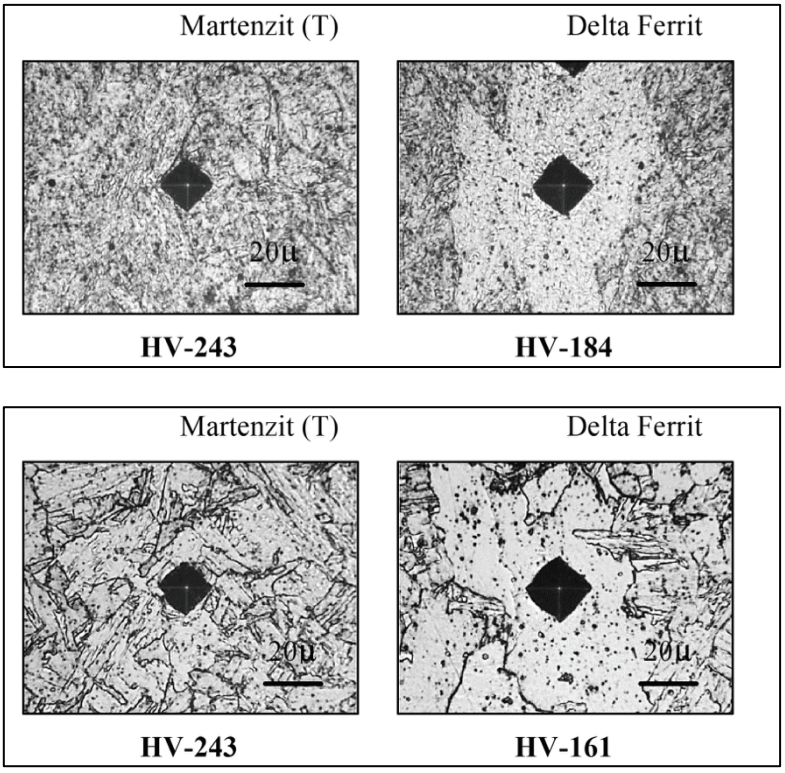
Şekil 14.11- *Çeşitli malzemelere Vickers mikro sertlik uygulaması neticesinde oluşan elmas uç izi derinliğinin malzeme sertliğine bağlı olarak değişimi. Özellikle sert seramik malzemede Vickers sertlik ölçme izi civarında gevrek yapı dolayısı ile oluşan çatlakların görünümü dikkat çekmektedir.*



Şekil 14.12- *Bantlı yapıdaki 1144 alaşımında ferrit ve perlit yapılarına uygulanan Knoop sertlik izi. Orijinal büyütme X230 [73].*



Şekil 14.13- *Özellikle dar alanda fazla sayıda sertlik alınması gerektiği durumlarda tercih edilen Knoop yöntemi ile sertlik ölçümü yapılmış, yüzeyi sertleştirilmiş 4140 çeliğinde yüzeyden merkeze doğru Knoob sertlik ölçümü izleri ile sertleşme derinliğinin tayini [76].*



Şekil 14.14- *Delta ferrit ve martenzit fazlarının ısıl işlemle değişimi. Üstte herhangi bir ısıl işleme tabi tutulmayan kaynak sonrası metalde, altta ise 1050 ^{o}C 1 h bekletildikten sonra su verme ve 760 ^{o}C de ısıl işlem sonrası sertlik değişiminin mikro sertlik cihazı ile tespiti [61].*

PRATİK BİLGİ

- **Mikro sertlik testleri için faydalı ipuçları**
- Bir örnek üzerinde elde edilen test sonuçlarının sorgulanabilir olduğundan süphelendiğiniz ölçme durumlarında, sertifikalı bir test bloğu kullanılarak test cihazı doğrulanmalıdır.
- İnce kaplamaların sertlikleri ölçülürken Knoop izinin uzun ekseninin yüzeye paralel olacak şekilde ayarlanmasına dikkat edilmelidir.
- Sertliği hızla değişlen bir numuneniz varsa, Vickers izleri sertlik gradyanı yönünde kötü bir şekilde bozulabilir. Böyle bir durumda Knoop sertlik ölçme yöntemi tercih edilmeli ve izin uzun ekseni sertlik gradyanına dik olacak şekilde yerleştirilmelidir.
- Mikro sertlik ölçmeden önce numune alt ve üst yüzeyinin paralel olduğundan emin olunmalıdır.
- Yük seçiminde sertlik izi köşegenlerinin en net olarak gözlendiği yük seçilmelidir.
- Mikrosertlik test cihazının titreşimin olmadığı bir zemin üzerine yerleştirilmiş olduğundan emin olunmalıdır.

BU BÖLÜMDE YARARLANILAN KAYNAKLAR

1. Bradley, E. F., *Superalloys,* ASM International, 1989.
2. Yuqing, W., Han, D. and Yong, G., *Advanced Steels: The Recent Scenario in Steel Science and Technology,* Springer Science & Business Media, NY, USA, 2011.
3. MacKenzie, D. S. and Totten, G. E., *Analytical Characterization of Aluminum, Steel, and Superalloys,* CRC press, USA, 2005.
4. Turker, M., Cama, H. and Hughes, T., *The performance of ferritic ODS alloys at high temperatures in nitrogen-containing environments.* Corrosion science, 1995. 37(3): p. 413-428.
5. Türker, M. and Hughes, T. *Nitridation of ODS Alloys*, *International Conference on Microscopy of Oxidation*, 1993.
6. Turker, M., *The long-term oxidation behaviour of ferritic ODS alloys at 1100–1200° C in air and nitrogen-2% oxygen.* Corrosion science, 1999. 41(10): p. 1921-1935.
7. *Hoeganaes Corporation Cataloge, Hoeganaes Metal Powders For P/M Structural Part Appications*,
8. Andrzej Romanski, J. K. *The Effect of PM Consolidation Route On Microstructure And Properties of Cobalt-Iron-Copper Materials, , 4th International PM Conference* May 18-22, 2005, Sakarya, Turkey.
9. Schade, J. H. a. C., *Fine Particle Atomization Technology*, in *5. PM Conference*. New Jersey USA.
10. Kıymaz, T., *Sıvı faz sinterleme ile B4C takviyeli MMKp malzeme üretimi ve karakterizasyonu, ,* Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lİisans Tezi, Ankara, Eylül 2020.
11. Hasan Karabulut, R. Ç. *Al Matrisli ve Al2O3 Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Farklı Mekanik Alaşımlama Sürelerinde Üretilmesi ve Karakterize Edilmesi*, *7. PM Conference And Exhibition*, June 24-28, 2014, Gazi Üniversitesi, Ankara, Turkiye.
12. Sinan Aksöz, A. T. Ö., B. Bostan. *AA 2014 Alüminyum Alaşımşımının MA ve Spex Yöntemleri Kullanılarak Karbon Sentezlenmesi ve Özelliklerinin Araştırılması, , 7. PM Conference And Exhibition, ,* June 24-28, 2014, Gazi University Ankara, TURKEY.
13. J. Corrochano, M. Lieblich, J. Ibanez, Z. Gacsid, K. Tomolya, M. Sveda, F, P. B., Gergely, G., and Makszimus, A. *Reinforcement Distribution In AA6061/MOSi2/5p, 15p Composites Obtained By Extrusion of the Powders 5. International PM conference, October, 8-12*, 2008, Ankara,Turkey
14. German, R. M. *Light Metals Research:Barriers for Automotive Applications (Invited talk)*, *5. International PM conference*, October 8-12, 2008 Ankara, Turkey.
15. Judit Pázán, T. F., Tamás Török, Zoltán Gáczi. *Improving The Interfacıal Metal-Ceramics Bond of Metal Matrix Composites With Electroless Nickel Plating, , 5. International PM conference, October* 8-12, 2008, Ankara Turkey, .
16. Vadim Kovtun, V. P., Tadeusz Pieczonka. *Investıgatıon of Structure and Physicomechanical Properties of Composite Materials Based on Copper- Carbon Nanopartıcles Powder Systems*, *5. International PM Conference, October, 8-12*, 2008, Ankara, Turkey.
17. Janusz Konstatnty, D. T., Agnieszka Radziszweska and Wiktoria Raztuzsek. *Properties of Iron-Base Materials Manufactured from Premixed Powders by the Hot Press Process*, *5. International PM Conference, October 8-12, ,* 2008, Ankara, Turkey
18. Şadi Karagöz and Yamanoğlu, R. *Prep Atomize Ti6Al4V Alaşım Tozlarının Mikroyapısal Karakterizasyonu*, *5th International PM Conference, October 8-12*, 2008, Ankara, Turkey

19. Günebakmaz, S., *Toz Metalurjisi Yöntemi ile Inconel 625 Süperalaşımların Üretimi ve Özelliklerinin Araştırılması,* Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara 2007.
20. Turker, M. and Karatas, C., *Investigation of rheological properties of mechanically alloyed and turbula processed composite powder PIM feedstock by capillar rheometer.* Powder metallurgy, 2004. 47(1): p. 49-54.
21. Türker, M. E. a. M. *Effect of Deformation Rate and Temperature on the Secondary Recrystallisation Behaviour and Mechanical Properrties of a Nickel Based Superalloy*, *5th International Powder Metallurgy Conference, October 8-12*, 2008, Ankara, Turkey.
22. Clyne, T. and Withers, P., *An introduction to metal matrix composites,* Cambridge university press, 1995.
23. Ciftci, I., Turker, M. and Seker, U., *CBN cutting tool wear during machining of particulate reinforced MMCs.* Wear, 2004. 257(9-10): p. 1041-1046.
24. Çiftçi, İ., *Alüminyum Esaslı Kompozitlerde Takviye Oranı ve Boyutunun Mekanik Özellikler ve İşlenebilirlik Üzerine Etkisinin Araştırılması,* Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2003.
25. Akoral, E., Turker, M. and Ozcatalbas, Y. *Secondary and Finishing Operations: Effect of Reinforcing Volume Fraction on the Cutting Forces and Surface Roughness of Al-SiC Composites produced by Powder Metallurgy Technique*, *European PM Conference Proceedings (EuroPM 2004)*, 2004, Shrewsbury, UK.
26. Mustafa Aydın, A. K., Mehmet Türker. *SiC Parçacık Takviyeli Al Metal Matrisli Kompozit Malzemelerin Mekanik ve Mikroyapı Özelliklerine Karıştırıcı Tipi ve Takviye Oranının Etkisi*, *4th International PM Conference* May 18-22, 2005, Sakarya, Turkey.
27. Marek Hebda, J. K. *Mechanical Properties of Infiltrated Sintered Austenitic Stainless Steel AISI 316L, , 5. International PM conference*, October 8-12, 2008, Ankara Turkey.
28. Turker, M., *Effect of production parameters on the structure and morphology of Ag nanopowders produced by inert gas condensation.* Materials Science and Engineering: A, 2004. 367(1-2): p. 74-81.
29. Türker, M., *Effect of oxygen content on the sintering behaviour of silver nanopowders produced by inert gas condensation.* Turkish Journal of Engineering and Environmental Sciences, 2002. 26(3): p. 285-292.
30. Türker, M., Godlinski, D., Pohl, H. and Petzoldt, F. *Rapid prototyping of inconel alloys by direct metal laser sintering and three dimensional printing*, *Powder Metallurgy World Congress*, 2005, Prague, Czechia.
31. Turker, M., Godlinski, D. and Petzoldt, F., *Effect of production parameters on the properties of IN 718 superalloy by three-dimensional printing.* Materials Characterization, 2008. 59(12): p. 1728-1735.
32. Murphy, T. F., Fillari, G. B. and Golin, G. J., *A Metallographic investigation into the effect of Sintering on an FC-0205 Premix.* Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, 2004: p. 17-30.
33. James, W. B., Causton, R. J., Baran, M. C. and Narasimhan, K. *New High Performance P/M Alloy Substitutes for Malleable and Ductile Cast Irons*, *PM 2 TEC 2000: 2000 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials*, 2000.
34. Andrzej Cias and Stoytchev, M. *Powder Metallurgy Innovative Processıng Of Manganese Steel Gears, , 4th International Powder Metallurgy Conference* May 18-22, 2005, Sakarya, Turkey.

35. Ziya Esen and Arcan F. Dericioğlu, Ş. B. *Biyomedikal Uygulamalar İçin Ti-Mg Kompozitlerinin Geliştirilmesi*, *6. Uluslararası Toz Metalurjisi Konferansı ve Sergisi,* , 05-09 Ekim, 2011, Ankara, Türkiye.
36. Tadeusz Pieczonka and Maciej Sulowski, A. C. *Atmosphere Effect on Sintering Behaviour of Astaloy CrM and Astaloy Crl Höganäs Powders With Manganese and Carbon Additions*, *Uluslararası Toz Metalurjisi Konferansı ve Sergisi*, 05-09 Ekim 2011 Ankara, Türkiye.
37. Ş. Akaslan, S. Sarıtaş, W. Brian James and Lawley, A. *Gözenek Miktarı ve Mikroyapının Pişirme Sertleştirme Davranışlı Bir Melez Toz Metal Çelikte Yorulma Çatlağı İlerlemesine Etkisi, , 4th International Powder Metallurgy Conference* May 18-22, 2005, Sakarya, Turkey.
38. Arik, H. and Turker, M., *Production and characterization of in situ Fe–Fe3C composite produced by mechanical alloying.* Materials & design, 2007. 28(1): p. 140-146.
39. Thornton, P. A., *The influence of nonmetallic inclusions on the mechanical properties of steel: A review.* Journal of Materials Science, 1971. 6: p. 347-356.
40. Johnson, D. D., *MatSE 280 Introduction of Engineering Materials,* 2006.
41. and, W. F. H. and Caddell, R. M., *Metal Forming: Mechanics and Metallurgy,* Cambridge University Press, USA, 2007.
42. *Metals Handbook, Fractography,* ASM International, USA, 1992.
43. *Metal Handbooks, Vol. 7, Atlas of Microstructures of Industrial Alloys,* ASM USA, 1972.
44. Schijve, J., *Fatigue of structures and materials,* Springer Science & Business Media, 2001.
45. Svensson, L.-E., *Control of Microstructures and Properties in Steel Arc Welds,* Butterworth&Heinemann, UK, 1994.
46. Totten, G. E., Xie, L. and Funatani, K., *Modeling and simulation for material selection and mechanical design,* CRC Press, 2003.
47. Malgorzata, W., *Aluminum-Silicon Casting Alloys: An Atlas of Microfractographs,* ASM international, USA, 2004.
48. Masters, J. E., *Fractography of Modern Engineering Materials: Composites and Metals,* ASTM International, 1987.
49. Gündüz, S. and Kaçar, R., *Strengthening of 6063 aluminium alloy by strain ageing.* Kovove Material, 2008. 46: p. 345-350.
50. Büyükdogan, S., *Yaşlandırılan Al-Mg-Si Alaşımının Aşınma davranışının İncelenmesi,* Karabük Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük, 2011.
51. Kerenciler, H., S. Gündüz, M. Akif Erden, M. Türkmen and Karabulut, H., *Effect of aging on the microstructure and mechanical properties of magnesium alloy AZ31.* Metal Science and Heat Treatment, 2016. 58: p. 179-184.
52. Ohring, M., *Engineering Materials Science,* Academic Press, Inc., 1995.
53. Verhoeven, J. D., *Steel Metallurgy for the Non.* Metallurgist, 2007.
54. Krauss, G., *Steels: Heat Treatment and Processing Principles,* ASM International, OH, USA, 1993.
55. Kalpakjian, S. and Schmid, S. R., *Manufacturing Engineering and Technology,* Prentice-Hall, NJ, USA, 2001.
56. Ferhat Yıldırım, S. Hakan Yetgin, M. A. and Çalışkan, F. *%40 Cam Elyaf Katkılı Polifenilensülfit (PPS-CE) Malzemesine PA46 (Poliamid 46), MoS2 ve Al2O3 Katılmasıyla Elde Edilen Polimer Kompozitin Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi*, *3. Uluslararası Mühendislik Ve Bilim Alanında Yenilikçi Teknolojiler Sempozyumu (ISITES 2015)*, 3-5 Haziran 2015, Valencia, İspanya.

57. Ebubekir Çantı, M. A., Ferhat Yıldırım. *Production and Characterization of Composite Filaments for FDM Printing*, *The 2nd Internatıonal Symposium on 3D Printing Technologies (3D-PTS2017)*, 3-4 April 2017, Istanbul, Turkey.
58. Yildirim, F., Aydin, M. and Avci, A., *Mechanical properties of nano-SiO2 reinforced 3D glass fiber/epoxy composites.* International Journal of Materials Research, 2017. 108(4): p. 308-321.
59. Samuels, L. E., *Metals Engineering: A Technical Guide,* ASM International, 1993.
60. Türkmen, M. and Gündüz, S., *Martensite morphology and strain aging behaviours in intercritically treated low carbon steel.* Ironmaking & Steelmaking, 2011. 38(5): p. 346-352.
61. Kabakçı, F., *T/P92 Çelikleri için Elektrod Örtüsünde Ni/Co İlavesi ile Kaynak Metali Mikroyapı ve Mekanik Özeliklerinin İyileştirilmesi,* Selçuk Üniversitesi, Doktora Tezi, Konya, 2017.
62. Turker, M. and Hughes, T., *Oxidation behavior of three commercial ODS alloys at 1200° C.* Oxidation of Metals, 1995. 44(5): p. 505-525.
63. Emrullahoğlu, C. B. and Hasanbaşoğlu, D. , *4. International PM Conference*, May 18-22, 2005, Sakarya, Turkey.
64. Y. Özçatalbaş, B. A. v. M. T. *PM 2000 Süperalaşımında İşlenebilirlik Problemleri*, *Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu*, 18-20 Ağustos 2003, Ankara
65. Ciftci, I., Turker, M. and Seker, U., *Evaluation of tool wear when machining SiCp-reinforced Al-2014 alloy matrix composites.* Materials & design, 2004. 25(3): p. 251-255.
66. Akoral, E., Türker, M. and Özçatalbaş, Y. *Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretilen Al-SiC Kompozit Malzemenin İşlenmesinde SiC Oranının Kesme Kuvvetleri ve Takım Ömrüne Etkisi*, *4th International PM Conference* May 18-22, 2005, Sakarya, Turkey.
67. Zlateva, G., *Microstructure of metals and alloys: an atlas of transmission electron microscopy images,* CRC press, 2008.
68. Humphreys, F. J. and Hatherly, M., *Recrystallization and Related Annealing Phenomena,* Elsevier Science, New York City, NY, USA, 1995.
69. Selen, V., Güler, Ö., Özer, D. and Evin, E., *Synthesized multi-walled carbon nanotubes as a potential adsorbent for the removal of methylene blue dye: kinetics, isotherms, and thermodynamics.* Desalination and Water Treatment, 2016. 57(19): p. 8826-8838.
70. *SumMet, The Sum Of Our Experience, A Guide to Materials Preparation & Analysis Solutions for Materials Preparation, Testing and Analysis,* Buehler Publication, Lake Bluff, IL, USA, 2007.
71. *ASTM E92-23, Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials*, 2023, ASTM International.
72. Bramfitt, B. L. and Benscoter, A. O., *Metallographers Guide, Practices and Procedures for Iron and Steel,* ASM International, USA, 2002.
73. Verhoeven, J. D., *Steel Metallurgy for the non-Metallurgist,* ASM International, USA, 2007.
74. https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=10807, [Erişim yılı: 2023].
75. Quinn, G. D. and Bradt, R. C., *On the Vickers indentation fracture toughness test.* Journal of the American Ceramic Society, 2007. 90(3): p. 673-680.
76. *Buehler Dialog Catalog, 4140 Case Hardened Stell Tractor Shoe*, 2006.

EK 1
DAĞLAYICILAR

METAL VE ALAŞIMLARI İÇİN YAYGIN KULLANILAN DAĞLAYICILAR VE ÖZELLİKLERİ

Çözelti bileşimi	Etkileri, numune hazırlama, kullanımı ve özellikleri
Al ve alaşımları	
95 mℓ damıtık su 2.5 mℓ HNO_3 1.5 mℓ HCl 1.0 mℓ HF	**Keller çözeltisi,** birçok Al ve alaşımlarının genel amaçlı dağlanmasında kullanılan en önemli dağlayıcıdır. Yüksek silisyumlu alaşımlar için uygun değildir. Numune 10-30 s süreyle çözeltiye daldırılır ve su ile durulanır. Daha sonra konsantre HNO_3 içerisine daldırılır. Al ve alaşımlarının genel görünümü ve tane yapısının ortaya çıkarır. Taze çözelti kullanılmalıdır. Dağlayıcı kullanımdan sonra depolanmaz. **UYARI :** Tane sınırındaki reaksiyonlar çatlak gibi görünebilir **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
25 mℓ metanol 25 mℓ HCl 25 mℓ HNO_3 1 damla HF	Saf Al, Al-Mg ve Al-Mg-Si alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune 10-60 s süreyle çözeltiye daldırılarak dağlanır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
92 mℓ damıtık su 6 mℓ HNO_3 2 mℓ HF	**Kroll çözeltisi,** Al-Cu alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Genel yapıyı ortaya çıkarır. Numune yüzeyi 3 μm veya daha ince elmas ile parlatılır. Numune yaklaşık 15 s kadar dağlanır ve işlem gözle kontrol edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
% 0.5 HF/ H_2O içerisinde	Döküm ve dövme Al alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Dağlama numunenin çözeltiye daldırılması ile yapılır. Genellikle tane sınırlarını göstermede kullanılır. Bununla birlikte kaba çökeltileri ortaya çıkarmada oldukça başarılıdır. Çözeltiye birkaç damla kromik asit (H_2CrO_4) ilavesi, dövme Al alaşımlarında (özellikle hassaslaştırılmış Al-%5 Mg alaşımlarında) tane sınırlarını ve çökeltileri net olarak gösterir.
88 mℓ damıtık su 9 mℓ HNO_3 1.5 mℓ HCl 1.5 mℓ HF	**Modifiye Keller çözeltisi,** temperlenmiş Al alaşımlarına uygulanır. Temperlenmiş alaşımlarda yüksek renk kontrastı verir. Dağlama, numunenin çözeltiye 20 s kadar daldırılması ile yapılır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
95 mℓ damıtık su 2.5 mℓ HNO_3 1.0 mℓ HCl 1.5 mℓ HF	Modifiye Keller çözeltisi gibi kullanılır. Al-Cu-Mg-Si alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunde cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
15 mℓ HF 10 mℓ H_3PO_4 60 mℓ H_2O	Al-Mg alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Tane renk kontrastını özellikle polarize ışık altında çok iyi gösterir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
85 mℓ H_2O 10 mℓ H_2SO_4 5 mℓ HF	Al alaşımlarının özellikle yeniden kristallenmiş 6XXX serisi Al alaşımlarının kristallenme derecelerini tespit etmede kullanılır. Numune çözeltiye daldırılarak dağlanır. Oda sıcaklığında numunenin çözeltiye yaklaşık 35 s süre ile daldırılması yeterlidir. Dağlama süresi gözle kontrol edilmelidir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

84 mℓ H_2O 15.5 mℓ HNO_3 0.5 mℓ HF 3 g CrO_3	**Graff and Sargent çözeltisi,** diğer serilere de etki etmekle beraber özellikle 2XXX, 3XXX, 6XXX ve 7XXX serisi dövülebilir Al alaşımların dağlanmasında kullanılır. Tane yapılarını gösterir. Dağlama numunenin çözeltiye 20-60 s süreyle küçük hareketlerle daldırılılması ile yapılır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
2 g NaOH 5 g NaF 93 mℓ H_2O	Özellikle 2XXX ve 7XXX serisi dövülebilir Al alaşımları ile Al-Cu ve Al-Zn döküm alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Dağlama numunenin oda sıcaklığındaki çözeltiye 2-3 dakika süreyle daldırılmsı ile yapılır. Tane yapısı, soğuk çalışma izleri ve yeniden kristalleşmeyi ortaya çıkarır.
350 mℓ H_2O 300 mℓ HCl 300 mℓ HNO_3 50 mℓ HF	Al ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune yüzeyi 3 µm veya daha ince elmas ile parlatılır. Dağlama oda sıcaklığında yapılır ve reaksiyonunun başlamasıdan sonra 30- 60 s sürer. Dağlayıcının güvenli raf ömrü, renginin yeşilimsi bir kahverengiye geçişi ile anlaşılır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
480 mℓ H_2O 200 mℓ HCl 200 mℓ HNO_3 120 mℓ H_3PO_4	**Hidroklorik nitrik ortofosforik asit çözeltisi.** Al ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune yüzeyi 3 µm veya daha ince elmas ile parlatılır. Dağlama 30-40°C'de yapılır. Dağlama süresi reaksiyonunun başlamasıdan sonra 60-120 s sürer. **UYARI:** Tane sınırındaki reaksiyonlar çatlak gibi görülebilir.
60 mℓ H_2O 10 g NaOH 5 g $K_3Fe(CN)_6$	**Modifiye Murakami veya Klemm çözeltisi**. Al-Si alaşımlarında çökeltileri ve tane sınırlarını ortaya çıkarır. Dağlama oda sıcaklığındaki dağlayıcıya numuneyi daldırarak yapılır. Ancak Al-Mg-Si alaşımlarına etki etmez.
90-100 mℓ H_2O 0.1-10 mℓ HF	Genel amaçlı dağlayıcıdır. $FeAl_3$ veya diğer hatlara etki eder ve görülmesini sağlar. HF'nin %5'lik konsantrasyonu en yaygın kullanılanıdır. Tane yapısı ve taneler arası renk kontrastını ortaya çıkarılmasında kullanılmaz. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
12.5 mℓ HNO_3 2.5 mℓ HF 85 mℓ H_2O	Al ve Al alaşımlarının genel amaçlı dağlayıcısıdır. Numune oda sıcaklığındaki çözeltiye daldırılarak dağlama yapılır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
3 birim gliserin 1 veya 2 birim HF 1 birim HNO_3	**Vilella çözeltisi**, genel amaçlı dağlayıcıdır. Numune önce kaynar suya daldırılır, daha sonra çözeltiye 10-15 s daldırılarak dağlanır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
84 mℓ damıtık su 10 mℓ HCl 10 mℓ HF	**Boss çözeltisi** olarak bilinir. Al ve alaşımlarında tane kontrastı için kullanılır. Numune çözeltiye daldırılarak dağlama işlemi gerçekleştirilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
940 mℓ H_2O 60 mℓ HBF_4	**Barker dağlayıcısı,** Al ve Al alaşımlarının tane ve/veya lifli yapılarının incelenmesinde kullanılır. Numune 3 µm veya daha ince elmas ile parlatılır. Ortam sıcaklığında 40-60 s süreyle dağlanır. Dağlama bir çeker ocak içerisinde yapılır. Dağlanmış numuneler polarize ışık altında incelendiğinde yukarıda açıklanan detayları sağladığı görülür. Dağlayıcı uygun şartlarda uzun süre saklanabilir. **UYARI: Tane** sınırındaki reaksiyonlar çatlak gibi görünebilir.
100 mℓ damıtık su 4 g $KMnO_4$ 1 g NaOH	Al ve alaşımlarının **Weck renklendirme dağlayıcısıdır**. Genel amaçlı dağlama için, özellikle dövülebilir Al alaşımlarının tane yapısını ortaya çıkarmada kullanılır. Numune 15-20 s süreyle çözeltiye daldırılır yüzey renk alana kadar hafifçe hareket ettirilir.

94 mℓ damıtık su 4 g Na_2CO_2 2 g NaOH	Saf Al malzemenin dağlanmasında kullanılır. Dağlama numunenin çözeltiye 60 s kadar daldırılması ile yapılır. Özellikle tane yapısını ve genel görünümü ortaya çıkarmada kullanılır.
94 mℓ damıtık su 1 g NaOH 4 mℓ %5'lik $ZnCl_2$ 4 mℓ %5'lik $SnCl_2$ 1 g Na_2CO_3	**Bossert çözeltisi**, Al ve Al-Cu-Mg alaşımları için uygundur. Özellikle soğuk işlenmiş ve tavlanmış alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Yüzeydeki lekelenmeler HNO_3'e daldırılarak giderilir.
500 mℓ damıtık su 10 g Na_2SO_4 8.5 mℓ HCl 100 g CrO_2	**Bahara çözeltisi** olarak bilinen renklendirme dağlamasıdır. Numune önce %10'luk NaOH ve sonra %50'lik NHO_2'ye daldırılır ve yıkanır. Daha sonra numune yaklaşık 5 s süreyle çözeltiye daldırılarak dağlama yapılır. Dağlama sırasında numunede renklenme görülür. Yapıdaki kalıntılar, çökletiler, emprüteler ve diğer yapılar net olarak ortaya çıkar.
100 mℓ damıtık su 2 g Na_2MoO_4 5 mℓ 35% HCl 1 g NH_4FHF	**Molibdat - biflorür çözeltisi.** Alüminyum ve titanyum alaşımlarının dağlanmasında kullanılır.
10 mℓ H_2SO_4 90 mℓ H_2O	**Lacombe ve Beaujard çözeltisi,** elektrolitik dağlayıcıdır. Çok saf Al alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. 1.5 A/dm^2 akımda 30 dakika süre ile yaklaşık 15°C'de kullanılır.
Su içerisinde %1.8 fluoborik asit	**Barker anodisayon metodu,** elektrolitik dağlayıcıdır. Tane yapısını görmek için 0.5-1.5 A/in^2, 30-45 V dc akımda kullanılır. Çoğu alaşım ve sıcaklık için 1 A/in^2 ve 30 V dc [20°C] 20 s süre yeterlidir. Çözeltinin karıştırılmasına gerek yoktur. Ilık suda durulanır ve kurutulur. Polarize ışıkta inceleme tercih edilir ve renklendirme dağlamaya hassastır.
700 mℓ etanol 120 mℓ damıtık su 80 mℓ perklorik asit 100 mℓ $C_6H_{14}O_2$	Al ve alaşımlarının dağlanması ve parlatılması için kullanılan elektrolittir. Parlatma süresi 30 V dc akımda 30-60 s kadar, dağlama süresi ise 5-10V dc akımda 20 s kadardır.

Magnezyum ve alaşımları

25 mℓ damıtık su 75 mℓ 3-5 etilen glikol 1 mℓ HNO_3	**Glikol dağlayıcısı,** Mg ve alaşımları için genel dağlayıcıdır. F ve T6 temper alaşımları için numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa 3-5 s, T4 ve O temper alaşımları için 1-2 dakika daldırılarak dağlanır.
1-10 mℓ HNO_3 100 mℓ alkol	**Nital,** saf Mg alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune 50-60 s süreyle çözeltiye daldırılarak dağlanır.
19 mℓ damıtık su 60 mℓ etilen glikol 20 mℓ asetik asit 1 mℓ HNO_3	Saf Mg ve alaşımları için **Asetik glikol çözeltisi**. Mg-Al ve birçok Mg esaslı alaşımların dağlanmasında da kullanılır. F ve T6 temper alaşımları 1-3 s süreyle, T4 ve O temper alaşımları 10 s süreyle çözeltiye daldırılmış bez ya da pamuğa sürülerek dağlanır. Çözelti ısıl işlemi görmüş döküm malzemeler ve çoğu dövülebilir alaşımda tane sınırını ortaya çıkarır.
0.2-2 g oksalik asit 100 mℓ H_2O	Saf Mg ve çoğu Mg alaşımlarının dağlanmasında kullanır. Numune çözeltiye daldırılan bez veya pamuğa 5-10 s sürülerek dağlanır.
2-11 g sitrik asit 100 mℓ etanol	Mg, Mg-Cu ve Mg kalıp döküm alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune 30 s süreyle çözeltiye daldırılarak dağlanır.
100 mℓ etanol 10 mℓ damıtık su 5 g pikrik asit	Mg ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Her seferinde taze çözelti kullanılır. Numune çözeltiye 15-30 s süreyle daldırılır. Tane kontrastını ortaya çıkarır.
10 mℓ asetik asit 5 g pikrik asit 95 mℓ alkol	Mg-Al ve Mg-Al-Zn alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye 15-60 s daldırılarak dağlanır. Dağlayıcı işlem süresince hafifçe karıştırılır. Yeni hazırlanmış çözelti kullanılır. Tane sınırlarını gösterir.

15 mℓ HNO_3 85 mℓ etilen glikol	Mg, 1% Zn ve Mg 0.6% Zr alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune 2 s süreyle çözeltiye daldırılarak dağlanır.

Mn ve alaşımları

90-95 mℓ H_2O 5-10 mℓ HF	Ferromangan, mangan silikat ve Mn-Si-Cr alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Dağlama oda sıcaklığında numunenin çözeltiye birkaç dakika daldırılması ile yapılır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
40 mℓ gliserin 30 mℓ HF 25 mℓ HCl 10 mℓ HNO_3	Mn-Ge, Mn-Si, Mn-Sn-Ge ve Mn-Sn-Si alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Mn-Ge ve Mn-Si alaşımları 1-3 s, Mn-Sn-Ge ve Mn-Sn-Si alaşımları 5-10 s süreyle çözeltiye daldırılarak dağlanır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
1 birim H_3PO_4 1 birim gliserin 2 birim etanol 4 birim H_2O	Mn-Cu alaşımları için elektrolitik dağlayıcıdır. 16 V dc akımda, <20°C'de 1 s süreyle dağlanır. Katot olarak paslanmaz çelik kullanılır.

Mo ve alaşımları

100 mℓ H_2O 30 g $K_3Fe(CN)_6$ 10 g KOH	Mo için kuvvetli bir dağlayıcıdır. Numune 20°C'deki çözeltiye daldırılarak dağlanır. Yüzeyde film oluştuğunda %10 luk seyreltik HCl ile giderilir.
10-20 mℓ gliserin 10 mℓ HF 10 mℓ HNO_3	Mo ve Mo-Ti alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune oda sıcaklığındaki çözeltiye 5 dakikaya kadar daldırılarak dağlanır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
95 mℓ H_2O veya etanol 5 mℓ HCl	Mo ve alaşımları için eletrolitik dağlayıcıdır. Paslanmaz çelik katot kullanılarak numune 5-10 V dc akımda birkaç dakika süre ile dağlanır.

Titanyum ve alaşımları

950 mℓ H_2O 25 mℓ HNO_3 15 mℓ HCl 10 mℓ HF	**Keller dağlayıcısı,** Ti ve alaşımları için genel amaçlı iyi bir dağlayıcıdır. Yüzey 3 μm veya daha ince elmas ile parlatılır. Dağlama ortam sıcaklığında bir kaç saniye süreyle yapılır ve dağlama gözle kontrol edilir. Taze dağlayıcı kullanılmalıdır. Dağlayıcı kullanımdan sonra depolanmaz, hemen bertaraf edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
850 mℓ H_2O 100 mℓ HNO_3 20 HF	**Flonitrik asit çözeltisi 3,** Ti ve alaşımları için genel amaçlı iyi bir dağlayıcıdır. Yüzey 3 μm veya daha ince elmas pasta ile parlatılır. Dağlama ortam sıcaklığında bir kaç saniye süreyle yapılır ve dağlama gözle kontrol edilir. Taze dağlayıcı kullanılmalıdır. Dağlayıcı kullanımdan sonra depolanmaz, hemen bertaraf edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunde cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

Düşük ergime dereceli metaller- Sb, Bi, Cd, Pb ve Sn ve alaşımları

100 mℓ damıtık su 30 mℓ HCl 2g $FeCl_3$	Sb, Bi ve alaşımları için kullanılır. Numune çözeltiye birkaç dakika süre ile daldırılır.
100 mℓ damıtık su 25 mℓ HCl 8 g $FeCl_3$	Sb-Pb, Bi-Sn, Cd-Sn, Cd-Zn ve Bi-Cd alaşımlarının dağlanması için kullanılır. Numune çözeltiye birkaç dakika süre ile daldırılır. Numunede renk değişim gözle kontrol edilir.
95-99 mℓ ethanol 1-5 mℓ HNO_3	Cd, Cd alaşımları, Sn, Zn alaşımları, Pb ve alaşımları, Bi-Sn ötektik alaşımı ve Bi-Cd alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Birkaç damla zefiran klorür ilave edilebilir. Numune çözeltye daldırılarak dağlanır. Pb ve alaşımlarında lekelenmeler oluştuğunda %10'luk HCl ile yıkanır.

1 birim saf asetik asit 1 birim HNO_3 4 birim gliserin	Saf Pb'nin dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye yeterli bir süre daldırılarak dağlanır. Dağlama gözle kontrol edilir.
3 birim saf asetik asit 1 birim H_2O_2 (%30)	Saf Pb'nin dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye yeterli bir süre daldırılarak dağlanır. Dağlama gözle kontrol edilir.
%2 Nital	Saf kadmiyum için uygun bir dağlayıcıdır. Numune çözeltiye yeterli bir süre daldırılarak dağlanır. Dağlama gözle kontrol edilir.
100 mℓ damıtık su 10 g amonyum molibdat 10 g sitrik asit	**Pollack çözeltisi,** Pb ve alaşımları için kullanılır. Numune çözeltye 15-30 s süreyle daldırılarak dağlama yapılır. Diğer kullanılan kompoziyonlar: 100 mℓ su 9 g amonyum molibdat,15 g sitrik asit ve 100 mℓ su, 10 g amonyum molibdat, 25 g sitrik asittir.
100 mℓ damıtık su 2 mℓ HCl 10 g $FeCl_3$	Sn esaslı babit metallere* uygulanır. Numune çözeltiye 5 dakikaya kadar daldırılarak dağlanır. * ***Babit metal:*** *Bileşimlerinde bakır, antimon ve kurşun bulunan, kalay esaslı yatak alaşımlarının adıdır.*
100 mℓ etanol veya metanol 1-5 mℓ HNO_3	Saf Sn ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye daldırılarak veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlama işlemi gerçekleştirilir. Dağlama birkaç dakikada gerçekleşir.
90 mℓ H_2O 10 mℓ HNO_3	Sn ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye daldırılarak dağlanır.
50 mℓ gliserin 2 damla HNO_3 4 damla HF	Sn-Pb alaşımlarının ve çelik üzerindeki Sn kaplamaların dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye 60 s daldırılarak dağlanır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
84 mℓ gliserin, 8 mℓ saf asetik asit, 8 mℓ HNO_3	Pb ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Dağlama, numunenin çözeltiye 20-80^oC'de birkaç saniye daldırılması ile yapılır. Çözelti daima taze olarak kullanılır**.** Taneler arasında renk kontrastı oluşturur. Aynı malzemelerin dağlanmasında Nital de kullanılabilir.
60 mℓ asetik asit 14 mℓ H_2O 6 mℓ H_2O_2 (%30)	Pb ve alaşımları için yaygın kullanılan bir dağlayıcıdır. Numune çözeltiye 30-60 s süreyle daldırılarak dağlanır. Numune önce konsantre HNO_3, arkasından soğuk suya daldırılarak kurutulur.
15 mℓ saf asetik asit, 20 mℓ HNO_3	**Saf asetik asit,** Pb Sn alaşımı (lehim) ve Pb-Sn alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Pb alaşımlarının dağlamaya hazırlanmasında zorluk yaşanması durumunda ince alümina tozları ile parlatmayı denemek iyi bir çözüm olabilir.
50 mℓ const. HCl 50 mℓ damıtık su	Numune çözelti içerisindeki bir bez veya pamuğa sürülerek veya çözeltiye doğrudan daldırılmak suretiyle dağlama yapılır.
100 mℓ etanol veya metanol veya H_2O 2-5 mℓ HCl	Saf Sn, Sn-Pb alaşımları ve Sn-Sb-Cu alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Dağlama numunenin çözelti içerisine birkaç saniye süreyle daldırılması ile yapılır.
100 mℓ H_2O veya metanol 5-25 mℓ HCl 10 g $FeCl_3$	Sn-Cu alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Dağlama numunenin çözelti içerisine birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar daldırılması ile yapılır.
Amonyum polisülfür	Bütün Sn ve alaşımları için kullanılan bir dağlayıcıdır. Dağlama için 20-30 dakika yeterlidir. Dağlamadan sonra numune yüzeyi pamuk ile temizlenir. Nital veya Pikral de kullanılabilir.

Çinko ve alaşımları

200 mℓ damıtık su 40 g CrO_3 3 g Na_2SO_4	**Palmetron çözeltisi**, saf Zn ve alaşımları için en yaygın kullanılan dağlayıcıdır. Dağlama numunenin çözelti içerisine 3 dakikaya kadar daldırılması ile yapılır. Daha sonra numune %20'lik CrO_3 çözeltisinde yıkanır ve kurutulur.

40 g CrO_3 1.5 gNa_2SO_4 200 mℓ H_2O	**Modifiye Palmetron çözeltisi,** Zn-Cu alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Dağlama numunenin çözelti içerisine birkaç saniye daldırılması ile yapılır. Daha sonra numune %20'lik CrO_3 çözeltisinde yıkanır ve kurutulur.
100 mℓ damıtık su 10 g NaOH	Saf Zn, Zn-Co, Zn Cu alaşımları için kullanılır. Dağlama numunenin çözelti içerisine 5-15 s daldırılması ile yapılır.
84 mℓ damıtık su 15 mℓ H_2SO_4 1 mℓ HF	Zn alaşımlarının tane sınırlarının ortaya çıkarılmasında kullanılen genel amaçlı bir dağlayıcıdır. Dağlama, numunenin çözelti içersine 10 s daldırılması ile yapılır. Çözelti sıcaklığının oda sıcaklığının biraz üzerinde olması (genelde 38 ^{o}C, mak. 40 ^{o}C) tercih edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
100 mℓ H_2O veya ethanol 1-5 mℓ HCl	Zn ve alaşımları için uygun bir dağlayıcıdır. Dağlama numunenin çözeltiye birkaç dakika daldırılması ile yapılır.
100 mℓ H_2O 10-20 g CrO_3	Zn-Cu alaşımlarının elektrolitik dağlanmasında kullanılır. 12 V dc, 0.2 A/cm^2'de 5 s süreyle dağlama yapılır. Platin katot kullanılır. Zn-Cu alaşımlarında gama (γ) ve epsilon (ε) fazlarını görünür hale getirir.
100 mℓ damıtık su 20 g CrO_3 5 g Na_2SO_4	Numune çözeltiye daldırılarak dağlama yapılır. Dağlama süresi birkaç saniyedir. İşlem gözle kontrol edilir.
50 mℓ $Na_2S_2O_3$ 1g $K_2S_2O_5$	**Klemm çözeltisi,** Zn ve Pb alaşımları için kullanılır. Numune çözeltiye daldırılır, yüzeyinde renklenme oluncaya kadar yavaşça hareket ettirilir. Bu süre genelde 30 s kardardır.
100 mℓ H_2O 20 g CrO_3 1.5 g Na_2S0_4 (susuz) veya 3.5 g Na_2S0_4.10 H_2O	**Palmerton çözeltisi,** saf Zn ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Hazırlanması zordur. Deformasyonlu bölgenin uzaklaştırılması zor olduğundan yanlış mikro yapıların ortaya çıkması oldukça yaygındır. Dağlama, numunenin çözeltiye birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar daldırıması ile yapılır.

Ti ve alaşımları

100 mℓ damıtık su 1-3 mℓ HF 2-6 mℓ HNO_3	**Kroll dağlayıcısı,** Ti ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune dağlama çözeltisi içerisindeki bez ya da pamuğa 3-10 s süreyle sürülerek veya 10-30 s süreyle çözeltiye daldırılarak yapılır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
200 mℓ damıtık su 1 mℓ HF	Ti, Zr ve alaşımları için uygun bir dağlayıcıdır. Numune dağlama çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek veya daldırılarak dağlanır. Daha yüksek konsantrasyonlardaki dağlayıcılar kullanılabilir. Ancak numune yüzeyinde lekelenmelere yol açabilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
30 mℓ laktik asit 15 mℓ HNO_3 30 mℓ HF	Ti alaşımları için kullanılır. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa 30 s süreyle sürülerek dağlanır. Alfa ve beta alaşımları için uygundur. İşlemden sonra çözelti depolama yapmadan imha edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
10 mℓ HF 5 mℓ HNO_3 85 mℓ H_2O	Ti ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa 60 s süreyle sürülerek dağlanır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
60 mℓ propionik asit 2 mℓ HNO_3 10 mℓ HF	Ti ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Özellikle Beta Ti'nin dağlanmasında etkilidir. Numunenin çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlanır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

4 damla HF 2 damla HNO_3 6 mℓ HCl 50 mℓ gliserin	Ti-Si alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa 20 s süreyle sürülerek dağlanır. İşlem gözle kontrol edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
2 mℓ HF 5 mℓ H_2O_2 (%30) 100 mℓ H_2O	Ti ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye 60 s süreyle daldırılarak dağlanır. Numunede renklenme veya lekelenme görülmez. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunde cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
Demir ve çelik	
90-99 mℓ metanol veya etanol 1-10 mℓ HNO_3	**Nital,** Fe-C ve alaşımlı çelikler ile çoğu dökme demirler için en yaygın kullanılan dağlayıcıdır. Ferrit tane sınırı ve genel ferritik yapıyı ortaya çıkarır. Yüksek alaşımlı su verilmiş ve hafif temperlenmiş çelikte ilk östenit tane sınırlarını ortaya çıkarır. Martenzitik yapı için mükemmel bir dağlayıcıdır. %2-3'lük çözelti çok yaygın kullanılmaktadır. %5-10'luk çözelti ise yüksek alaşımlı çelikler için kullanılır. Dağlama genelde numunenin çözeltiye yaklaşık 1 dakikaya kadar daldırıması veya çözelti içerisindeki bez veya pamuğa sürülmesi ile yapılır. Nitrik asitin patlayıcı etkisinden dolayı %10'un üzerinde kullanılmamalıdır. Dağlama sonrası perlitik yapı daha koyu görünür ve perlit-ferrit fazları arasında renk kontrastı oluşturur. Ferrit tane sınırlarını net olarak ortaya çıkarır. Ferrit ve martenzitik yapıları belirgin hale getirir. **Not:** %3'ten fazla HNO_3 içeren çözeltiler depolanmaz.
1-5 mℓ HNO_3 99-95 mℓ etanol	**Nital,** genelde %2'lik çözelti yaygın olaral kullanılır. Ferrit tane sınırlanı ortaya çıkarmada etkilidir. Numune yüzeyi yukarı olacak şekilde ve numune hafifçe hareket ettirilerek yaklaşık 10-20 s süreyle dağlama yapılır. Perlitik yapı için homojen dağlama yapamadığından Nital kullanımı tavsiye edilmez. %2'lik Nital martenzitik yapıyı ortaya çıkarmada kullanılır. Bu dağlayıcı iğne ve levha tipi martenzitin dağlanmasında da kullanılır. Levha martenzit yapı içerisinde kalıcı östenit levhalar arasında beyaz renkte görünür. Dağlayıcı, hafif temper martenzit yapının dağlanması için de etkidir.
0.5-5 mℓ HNO_3 100 mℓ amil alkol	**Amil Nital,** perlitik çelikler ve galvanizli çeliklerde düşük konsantrasyonlar kullanılır. Dağlama çeker ocak içerisinde yapılır. Bazen Nitalden daha hassastır. Çözelti depolanmaz her zaman taze olarak hazırlanır.
100 mℓ etanol 1 g pikrik asit 5 mℓ HCl	**Pikral,** perlitik veya beynitik mikro yapya sahip tavlanmış çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Tavlanmış numunelerde ferrit tane sınırlarını ortaya çıkaramaz. Çözeltiye 10-20 damla zefiran klorür ilavesi dağlama kalitesini artırır. Yüksek alaşımlı çeliklerde 1-5 ml HCl ilavesi dağlamayı etkinleştirir. Dağlama, numunenin çözeltiye daldırılması ile yapılır. Paslanmaz çeliklerde karbürler, sigma fazı ve delta ferrit yapılarını belirgin hale getirir. Martenzitin dağlanmasında da kullanılır.
100 mℓ etanol 4 g pikrik asit	Genellikle bir üstte verilen seyreltik çözelti yaygın olarak kullanılır. Çoğu paslanmaz çelikler için genel amaçlı dağlayıcıdır. Bütün karbon çelik kaliteleri için kullanılabilir. Dağlama, numune çözelti içerisindeki bez veya pamuğa birkaç saniyeden bir dakika veya biraz daha uzun bir süre ile sürülerek yapılır. Ferrit tane sınırlarını Nital kadar olmasa da ortaya çıkarır. Fe_3C karbürlerin ortaya çıkarılmasında kullanılır. Östenit sınırlarında önce hafif reaksiyon oluşur, karbürlerin varlığını gösterir. İnce perlit, martenzit, temperlenmiş martenzit ve beynitik yapılarda iyi ayırım yapar.

25 mℓ asetik asit 15 mℓ HNO_3 15 mℓ HCl 5 mℓ H_2O	Fe-Al alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözelti içerisindeki bez veya pamuğa sürülerek dağlanır. Dağlama süresi birkaç saniyedir. Daima taze çözelti kullanılmalı, depolanmamalıdır.
100 mℓ etanol 10 g pikrik asit	**Süper Pikral,** yüksek alaşımlı çelikler, takım çelikleri, paslanmaz çelikler ve küresel grafitli dökme demir gibi birçok dökme demirin dağlanmasında kullanılan bir dağlayıcıdır. Perlitik veya beynitik mikro yapıya sahip çelikler için tavsiye edilir. Pikrik asit doyma sınırının üzerinde olduğu için çözeltiye alma için ısıtılması gereklidir. Dağlama numunenin çözeltiye daldırılarak 60 saniye kadar bekletilmesi ile yapılır.
100 ml amil alkol 5 g pikrik asit	**Goerens amil Pikral,** çok ince yapılı perlitin dağlanmasında tavsiye edilir. Numune çeker ocak içerisinde veya uygun bir koruyucu içerisinde dağlanmalıdır. Çözelti depolanmamalıdır**.**
1 mℓ doymuş sulu pikrik asit çözeltisi $[(C_6H_2OH\ (NO_2)_3)]$ 10 mℓ nemlendirici (sodyum dodesil benzen sülfat) $(C_{18}H_{29}NaSO_3)]$	**Pikrik asit çözeltisi**, karbon çelikleri ve düşük alaşımlı çelikler için kullanılır. Parlatılmış yüzeylere uygulanır. Dağlama 55°C ilâ 60°C sıcaklıklarda birkaç saniye süreyle yapılır. Tane sınırlarını ve çökelmeleri ortaya çıkarır.
96 mℓ etanol 4 g pikrik asit 5 damla %17 zefiran (benzalkonium klorit) her 75 mℓ çözelti için	**%4'lük Pikral,** perlitik yapının ortaya çıkarılmasında etkili bir dağlayıcıdır. Yapı içerisindeki oksitleri ortaya çıkarmada kullanılır. Bunun için 20 saniyeden daha az süre dağlamak yeterlidir. Pikral kullandıkça özellikleri iyileşen birkaç dağlayıcıdan biridir. Yaygın kullanımı, çözelti içerisine birkaç küçük çelik parçası ilave edip dağlayıcı koyu yeşile dönünceye kadar yaşlandırmaktır. Bu işlem dağlama süresini perlit veya Fe_3C karbürler için 20 s gibi daha sabit hale getirir. Dağlayıcı depolanarak daha sonra kullanılabilir. İçerisinde %5'ten fazla Cr ihtiva eden çeliklerde her 100 ml çözelti için 5 damla HCl ilavesi gerekir.
Çözelti A 98 mℓ etanol 2 mℓ HNO_3 **Çözelti B** 20 g sodyum metabisülfit 100 mℓ H_2O	Östenitik Mn çeliklerinin dağlanmasında kullanılır. Numune A çözeltisi ile 5 s kadar dağlanır, durulanır ve kurutulur. Daha sonra B çözeltisi ile yüzey kararana kadar dağlanır. Çok iyi tane renk kontrastı verir ve yüzeyde karbürisasyon derinliğini ortaya çıkarır.
% 2'lik Nital ve % 4'lük yaşlandırılmış Pikralin eşit oranda karışımı, 96 mℓ etanol, 4 g pikrik asit, 5 damla %17 zefiran (benzalkonium klorid) her 75 mℓ çözelti için	**%2 Nital/%4 Pikral, %4 Pikral daha sonra %2 Nital çözeltisi**, ferrit ve perlit sınırlarını göstermede kullanılır. Numune % 4'lük Pikral içerisine 20 s süreyle daldırılarak dağlanır. Alkol içerisinde durulanır ve kurutulur. Daha sonra numune %2'lik Nital ile 10-15 s dağlanır.
2 g $(NH_4)_2S_2O_8$ 2 mℓ HF 50 mℓ asidik asit 150 mℓ H_2O	**Rigsbee ve Vander Arend çözeltisi,** çift fazlı çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Martenzit koyu bir renk alırken östenit ferritten daha açık renkli görünür. Numune çözeltiye daldırma suretiyle dağlanır. Dağlama gözle takip edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

120 mℓ etanol veya metanol 10 mℓ $FeCl_3$ (%60 W/V) 30 mℓ HCl	Karbon çelikleri ve düşük alaşımlı çeliklerin genel amaçlı dağlanmasında kullanılır. Yüzey 2 µm veya daha ince elmas ile parlatılmış olmalıdır. Dağlama ortam sıcaklığında çözeltiye numuneyi bir kaç saniye süreyle daldırarak yapılır.
25 g FeCl, 25 mℓ HCl 100 mℓ H_2O	Martenzitik çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Dağlama numunenin oda sıcaklığındaki çözeltiye daldırılması ile yapılır. İşlem süresi gözle kontrol edilir.
A Çözeltisi 5 mℓ H_2SO_4 8 g oksalik asit (beyaz kristal) 100 mℓ su **B Çözeltisi** H_2O_2 (%30'luk)	**Marshall çözeltisi,** çok etkili bir dağlayıcıdır. Özellikle düşük karbonlu çeliklerin tane sınırlanı net olarak ortaya çıkarmada kullanılır. Ferrit tane sınırlarını ve soğuk işlem görmüş yapıların dağlanmasında etkilidir. Perlit koloni sınırlarını ortaya çıkarmada kullanılan mükemmel bir dağlayıcıdır. Ayrıca tane sınırı sementit partiküllerini ve ilk östenit tane yapısını net olarak gösterir. Düşük karbonlu martenzitik çelikler ile yeniden kristallenmiş malzemedeki tane yapısının ortaya çıkarılmasında da etkilidir. A çözeltisi hazırlanırken sülfürik asit, suya karıştırılırken aynı zamanda da karıştırma yapılır. İşlem sırasında çok az bir ısı artışı olur. Ilık çözeltiye oksalik asit kristalleri ilave edilir. Kullanmadan hemen önce A ve B çözeltileri birbirine eşit oranda karıştırılır. Numune1-3 s süreyle çözeltiye daldırılır. Daima taze hazırlanmış çözelti kullanılmalıdır. Zira çözelti etkinliği çok kısadır. Marshall çözeltisi kullanıldığında numunenin parlatılmış yüzeyi daima çözelti yüzeyine dik (düşey) gelecek şekilde dağlama yapılmalıdır. Bu şekilde uygulama, dağlama oyuk oluşumunu engelleyecektir. Dağlamanın gerçekleşmemesi durumunda numune önce 3 s kadar %2'lik Nital ile daha sonra marshall çözeltisi ile dağlanır. Bazan marshall ile dağlandıktan sonra da 20 s kadar Nital ile dağlamak gerekebilir. Bu işlem tane sınırlarının net olarak ortaya çıkmasına sebep olur.
100 mℓ ethanol 5 mℓ HCl 1 g pikrik asit	**Vilella çözeltisi,** Pikral veya süper Pikral çözeltilerine benzer şekilde kullanımı tavsiye edilir. Ferrit-karbür yapısını ortaya çıkarmada etkilidir. Tane renk kontrastı ve ilk östenit tane boyutunu belirlemede kullanılır. 300-500 °C'de temperlenmiş martenzitik yapı için çok uygundur. Bazen yüksek alaşımlı çeliklerde ilk östenit tane sınırlarını ortaya çıkarır. Çelikte diğer bileşenlerin de net olarak görünmesini sağlar. Takım çelikleri, martenzitik çelikler ve beyaz dökme demir için uygun bir dağlayıcıdır.
100 mℓ amil alkol 0.5-5 mℓ HNO_3	**Amil Nital** olarak bilinen çözelti perlitik çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Daha düşük konsantrasyonlar galvanizli çelikler için uygundur. Çeker ocak altında kullanılması tavsiye edilir. Çözelti depolanmamalı, kullanımdan sonra hemen bertaraf edilmelidir.
20 mℓ HNO_3 10 mℓ H_2SO_4 70 mℓ H_2O	Döküm alaşımı çeliklerde ilk östenit tane sınırını ortaya çıkarmada kullanılır. Numune çeker ocak altında 5-20 s süreyle çözeltiye daldırılarak dağlanır. Yüzeyde oluşan kararma akan su altında bir pamukla temizlenir.
Doymuş pikrik asit + Çok az ıslatıcı	**Bechet and Beaujard dağlayıcısı,** ilk östenit tane sınırlarını ortaya çıkarmada oldukça etkilidir. Martenzitik ve beynitik çelikler için de uygundur. Birçok ıslatma ajanı kullanılabilir. Bunlardan en başarılısı sodyum tridesilbenzen sülfattır (dedoksil versiyonu temini en kolayıdır ve başarı ile kullanılır). 20-100°C sıcaklık aralığında kullanılır. Numune 2-60 dakika süreyle çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek veya doğrudan çözeltiye daldırılarak dağlanır. Ultrasonik temizleyci içerisinde dağlanabilir. İlave olarak yüksek alaşımlı çeliklerin dağlanmasında her 100 ml için 0.5 $CuCl_2$ veya %1 HCl ilave edilir. Oda sıcaklığında dağlama en yaygın olanıdır. Yüzey düzgünlüğü için dağlamadan sonra hafif parlatma gerekebilir.

150 mℓ damıtık su 50 mℓ HCl 25 mℓ HNO_3 1 g $CuCl_2$	%18 Ni maryaşlandırma çeliği, martenzitik ve PH paslanmaz çelikler için uygundur. Numune çözeltiye uygun bir süre daldırılarak dağlanır.
15 mℓ damıtık su 20 mℓ HCl 65 mℓ etanol 1 g $CuCl_2$	Martenzitik çelikler ile yüksek hız çeliklerinin dağlanmasında kullanılır. Dağlama numunenin çözeltiye daldırılması ile yapılır.
90 ml etanol 2.5 g $FeCl_3$ 5 g pikrik asit 2 mℓ HCl	İçerisinde yüksek miktarda Cr ihtiva eden dökme demirlerin dağlanmasında kullanılır. Dağlama oda sıcaklığında numunenin çözelti içerisine daldırarak yavaş hareketlerle 15 s tutulması ile yapılır.
100 mℓ H_2O 25 g NaOH 2 g pikrik asit	**Alkali sodyum pikrat çözeltisi.** Çözelti kaynama noltasına getirilir, ancak kaynatılarak kurutulmasına müsaade edilmez. Dağlama süresi yaklaşık 5-10 dakikadır. Dağlayıcının bakalite çözücü etkisinden dolayı epoksi kalıplama tercih edilmelidir. Perlitik yapıyı ortaya çıkarır, sementitte renk değişimene sebep olurken % 10 ve daha fazla Cr içeren karbürlerde herhangi bir değişim görülmez. Dağlayıcı yapıdaki sülfürlere de etki eder, çelik tane sırınlarını da renk değişimi meydana getirerek belirgin hale getirir.
15 mℓ HCl 10 mℓ asetik asit 5 mℓ HNO_3 2 damla gliserin	**Asetik glyceregia,** yüksek alaşımlı paslanmaz çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Her seferinde taze çözelti hazırlanmalı ve depolanmamlıdır.
100 mℓ H_2O 100 mℓ etanol 100 mℓ HCl 5 g $CuCl_2$	**Bakır klorür çözeltisi 2,** özellikle ferritik ve martenzitik paslanmaz çelikler için elekrolitik dağlamasına alternatiftir. Uzun süreli dağlama işlemi ile bozulabilecek olan östenitik tane sınırları için daha az etkindir. Karbürler için etkin değildir. Dağlama sıcaklığı ortam sıcaklığı olup, numune yüzeyi 1 μm veya daha ince elmas parlatma ile hazırlanmalıdır. Dağlama süresi 10 saniyeden bir kaç dakikaya kadardır. Dağlama işleminden sonra numune yüzeyinde birikmiş bakırların giderilmesi için yıkanmalıdır.
30 mℓ damıtık su 25 mℓ etanol 40 mℓ HCl 5 g $CuCl_2$	**Fry çözeltisi,** çeliklerde soğuk deformasyonun tespitinde kullanılır. 1000#'lik veya daha ince parlatılmış yüzey kalitesi istenir. 150-200^{o}C de yaşlandırılmış çeliklerde ve karbonlu çeliklede iyi sonuç verir. Dağlama, numunenin çözeltiye daldırılması ile yapılır. Dağlama sonrası numune yüzeyinde bakır birikintilerinin giderilebilmesi için yıkanmalıdır.
100 mℓ etanol 20 mℓ H_2O 1 mℓ HCl 4 g $MgCl_2$ 1 g $CuCl_2$	**Magnezyum-bakır klorür çözeltisi,** karbon çelikleri ve düşük alaşımlı çelikler için uygun bir dağlayıcıdır. Numune yüzeyi 3 μm veya daha ince elmas ile parlatılmalıdır. Dağlama oda sıcaklığında 60 s süreyle yapılır. Dağlamadan sonra yapılacak hafif bir parlatma işlemi (1 μm) çok iyi renk kontrastı sağlar. Dağlayıcının güvenli raf ömrü 2 h kadar olup, kullanıldıktan sonra hemen bertaraf edilmelidir. Çözelti hazırlanırken tuzlar az miktardaki sıcak suda çözülmeli ve daha sonra etil alkol ile seyreltilmelidir.
100 mℓ H_2O 10 mℓ CrO_3	**Kromik asit çözeltisi,** elektrolitik dağlaycıdır. Östenitik tane sınırları, σ fazı ve karbürleri ortaya çıkarmada kullanılır. Genel amaçlı dağlamalar için elektrolitik dağlama 3 voltta yapılır. Karbürlerin analizi için dağlama iki aşamada yapılır. Önce 1v, daha sonra 3 v ile yapılır. Yüzey hazırlığı 1 μm veya daha ince elmas parlatma ile yapılmalıdır. Dağlama ortam sıcaklığında 10 s ile 1 dakika arasında yapılır. Dağlayıcının güvenli raf ömrü bir kaç gündür.

100 mℓ damıtık su 1-4 g $K_3Fe(CN)_6$ 10 g KOH veya 7 g NaOH	**Murakami çözeltisi II,** olarak bilinir. Taze çözelti kullanılmalıdır. Numune kaynar halde 15 dakika süreyle dağlanır. Sementit siyah, perlit kahverengi renkte görünür
100 mℓ etanol 1-5 mℓ HCl	**Alkollü hidroklorik asit çözeltisi**, karbon çelikleri, düşük alaşımlı çelikler ve paslanmaz çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Yüzey 3 μm veya daha ince elmas ile parlatılarak hazırlanmalıdır. Dağlama oda sıcaklığı veya 40-50°C'de olup, süresi bir kaç saniye ile 1 dakika arasında değişmektedir. Çözelti hazırlamada C_2H_5OH'ye HCl ilâve edilir.
100 mℓ doymuş $KMnO_4$ 19 g KOH	**Klemm çözeltisi**, temper gevrekliği gösteren çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Dağlama 70°C'de yaklaşık 60 s süreyle yapılır. Dağlanmış yapı optik mikroskobun karanlık alan aydınlatması ile daha rahat görünür.
50 mℓ doymuş $Na_2S_2O_3$ 1 g $K_2S_2O_5$	**Klemm I çözeltisi**. Numune oda sıcaklığında yüzeyde renk oluşuncaya kadar çözeltiye daldırılır (asla çözelti içerisindeki bez veya pamuğa sürülerek dağlama yapılmaz). Çelik içerisindeki renkli ferrit için uygundur. Yapıdaki P segregasyonunu (açık renkli) ve aşırı ısıtmayı gösterir. Dağlama süresi 40-100 s kadardır. Düşük alaşımlı dökme demirlerde renkli ferrit (mavi veya kırmızı) ve martenzit (kahverengi) için genelde 3 dakikaya kadar dağlama gerekir. Nital ile ön dağlama faydalı olabilir. Sementit ve östenite etki etmez.
50 mℓ doymuş $Na_2S_2O_3$ 5 g $K_2S_2O_5$	**Klemm II dağlayıcı.** Çelik numuneler 20°C'de 30-90 s süreyle çözeltiye daldırıldığında P segregasyonunu ortaya çıkarır. Östenitik Mn çeliklerinde gama fazı sarı kahverengi arası görülürken, alfa martenzit koyu kahverengi renkte görünür. Östenitik mangan çelikleri için iyi bir dağlayıcıdır.
80 mℓ damıtık su 10 g KOH 10 g $K_3Fe(CN)_6$	**Murakami dağlayıcısı**. Dağlama Ti kaplı çeliklerde numunenin çözeltiye yüzeyde renk değişimi oluncaya kadar daldırılması ile yapılır.
100 mℓ H_2O 1 g N_2MoO_4	**Beraha renklendirici dağlayıcı,** takım çeliklerlinin dağlanmasında kullanılır. Sementitin ortaya çıkarılmasında kullanılan bir dağlayıcıdır. 0.2-0.3 g $NH_4F.HF$ (amonyum biflorür) ilave edilir. pH'ı 2.5-3.0 oranına çekebilmek için NHO_3 ilave edilir. Numune Pikral ile ön dağlamaya tabi tutulur. Fe_3C sarı-yeşil bir renk alır. Numune çözeltiye 60 s kadar daldırılır. Asla bir bez ya da pamuğa sürülerek dağlama yapılmaz.
100 mℓ su, 3 g potasyum metasülfit, 2g sülfamik asit)	**Bahara sülfamik asit çözeltisi ile renklendirme dağlayıcısı**. Çeşitli çözelti işlemi uygulanmış çelikler ile dövülebilir Hadfield Mn çeliğinde ikiz tane yapısının görünümü için kullanılır.
100 mℓ H_2O 3 g $K_2S_2O_5$ 10 g susuz $Na_2S_2O_3$	**Beraha renklendirici dağlayıcı,** takım çeliklerinin dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye yüzeyde kırmızımsı mor renk alıncaya kadar daldırılır. Asla bir bez ya da pamuğa sürülerek dağlanmaz. Ferit, martenzit, beynit ve perlit renklenirken sementit etkilenmez.
100 mℓ H_2O 10 g $Na_2S_2O_3$ (potasyum tiyosülfat) 3 g $K_2S_2O_5$	**Beraha dağlayıcı,** ferrit tane sınırlarının ortaya çıkarılmasında etkili bir dağlayıcıdır. Numune 3 s süre ile Nital ile ön dağlamaya tabi tutulur. Daha sonra parlatılmış yüzey üstte kalacak şekilde ve hareket ettirilmeden beraha dağlayıcı ile 45 s kadar dağlanır. Su ile durulanır, alkolle yıkanıp kurutulur. Numune az veya fazla dağlanırsa, 0.3 alüminyum oksitle 15 s, daha sonra silisyum dioksit ile 45 s kadar parlatılır ve tekrar dağlanır.

100 mℓ etanol 2 mℓ HCl 0.5 mℓ H_2SeO_4	**Beraha Selenik asit dağlayıcı I.** Dökme demir, çelik ve takım çeliklerinin dağlanmasında kullanılır. Daha iyi sonuç için Nital ile ön dağlama tavsiye edilir. Numune yaklaşık 6 dakika süreyle yüzeyde renklenme başlayıncaya kadar çözeltiye daldırılır. Dağlama ile sementit kırmızımsı mor, ferrit sarı veya kahverengi, fosfor mavi-yeşil renk alır.
100 mℓ ethanol 5-10 mℓ HCl 1-3 mℓ H_2SeO_4	**Beraha Selenik asit dağlayıcı II.** Dağlama genelde numunenin 20°C'de 1-10 dakika süreyle çözeltiye daldırılması ile yapılır. Karbür veya nitrürlerin görünümü sarı veya açık kahverengi renkte olurken, delta ferrit yapısı turuncudan kırmızıya doğru bir renkte görülür. Daha yüksek kalite alaşımlar için 20-30 ml HCl kullanılır. Çözeltiye daldırma süresi HCl artışı ile düşer.
100 mℓ etanol 1 g iyot 1 damla HCl	Özellikle kalay kaplı çeliklerin genel yapısını göstermede kullanılır. Numune çözeltiye uygun bir süre daldırılarak dağlanır. Dağlama gözle kontrol edilir.
150 ml damıtık su 2 g amonyum per sülfat 2 mℓ HF 50 mℓ asetik asit	Çift fazlı çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Martenzit yapı dağlama neticesinde kararırken, kalıntı östenit ferritten daha açık renkli görünür. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
400 mℓ damıtık su 5 mℓ HCl 10 g $FeCl_2$ 10 mℓ zefiran klorür	Martenzitik çelikler ve yüksek kromlu çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Numune çözelti içerisinde bulunan bir bez veya pamuğa 15 s sürülerek dağlanır. Temperlenmiş martenzit ve yapıdaki diğer difüzyon kontrollü dönüşümlere etki eder.
25 mℓ H_2O 3 g $[(NH_4)_2CuCl_4.2H_2O]$ 50 mℓ HCl 15 g demir $FeCl_3$	**Adler dağlayıcısı**, karbon çelikleri ve düşük alaşımlı çelikler için kullanılır. Dağlama süresi 5-10 s kadardır. Dağlama ortam sıcaklığında yapılır. H_2O'ya $[(NH_4)_2CuCl_4.2H_2O]$ eklenir (a), HCl'ye $FeCl_3$ eklenir (b). Her ikisi karıştırılır ve daha sonra (b) (a)'ya eklenir.
100 mℓ HCl 120-140 mℓ etanol 8 g FeCl 7 g $CuCl_2$	Takım çeliklerinin dağlanmasında kullanılır. İlk östenit tane sınırlarını ortaya çıkarır. Numune çözeltiye 10-120 s süreyle daldırılarak dağlanır. Yüzeyde oluşan gri tabaka %4 lük alkolik HCl ile nemlendirilen pamukla giderilir.
45 g Na_2CO_3 55 mℓ H_2O 10 g $Na_2Cr_2O_7$	**Beaujard renklendirme dağlayıcısı.** Çözelti yaklaşık 100°C sıcaklıkta olmalıdır. Dağlama süresi numune yüzeyi gözle kontrol edilerek belirlenmelidir.
5 g $CuSO_4$ 20 mℓ H_2O 25 mℓ HCl	Çelik için kullanılan yaygın bir dağlayıcıdır. Dağlama nununenin çözeltiye uygun bir süre daldırılması ile yapılır. İşlem gözle kontrol edilir.
700 mℓ etil alkol 120 mℓ damıtık su 80 mℓ perklorik asit 100 mℓ $C_6H_{14}O_2$	Karbon ve değişik özellikteki HS çeliklerinin parlatılması ve dağlanmasında kullanılan elektrolittir. Parlatma süresi 30-40V dc akımda 60-90 s, dağlama süresi 5-10V dc akımda 20 s kadardır.
80 mℓ H_2O 20 mℓ H_2SO_4 10 g NH_4SCN	**Tiyosiyanat çözeltisi,** elektrolitik dağlayıcıdır. Yüzey parlatma için 3 μm veya daha ince elmas parlatıcı tercih edilir. Genel amaçlı iyi bir dağlayıcıdır. Dağlama 1,5 V'den 2,0 V akımda ortam sıcaklığında bir kaç saniye süreyle yapılır. Dağlamanın olup olmadığı gözle kontrol edilir.
100 mℓ damıtık su 25 g NaOH 2 g pikrik asit	**Alkali sodyum pikrat elektrolitik dağlayıcı**. McQuaid-Ehn karbürize numunelerin dağlanması için çok uygun bir dağlayıcıdır. Sementit fazlarını karartır. Kaynar dağlayıcı 1-15 dakika süreyle kullanılabilir veya 6 V dc, 0.5 A/in^2 akım yoğunluğunda 30-120 saniyede elektrolitik olarak dağlanır. Paslanmaz çelik katot kullanılabilir. Yüksek karbonlu çeliklerde görünür tane sınırı filmi yoksa ilk östenit tane sınırlarını ortaya çıkarır.

50 mℓ H_2O 50 mℓ HNO_3	**Nitrik asit çözeltisi**, elektrolitik dağlayıcısıdır. Numune yüzeyi 2 μm veya daha ince elmas ile parlatılır. Numune oda sıcaklığında 3V-6V akımda elektrolitik olarak dağlanır. Dağlama birkaç saniyede gerçekleştirilir. Yüzeydeki mevcut filmin giderilmesi için numune çözeltiye daldırılır.
Düşük karbonlu çeliklerde kaynaklı yapılar	
100 mℓ etanol 1-10 mℓ nitrik asit	**Nital,** çok yoğun kullanılan bir dağlayıcıdır. Numune birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar çözeltiye daldırılarak dağlanır. Nitrik asit patlayıcı etkisinden dolayı % 10'un üzerinde kullanılmamalıdır.
100 mℓ etanol 2-4 g $C_6H_3N_3O_7$	**Pikral,** yüksek alaşımlı ve yüksek karbonlu çeliklere uygulanır. Yoğun kullanılan bir dağlayıcıdır. Dağlayıcının patlama etkisine karşı kurumasına müsade edilmememlidir.
80 mℓ etanol 10 mℓ nitrik asit 10 mℓ HCl 1 g $C_6H_3N_3O_7$	Yüksek karbonlu çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Tane sınırlarını ortaya çıkarır. Numune birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar çözeltiye daldırılarak dağlanır.
100 mℓ etanol (C_2H_5OH) 1 mℓ HCl 4 g pikrik asit [$C_6H_2OH(NO_2)_3$]	**Hidroklorik pikrik asit çözeltisi**. Isıdan etkilenmiş bölge (ITAB), kaynak ve esas metalin mikro yapısı ve özellikle çok ince yapılar için etkindir. Ferrit tane sınıları için Nitalden daha az etkilidir. Yüzey hazırlama için 3 μ veya daha ince elmas parlatma istenir. Dağlama ortam sıcaklığında 10 saniyeden bir kaç dakikaya kadar süre gereklidir.
100 mℓ su 10 g amonyum peroksodisülfat [$(NH_4)_2S_2O_8$]	**Amonyum peroksodisülfat çözeltisi.** Karbon çelikleri ve düşük alaşımlı çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Özellikle ısıdan etkilenmiş bölgenin (ITAB) büyüklüğü ve çok pasolu kaynaklarda mikroskobik özellikleri belirlemede kullanılır. Dağlama süresi 2-3 dakika, dağlama sıcaklığı, ortam sıcaklığıdır. Numune yüzeyinin 6 μm veya daha ince elmas ile parlatılarak hazırlanması gereklidir.
20 mℓ damıtık su 15 mℓ HCl 1 g $CuCl_2$ 5 g pikrik asit 135 mℓ etanol	**Noren çözeltisi,** kaynaklı yapılarda meydana gelen çatlamaların tespitinde kullanılır. Numene çözletiye uygun bir süre daldırılarak dağlanır. Dağlama gözle kontrol edilir.
100 mℓ damıtık su 20 g F_2H_5N 0.5 g $K_2S_2O_5$	**Renklendirme dağlayıcısıdır**. Östenitik paslanmaz çelik ve kaynaklı yapılarının dağlanmasında kullanılır. Kaynaklı yapıda delta ferritin ortaya çıkmasını sağlar. Dağlama numunenin çözeltiye 1-2 dakika süreyle daldırılması ile yapılır.
Kaplanmış çelikler, çinko kaplamalı ve Al kaplı çelikler	
1 mℓ HNO_3 (konsantre) 99 mℓ amil alkol	**Amil Nital,** yüksek Al alaşımı ile galvanizlenmiş veya galvanizli çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Dağlama daldırma yoluyla yeterince kontrast elde edilinceye kadar yapılır.
50/50/50 Eşit oranda H_2O, HNO_3 ve HCl karışımı	Hassaslaştırılmış paslanmaz çeliklerin mikro yapılarını ortaya çıkarmada kullanılır. 50 ml soğuk su, 50 ml nitrik asit birbirine katılır. Oda sıcaklığının daha altına soğutulur ve yavaş yavaş 50 ml HCl ilave edilir. Çözelti berrek bir görünümde olmalıdır.
2 mℓ HNO_3 (Konsantre) 98 mℓ etanol	**Nital,** Al esaslı kapalama yapılmış çeliklerin dağlanmasında kullanılır.
200 g CrO_3 15 g H_2SO_4 H_2O ilavesi ile 1 ℓt'ye tamamlanır.	Galvanizli çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Tane yapılarını ortaya çıkarır.

Paslanmaz çelikler	
1 birim HNO_3 1 birim HCl 1 birim H_2O	Birçok paslanmaz çelik için genel amaçlı dağlayıcıdır. Homojen dağlama ve lekelenmeye karşı çözelti dağlama süresince karıştırılır. Yapıdaki detayları ortaya çıkarır ve tane yapısının görünmesine neden olur. Dağlayıcı depolanabilir.
2 birim gliserin 2 birim HCl 1 birim HNO_3	Östenitik paslanmaz çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Reaksiyon HCl oranı artırılarak veya bir birim %3'lük H_2O_2 ilavesi ile hızlandırılabilir. Dağlama numune çözeltiye daldırılarak yapılır ve işlem gözle kontrol edilir.
30 mℓ gliserin 20 mℓ HCl 10 mℓ HNO_3	**Glyceregia,** ferritik paslanmaz çeliklerin dağlanmasında kullanılan bir dağlayıcıdır. Numune çözeltiye yeterli kontrast elde edilinceye kadar daldırılarak dağlanır. Çözelti depolanmaz.
3 birim HCl 2 birim gliserin 1 birim HNO_3	**Glyceregia,** östenitik paslanmaz çelikler için kullanılır. Tane yapısını ortaya çıkarır ve ana hatlarıyla sigma ve karbür fazlarını gösterir. Numune çözelti içerisindeki bir bez veya pamuğa sürülerek dağlanmalıdır. Çözelti her seferinde taze hazırlanmalı ve depolanmamlıdır.
20 mℓ gliserin 20 mℓ HCl 10 mℓ HNO_3 (5 mℓ asetik asit)	Paslanmaz çeliklerin, özellikle de 18/8 veya 18/10 paslanmaz çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Karbürler Pikral ile daha net hale getirilir. Çözeltiye 5 mℓ asetik asit ilave de edilebilir.
100 mℓ etanol 100 mℓ HCl 5 g $CuCl_2$	**Kalling 2 nolu çözelti** (susuz kalling). Östenitik veya dubleks paslanmaz çelikler ile martenzitik paslanmaz ve maraging çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Ferrite kolayca etki ederken östenite çok az, karbürlere ise hiç etki etmez. Numune 20°C'deki çözelti içerisindeki bir bez veya pamuğa sürülerek veya çözeltiye daldırılarak dağlanır. Çözelti depolanabilir.
100 mℓ damıtık su 10 g $K_3Fe(CN)_6$ 10 g KOH veya 7 g NaOH	**Murakami çözeltisi,** genellikle ferritik paslanmaz çeliklerde östenitlere oranla daha iyi dağlama yapar. 20°C'de 7-60 s süre ile dağlama genelde yeterlidir. 3 dakika dağlama sigma karbürlerin hafifçe görünmesine sebep olur. 80°C'de kaynar çözelti ile 2-60 dakika dağlama ile karbürler siyah, sigma fazı mavi (her zaman etki etmeyebilir), ferrit yeşil veya yeşil-kahverengi renkte görünürken, östenit dağlamadan etkilenmez. Her zaman homojen dağlama sağlamayabilir.
50 mℓ HNO_2 50 mℓ HF	**Flonitrik asit çözeltisi 1,** paslanmaz çeliklerde genel yapıyı oraya çıkarır. Numune 2 μm veya daha ince elmas ile parlatılmış olmalıdır. Dağlama sıcaklığı ortam sıcaklığı, dağlama süresi ise 5-30 dakikaya kadardır. Numune çözeltiye daldırılarak dağlanır. Her seferinde taze dağlayıcı kullanılmalı ve depolanmamalıdır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
100 mℓ H_2O 10 mℓ HNO_3 100 mℓ HF	**Flonitrik asit çözeltisi 2,** paslanmaz çeliklerde kullanılır. Numune 2μm veya daha ince elmas ile parlatılmalıdır. Dağlama ortam sıcaklığında, 1-15 dakikaya kadar daldırmayla suretiyle yapılır. Her zaman taze dağlayıcı kullanılmalıdır. Dağlayıcı depolanmaz. Kullanımdan sonra hemen bertaraf edilmelidir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

1 birim damıtık su 1 birim HNO_3 1 mℓ HCl	Birçok paslanmaz çeliğin genel amaçlı dağlanmasında kullanılır. Homojen ve lekesiz dağlama için çözelti, dağlama süresince karıştırılır veya numune sürekli hareket ettirilerek çözeltinin karışarak sürekli numune yüzeyine taze çözelti gelmesi sağlanır. HCl miktarında değişiklik yapılabilir. Dağlama bir çeker ocak içerisinde yapılır. Her seferinde taze çözelti kullanılır. Kullanılan reaktif depolanmaz ve hemen bertaraf edilir.
32 mℓ damıtık su 33 mℓ etanol 33 mℓ HCl 1.5 g $CuCl_2$	**Kalling 1 çözeltisi,** martenzitik paslanmaz çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Ferrit renklenir ancak östenit etkilenmez. Numune oda sıcaklığındaki çözeltiye daldırılarak dağlanır.
100 mℓ damıtık su 20 g $CuSO_4$ 50 mℓ H_2SO_4 100 mℓ HCl	**Modifiye marble çözeltisi,** östenitik paslanmaz çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Numune çözelti içerisinde bulunan bir bez veya pamuğa sürülerek dağlanır.
100 mℓ %1.2 Pikral 10 mℓ HCl 3 mℓ asetik asit	Paslanmaz çelik ve yüksek hız çeliklerinin dağlanmasında kullanılır. Dağlama, numunenin oda sıcaklığındaki çözeltiye daldırılması ile yapılır.
75 mℓ damıtık su 45 g $FeCl_3$ 9 g bakır amonyum klorür 150 mℓ HCl	**Adlers çözeltisi,** paslanmaz çeliklerden 300 serisi, östenitik ve dubleks paslanmaz çelikler ve Hastelloy süper alaşımların dağlanmasında kullanılan etkili bir dağlayıcıdır. Numune çözelti içerisine birkaç saniye daldırılarak dağlama yapılır.
8.5 g $FeCl_3$ 2.4 g $CuCl_2$ 122 mℓ alkol 122 mℓ HCl 6 mℓ HNO_3	**Carpenter çözeltisi,** 300 serisi, östenitik, dubleks paslanmaz çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye birkaç saniye daldırılarak dağlama yapılır. Dağlama gözle kontrol edilir.
12 g $CuCl_2$ 20 mℓ HCl 225 mℓ alkol	**Kalling 2 nolu çözeltisi,** 400 serisi martenzitik paslanmaz çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Dağlama numunenin çözeltiye birkaç dakika daldırılarak veya çözelti içerisindeki bez veya pamuğa sürülerek yapılır.
20-30 mℓ HCl 1-3 mℓ H_2SeO_4 100 mℓ etanol	Renklendirme dağlayıcısıdır. Isıl dirençli paslanmaz çeliklerde karbürler ve gama prime fazlarının renklenmesine sebep olur. Dağlama, numunenin çözeltiye 1-4 dakika süreyle daldırılması ile yapılır.
100 mℓ damıtık su 10 g oksalik asit	Elektrolitik dağlayıcıdır. Paslanmaz çelikler için 6 V dc akım kullanılır. 15-30 s dağlama ile karbürler, 45-60 s dağlamada tane sınırları, 6 s sonra ise sigma fazı ortaya çıkar. 1-3 V akımda ise karbürleri çözer, sigma fazına güçlü etki ederken östenite daha az etki eder. Ferrite ise hiç etki etmez.
40 mℓ damıtık su 60 mℓ HNO_3	304, 316 gibi östenitik paslanmaz çelikler için kullanılan elektrlolitik dağlayıcıdır. Östenit tane sınırlarını ortaya çıkarır ancak ikiz tane sınırlarına etki etmez. Kullanılan voltaj kritiktir. Paslanmaz çelikler için platin katot tercih edilir. 1.4 V dc 2 dakika akım zamanı kullanılır. Paslanmaz çelikte delta ferriti ortaya çıkarmada kullanıldığında paslanmaz çelik katot tercih edilir. 10 V akımda birkaç s dağlama süresi yeterlidir.
100 mℓ H_2O 10 g oksalik asit	**Oksalik asit,** elektrolitik dağlayıcıdır. Östenitik paslanmaz çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Tane sınırlarındaki karbürleri ortaya çıkarır. Genel yapıyı gösterir. Taneler arası korozyona hassasiyeti ortaya çıkarabilir. Yüzey kalitesi 3 μm veya daha ince elmas parlatma tercih edilir. Paslanmaz çelik katot kullanılarak 5-6 V akımda 10-20 s süre ile dağlama yapılır. Paslanmaz çelik dubleks yapıların dağlanmasında 5V akımda 5-10 s yeterlidir.

100 mℓ damıtık su 20 g NaOH	Martenzit, PH veya çift fazlı paslanmaz çeliklerde ferrit renklendirmede kullanılır. 3-5 V dc akımda 20°C sıcaklıkta 5 dakikada paslanmaz çelik katot kullanılarak dağlama yapılır. Yapıda ferrit belirli hale gelir ve bronz (koyu) renk alır.

Krom ve alaşımları

200 mℓ H_2O 6 g $K_3Fe(CN)_6$ 1 g NaOH	Cr-Mo alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Özellikle yüksek krom (%80'e kadar) ihtiva eden alaşımlarda kullanılır. Numune çözeltiye daldırılarak dağlanır, sıcak su ile yıkanır, alkolle temizlendikten sonra kurutur.
75 mℓ H_2O 2 g CrO_3 25 mℓ H_2SO_4	Krom ve alaşımları için kullanılır. Numune 80-90°C'deki çözeltiye daldırılarak dağlanır. Numune yıkanır alkole daldırıldıktan sonra kurutulur.

Bakır ve alaşımları

25 mℓ NH_4OH 25 mℓ damıtık su (isteğe bağlı) 25-50 mℓ H_2O_2 (3%)	Cu ve alaşımlarının genel amaçlı dağlanmasında kullanılır. Tane renk kontrastını veren bir dağlayıcıdır. Ancak bazen tane renk kontrastı vermeyebilir. Çözelti taze olarak kullanılır ve peroksit çözeltiye en son ilave edilir. Dağlayıcı bir çeker ocak veya koruyucu altında kullanılır. Dağlama numunenin çözeltiye 5-45 s süreyle daldırılması ile yapılır.
125 mℓ damıtık su 125 mℓ HNO_3	**Bakır 1 nolu çözelti,** prinç ve bronz gibi Cu ve Cu alaşımları için yaygın kullanılan dağlayıcıdır. Numune birkaç saniyeden onlarca dakikaya kadar çözeltiye daldırılır veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlama işlemi gerçekleştirilir.
70 mℓ H_2O 5 g $Fe(NO_3)_3$ 25 mℓ HCl	Cu ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Tane sınırlarının çok net olarak ortaya çıkarılmasında etkilidir. Nadiren yüzeyde lekelenme olduğunda numune çözelti içerisindeki bez veya pamuğa sürülerek lekeler giderilir.
100 mℓ H_2O 2 g $K_2Cr_2O_7$ 5mℓ doymuş NaCl çözeltisi 8 mℓ H_2SO_4 2 damla HCl (kullanımdan hemen önce)	Cu ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Tane sınırlarının ortaya çıkarılmasında etkili bir dağlayıcıdır. Tane ve ikizlemeler arasında renk kontrastı oluşturur. Bazen yüzeyde lekelenme oluşabilir. Genellikle dağlamadan sonra $FeCl_3$'e daldırılır. Dağlama numunenin çözelti içerisindeki bez veya pamuğa sürülmesi ile yapılır. Kullanımdan hemen önce iki damla HCl ilavesi iyi netice verir.
200 mℓ damıtık su 10 g $FeCl_3$ 50 mℓ HCl	**Bakır 2 nolu çözelti**, pirinç, bronz, alüminyum pirinç, pirinçteki alfa fazının dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye daldırılarak veya çözelti içerisindeki bir bez ya da pamuğa sürülerek dağlanır.
62.5 mℓ HNO_3 125 mℓ H_2O_2 (%3) 62.5 mℓ damıtık su	**ASTM no 30,** Cu, Cu alaşımları ve Cu-Ag alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Amonyum ve su önceden karıştırılır ve daha sonra hidrojen peroksite ilave edilir.
120 mℓ H_2O 10 g $FeCl_3$ 30 mℓ HCl	**Sulandırılmış demir klorür,** arsenikli bakır, bronz, pirinç gibi bütün bakır ve alaşımlarında kimyasal bileşim farklılıklarını ortaya çıkarmada kullanılır. Taneler arası renk kontrastını ortaya çıkarır. Numune çözeltiye daldırılarak veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlama işlemi gerçekleştirilir. İstenilen sonucu elde etmek için dağlama hafifçe birkaç saniye yapılır, grekirse daha sonra süre artırılır veya art arta birkaç kez hafif dağlama şeklinde işlem gerçekleştirilir. Bazen çözeltinin seyreltilmesi gerekebilir.
120 mℓ etanol, (C_2H_5OH) 30 mℓ HCl 10 g $FeCl_3$	**Alkolik demir klorür çözeltisi**, sulandırılmış demir klorür gibidir. Cu ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Ancak numune yüzeyinde daha az lekelenme gibi alkol çözeltisi kullanmanın bazı avantajları vardır.

100 mℓ damıtık su, 10 g $(NH_4)_2S_2O_8$	**Sulandırılmış amonyum per sülfat**, Cu ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılan uygun bir dağlayıcıdır. Bu dağlayıcılarda aksi belirtilmediği durumda dağlama için sadece birkaç saniye yeterlidir. Tane sınırlarını ortaya çıkarır ve taneler arasında renk kontrastı verir. Fakat kristalografik yönlenmeye hassastır. Taze hazırlanmış çözelti kullanılmalıdır. Kullanılan çözelti depolanmamalıdır.
100 mℓ damıtık su 10 g amonyum persülfat	Cu ve alaşımlarının genel amaçlı dağlayıcıdır. Numune çözeltiye 3-60 s süreyle daldırılarak veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlanır. Tane sınırlarının ortaya çıkarır, ancak bu, tanelerin kristalografik yönlenmesine bağlıdır.
5 g $FeCl_3$ 96 mℓ etil alkol 2 mℓ HCl	Cu ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlama işlemi gerçekleştirilir. İşlem gözle kontrol edilir.
1 g KOH 20 mℓ H_2O_2 (%3) 50 mℓ NH_4OH 30 mℓ H_2O	Cu ve alaşımlarının genel amaçlı dağlayıcısıdır. Çözelti hazırlanırken KOH su içerisinde çözündürülür, NH_4OH yavaşça ilave edilir. Daha sonra hidrojen per oksit (H_2O_2) ilave edilir. Numune çözeltiye 3-60 s süreyle daldırılarak dağlama yapılır. Çözelti taze olarak kullanılır, depolanmaz.
5 birim NH_4OH 5 birim H_2O 2-5 birim H_2O_2	Cu ve alaşımlarının genel amaçlı dağlayıcıdır. Dağlanacak Cu miktarına göre peroksit miktarı değişebilir. Numune çözeltiye yaklaşık 60 s kadar daldırılarak veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlanır. Taze H_2O_2 kullanımı iyi netice verir.
100 mℓ damıtık su 3 g amonyum persülfat 1 mℓ NH_4OH	Cu ve alaşımlarının, özellikle de Cu-Be alaşımlarının genel amaçlı dağlanmasında kullanılır.
40 g CrO_3 7.5 g NH_4Cl 50 mℓ HNO_3 1900 mℓ H_2O	Cu alaşımlarının özellikle de beta pirincin dağlanmasında kullanılır. Numune oda sıcaklığındaki çözeltiye daldırılarak dağlanır.
70 mℓ damıtık su 5 g Fe $(NO_3)_3$ 25 mℓ HCl	Cu ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Genel amaçlı dağlamada ve tane sınırlarını ortaya çıkarmada kullanılan mükemmel bir dağlayıcıdır. Numune çözeltye 10-30 s daldırılarak dağlama yapılır.
300 mℓ etanol 2 mℓ HCl 0.5-1 mℓ selenik asit	**Beraha çözeltisi,** pirinç, Cu-Be alaşımları için uygun bir dağlayıcıdır. Daha net tane sınırları için ön dağlama iyi netice verir. Numune yüzeyi kırmızımsı mordan maviye dönünceye kadar çözeltiye daldırılır. Numuneyi tutmak için plastik kısaçlar kullanılmalı ve çözelti koyu renkli şişelerde saklanmalıdır. Reaksiyonun ve renk değişiminin çok hızlı olması durumunda 0.5 ml selenik asit kullanılır.
1000 mℓ damıtık su 200 g CrO_2 200 g Na_2SO_4 17 mℓ HCl	**Beraha çözeltisi,** Cu, pirinç ve bronz alaşımları için kullanılan bir dağlayıcıdır. Numune çözelti içerisine daldırılarak dağlanır. Dağlama süresi 5-20 s kadardır. Reaksiyonun çok hızlı olması durumunda çözelti seyreltilir.
50 mℓ doymuş $Na_2S_2O_3$ 1 g $K_2S_2O_5$	**Klemm I çözeltisi,** beta pirinç, alfa-beta pirinç ve bronz için iyi bir dağlayıcıdır. Numune çözeltiye 2 dakika veya daha fazla süre ile daldırılır ve yüzyeyde renklenme olana kadar hafifçe hareket ettirilir. Alfa pirinç için reaksiyon çok yavaştır ve genellikle 60 dakikaya kadar sürer.
50 mℓ doymuş $Na_2S_2O_3$ 5 g $K_2S_2O_5$	**Klemm II çözeltisi,** bakır alaşımları ve özellikle alfa pirinci için kullanılan bir dağlayıcıdır. Dağlama numunenin 5-8 dakika süreyle çözeltiye daldırıması ile yapılır.

5 mℓ $Na_2S_2O_3$ 45 mℓ damıtık su 20 g $K_2S_2O_5$	**Klemm III çözeltisi**, Cu alaşımları için mükemmel, fişek kovan pirinci için çok iyi bir dağlayıcıdır. Renk değişimi sınırlı olmasına rağmen aydınlık alan aydınlarmasında çok iyi netice verir. Polarize ışık ve hassas renlendirmeye karşı iyi görüntü verir. Bronz alaşımları için numune çözeltiye 3-5 dakika kadar daldırılır.
960 mℓ metanol katılmış etanol* 20 mℓ HCl 50 g $FeCl_3$ * metil alkol (CH_3OH) ile denatüre edilmiş etil alkol (C_2H_5OH)	**Alkollü asitleştirilmiş demir klorür çözeltisi,** özellikle yüksek Cu alaşımları için iyi bir genel amaçlı dağlayıcıdır. Yüzey 3 μm veya daha ince elmas ile parlatılır. Dağlama ortam sıcaklığında bir kaç saniye süreyle kontrol edilerek yapılır.
90 mℓ H_2O 10 mg $[NH_4)2\ S_2O_8)]$ 10 mℓ amonyum hidroksit (amonyak çözeltisi) (H_2O'da NH_3) özgül kütle 0,880 g/cm^3	**Amonyum peroksodisülfat çözeltisi,** Cu ve alaşımları için genel amaçlı iyi bir dağlayıcıdır. Yüzey 3 μm veya daha ince elmas ile parlatılır. Dağlama ortam sıcaklığında bir kaç saniye süre ile yapılır ve gözle kontrol edilir.
50 mℓ H_2O 2 mℓ HNO_3 2 g NH_4NO_3 20 g $[Fe\ (NO_3)_3]$	**Amonyak ve demir nitratlı nitrik asit çözeltisi,** Cu ve alaşımları için genel amaçlı iyi bir dağlayıcıdır. Yüzey 3 μm veya daha ince elmas ile parlatılır. Dağlama, ortam sıcaklığında bir kaç saniye süre ile yapılır ve işlem gözle kontrol edilir.
25 mℓ damıtık su 25 mℓ NH_4OH 5-25 mℓ H_2O_2 (%3)	Cu ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Tane sınırlarının görünmesi için daha az H_2O_2 kullanılırken, taneler arası renk kontrastı için daha fazla H_2O_2 kullanılır. Dağlama için numune çözeltiye birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar daldırılır. Her zaman taze çözelti kullanılır, çözelti depolanmaz.
50 mℓ damıtık su 50 mℓ HNO_3	Cu ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Dağlama için numune çözeltiye birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar daldırılır.
100-120 mℓ damıtık su veya etanol 25-50 mℓ HCl 5-10 g $FeCl_3$	Cu ve alaşımlarının taneleri arasında renk kontrastını ortaya çıkarmak amacıyla kullanılır. Dağlama için numune çözeltiye birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar daldırılır.
1 birim NH_4OH 1 birim H_2O_2	Cu-Be alaşımları için çok iyi bir dağlayıcıdır.
100 mℓ damıtık su 1 g CrO_3	Cu-Al alaşımlarının elektroilitik dağlanmasında kullanılan elektrolittir. 6 V dc akımda Al katot kullanılarak 3-6 s sürede dağlama işlemi gerçekleştirilir.
85 mℓ damıtık su 5 mℓ asetik asit 10 mℓ HNO_3	Cu-Ni alaşımlarının elektroilitik dağlanmasına kullanılan elektrolittir. 1.5 V dc akımda 20-60 s süreyle dağlama yapılır.
500 mℓ damıtık su 250 mℓ etanol 250 mℓ fosforik asit	Cu ve alaşımlarının parlatma ve dağlanmasında kullanılan elektrolittir. Parlatma süresi 20-30V dc akımda 60 s, dağlama süresi ise 20 s kadardır. Çözeltiye fosforik asit en son yavaş yavaş ilave edilir ve soğuyuncaya kadar beklenir.

Ni ve alaşımları

65 mℓ etanol 35 mℓ HCl 4 mℓ H_2O_2 20 hacim	**Hidrojen peroksit ihtiva eden alkollü hidroklorik asit çözeltisi,** Ni ve Ni esaslı alaşımlar için kullanılır. Genel amaçlı iyi bir dağlayıcıdır. Numune yüzeyi 2 μm veya daha ince elmas ile parlatılır. Dağlama ortam sıcaklığında bir kaç saniye süreyle yapılır ve işlem gözle kontrol edilir. Dağlayıcıya kullanmadan önce H_2O_2 eklenir. Çözelti taze olmalıdır, kullanımdan sonra depolanmaz.

30 mℓ aseton 30 mℓ HNO_3 30 mℓ CH_3COOH	**Nitrik asetik asit çözeltisi,** Ni ve alaşımları için genel amaçlı iyi bir dağlayıcıdır. Numune yüzeyi 3 μm veya daha ince elmas ile parlatılır. Dağlama ortam sıcaklığında bir kaç saniye süre ile yapılır ve işlem gözle kontrol edilir. Dağlayıcı serin tutulur. Azot oksitler dışarı verilir. Kullanımdan sonra depolanmaz hemen imha edilir.
50 mℓ HNO_3 50 mℓ saf asetik asit (50 mℓ H_2O - isteğe bağlı)	Ni, Ni-Cu ve Ni-Ti alaşımları ile süper alaşımlar için genel amaçlı dağlayıcıdır. Dağlama bir çeker ocak içerisinde yapılmalıdır. Numune 5-30 s süreyle çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek veya doğrudan çözeltiye daldırılarak dağlanır. Yüzeyde sülfürlenmiş tane sınırları varsa normal tane sınırlarından daha önce dağlanır. Çözelti taze olmalı, kullanımdan sonra depolanmamlıdır.
40-80 mℓ etanol 40 mℓ HCl 2 g $CuCl_2$	**Kalling 2 nolu dağlayıcısı** ("susuz" kalling) Ni-Cu alaşımları ve süperalaşımlar için uygun bir dağlayıcıdır. Numune birkaç dakika süreyle çözeltiye daldırılarak veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlama işlemi yapılır.
5 g NaCN 5 g amonyum per sülfat $(NH_4)_2S_2O_8$ 100 mℓ H_2O	Saf Ni alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Genel amaçlı dağlayıcıdır. Numune yeterli sürede çözeltiye daldırılır. Renk değişimi gözle kontrol edilir.
50 mℓ damıtık su 50 mℓ HCl 10 g $CuSO_4$	**Marble çözeltisi**, Ni, Ni-Cu, Ni-Fe alaşımları ve Ni esaslı süperalaşımlar için uygun bir çözeltidir. Numune 50-60 s süreyle çözeltiye daldırılarak veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlama işlemi yapılır
7.5 mℓ HF 2.5 mℓ HNO_3 200 mℓ metanol	Ni ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune oda sıcaklığındaki çözeltiye 2-4 dakika süreyle daldırılmak suretiyle dağlanır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
5 g $FeCl_3$ 2 mℓ HCl 100 mℓ etlanol	Ni-Ag alaşımları, Ni-Cu (monel) ve Ni esaslı süperalaşımların dağlamasında kullanılır. Numune çözeltiye daldırılarak veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa 10-60 s sürülerek dağlanır.
20 mℓ HNO_3 80 mℓ HCl	Ni-Cr alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye 5-30 s kadar daldırılır. Dağlama gözle kontrol edilir.
5 g $FeCl_3$ 50 mℓ HCl 100 mℓ H_2O	Ni-Cu alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye daldırılarak veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa birkaç dakika sürülerek dağlanır.
1-5 mℓ HNO_3 100 mℓ alkol	Ni-Fe, Ni-Mn ve Ni-Mo alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye daldırılarak veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa birkaç saniyeden bir dakikaya kadar sürülerek dağlanır. İşlem gözle kontrol edilir.
50 mℓ HCl 50 mℓ etanol	Ni esaslı süperalaşımların dağlanmasında kullanılır. Yapıdaki çok küçük çökeltilerin görülmesi için uygun bir dağlayıcıdır. Numune çözeltiye 10-100 s daldırılarak dağlanır.
60 mℓ gliserin 50 mℓ HCl 10 mℓ HNO_3	**Modifiye glyceregia,** superalaşımların dağlanmasında kullanılır. Yapıdaki çökeltileri gösterir. Dağlama bir çeker ocak veya koruyucu altında yapılır. En son HNO_3 ilave edilir. Numune 10-60 s süreyle çözeltiye daldırılır veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlanır. Dağlayıcı depolanmaz. Dağlayıcının rengi koyu sarıya döndüğünde uygun şekilde bertaraf edilmelidir.
15 mℓ HCl 5 mℓ HNO_3 15 mℓ gliserin	**Glyceregia**, Ni-Cr esaslı süperalaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye daldırılarak veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa 5-60 s sürülerek dağlanır. Dağlama bir çeker ocak içerisinde yapılmalı. Taze çözelti kullanılmalı ve depolanmamalıdır.

20 mℓ H_3PO_4 80 mℓ H_2O	Ni için elektrolitik dağlayıcıdır. 10 V dc akımda 10-15 s süre ile dağlama yapılır. (53 mℓ H_3PO_4 ve 100 mℓ H_2O da kullanılabilir).
15 mℓ HCl 10 mℓ gliserin 5 mℓ HNO_3	**Glyceregia,** çözeltisi süperalışımlar ve Ni-Cr alaşımları için uygundur. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa 5-60 s sürülerek dağlanır. Çözelti depolanmadan taze olarak kullanılmalıdır. Dağlama bir çeker ocak içerisinde veya koruyucu altında yapılmalıdır.

Kobalt ve alaşımları

15 mℓ H_2O 15 mℓ HNO_3 15 mℓ asetik asit 60 mℓ HCl	Co ve alaşımları için mükemmel bir dağlayıcıdır. Çözelti hazırlandıktan sonra 1-2 h bekletilir. Yüzeyi 3 μm veya daha ince elmas pasta ile parlatılan numune çözeltiye 30 s kadar daldırılır. Dağlama gözle kontrol edilir. Dağlayıcı taze hazırlanmalı ve depolanmamalıdır.
7.5 mℓ HF 2.5 mℓ HNO_3 200 mℓ metanol	Co ve alaşımları için genel dağlayıcıdır. Yüzeyi 3 μm veya daha ince elmas pasta ile parlatılan numune çözeltiye 2-4 dakika kadar daldırılır. Dağlama gözle kontrol edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
100 mℓ H_2O 2 mℓ HF 5 mℓ H_2O_2 (%30)	Co-Ti alalaşımlarının dağlanmasında kullanılan genel dağlayıcıdır. Yüzeyi 3 μm veya daha ince elmas ile parlatılan numune çözeltiye 2-4 dak. süreyle daldırılarak dağlanır. Dağlama gözle kontrol edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
80 mℓ laktik asit 10 mℓ H_2O_2 (%30) 10 mℓ HNO_3	Co alaşımları için kullanılan bir dağlayıcıdır. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlanır.
97 mℓ HCl (konsantre) 3 mℓ %3 lük H_2O_2	Co-Ni (60-40) alaşımlarının elektrolitik dağlanmasında kullanılır. 6V akımda 15 s süre yeterlidir. İşlem yüzey filminin turkuaz rengine dönüşmesi ile sonlandırılır.

Berilyum ve alaşımları

100 mℓ damıtık su 0.5-2 mℓ HF	Numune çözelti içerisine daldırılarak dağlama yapılır. Dağlama süresi birkaç saniyeden 15 dakikaya kadardır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
90 mℓ etanol 10 mℓ HF	Numune çözelti içerisine daldırılarak dağlama yapılır. Dağlama süresi 10-30 s kadardır. Taze çözeltiden daha çok bekletilmiş çözelti tercih edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

Kıymetli metaller, Au, Ag, Ir, Os, Pd, Pt ve Ru

60 mℓ HCl 40 mℓ HNO_3	Altın, gümüş, paladyum ile soy metal ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Dağlama çeker ocak içerisinde veya uygun bir örtü altında yapılır. Numune çözeltiye 60 s süreyle daldırılır. Çözeltiler eşit oranda da kullanılabilir.
100 mℓ H_2O 100 mℓ H_2O_2 (%3) 32 g $FeCl_3$	Au-Cu-Ag alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune oda sıcaklığındaki çözeltiye birkaç dakikaya kadar daldırılarak dağlanır.
60 mℓ HCl 20 mℓ HNO_3	**Aqua çözeltisi,** saf Au, Pt ve alaşımları ile bazı Rh alaşımlarının dağlanmsında kullanılır. Dağlama çözelti kaynar vaziyette iken 30 dakikaya kadar yapılır.
1-5 g CrO_3 100 mℓ HCl	Au, Ag, Pd ve alaşımları için kullanılır. Numune 60 s süreyle çözeltiye daldırılır veya çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlanır.
50 mℓ NH_4OH 20 mℓ H_2O_2	Saf Ag, Ag lehimleri ve Ag-Pd alaşımları için kullanılır. Numune çözeltiye 60 s kadar daldırılarak dağlanır. Dağlamadan sonra çözelti depolanmamalıdır.

30 mℓ damıtık su 25 mℓ HCl 5 mℓ HNO_3	Saf Platinin dağlanmasında kullanılır. Numune 5 dakika süreyle sıcak çözeltiye daldırılarak dağlanır.
2 g $FeCl_3$ 100 mℓ H_2O	Ag lehim malzemelerin dağlanmasında kullanılır. Numune 5-30 s süreyle çözeltiye daldırılarak dağlanır.
10 g sitrik asit 100 mℓ H_2O	Ag ve alaşımlarının elektrolitik dağlayıcısıdır. 6 V dc akımda, 15-180 s Ag katot kullanılarak dağlama yapılır. Birkaç damla HNO_3 de ilave edilebilir.
Konsantre HCl	Rh ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Dağlamada 5V AC akımda 1-2 dakika süre ile grafit katot, platin bağlama teli kullanılarak yapılır.
Çözelti A: 100 mℓ damıtık su 40 g NaCl **Çözelti B**: Konsantre HCl	Rutenyum (Ru) için 4 birim A çözeltisi, 1 birim B çözeltisi ile karıştırılır 5-20 V akımda 1-2 dakika süre ile grafit katot, platin bağlama teli kullanılarak yapılır.
50 mℓ NH_4OH 20 mℓ H_2O_2 (%3)	Saf Ag, Ag lehim ve Ag-Pd alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Taze çözelti kullanılır. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa 60 s sürülerek dağlanır. Dağlayıcı depolanmaz. Som gümüş için 50:50 karışım, ince gümüş için %30 konsantre H_2O_2 kullanılır.
100 mℓ $K_2Cr_2O_7$ (doymuş çözelti) 2 mℓ NaCl (doymuş çözelti) 10 mℓ H_2SO_4	**Dikromat çözeltisi,** Ag ve Ag alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Bir birim için 9 birim su kullanılır ve kullanımdan sonra numune iyice yıkanır.
1 birim potasyum siyanür (KCN) (%5'lik çözelti-ağırlıkça)	**Potasyum siyanür-amonium persulfat çözeltisi**, Ag ve Ag alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Çözeltiler ayrı ayrı depolanmalıdır. Dağlama yapılmadan hemen önce karıştırılmalıdır. Dağlama bir çeker ocak içerisinde yapılmalıdır. Dağlama sırasında çıkan duman oldukça zehirlidir.
1 birim $(NH_4)_2S_2O_8$ (%5'lik çözelti-ağırlıkça)	Yukardaki çözeltiye % 2 KI ilavesi dağlamanın daha etkili olmasına sebep olacaktır.
Çözelti A: 10g NaCN 100 mℓ damıtık su **Çözelti B:** H_2O_2 (%30)	18 karata kadar Au alaşımları için kullanılır. A ve B çözeltileri eşit oranda numune üzerinde damlalık ile dökülerek karıştırılır. İstenilen oranda dağlama yapılana kadar numune üzeri ovularak ve çözelti ilavesi yapılarak işleme devam edilir. Yüzeyde kahverengi lekelenme oluşursa A çözeltisi ile numune yüzeyi pamukla ovularak uzaklaştırılır.
Refrakter Metaller - Zr, Hf, Cr, Mo, Re, Nb, Ta, W and V	
30 mℓ HF 15 mℓ HNO_3 30 mℓ HCl	Zn, Hf ve alaşımları için uygun bir dağlayıcıdır. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa 3-10 s süreyle sürülerek veya 120 s kadar daldırılarak dağlanır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
90 mℓ HNO_3 10 mℓ HF	Çoğu Zr alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune oda sıcaklığındaki çözeltiye daldırılarak dağlanır. Numunedeki renk değişimi gözle kontrol edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
30 mℓ HCl 15 mℓ HNO_3	Zr, Hf ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılan uygun bir dağalayıcıdır. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa 3-10 s sürülerek veya 2 dakikaya kadar daldırılarak dağlanır.

45 mℓ H_2O (H_2O_2 veya gliserin) 45 mℓ HNO_3 8-10 mℓ HF	Hf, Zr ve alaşımları için **Cain kimyasal dağlama ve parlatma çözeltisidir**. 3-5 birim su ile çözelti seyreltilir ve leke için kimyasal olarak parlatılmış numune çözeltideki bez veya pamuğa sürülür. Kimyasal dağlama için numune beze 5-20 s sürülür. İnceleme için polarize ışık kullanılır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
60 mℓ HCl 20 mℓ HNO_3	**Aqua çözeltisi,** Cr ve alaşımları ile östenitik kalite çeliklerin dağlanmasında kullanılır. Dağlama numunenin 1 dakika süreyle çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek veya doğrudan çözeltiye daldırılarak yapılır. Östenitik çeliklerde dağlama 5 s sürede yapılır. Tane sınırlarını ortaya çıkarır. Sigma ve karbürler 20 saniyede dağlanır. Bu sürede sigma fazı tamamen çözünür. Dağlama bir koruyucu örtü altında veya çeker ocak içerisinde dikkatlice yapılmalıdır. Dağlayıcı depolanmaz.
30 mℓ HCl 45 mℓ gliserin 15 mℓ HNO_3	**Modifiye edilmiş glyceregia**, Cr ve alaşımları için kullanılır. Numune çözeltiye bir kaç dakikaya kadar daldırılarak dağlanır. Dağlama gözle kontrol edilir.
100 mℓ damıtık su 10 g KOH veya NaOH 10 g $K_3Fe(CN)_6$	**Murakami çözeltisi,** Cr, Mo, Re, Ta-Mo, W, V ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numunenin çözeltiye 1 dakikaya kadar daldırılması yeterlidir. Çözelti taze olarak kullanılır, depolanmaz.
70 mℓ damıtık su 20 mℓ H_2O_2 (%30) 10 mℓ H_2SO_4	Mo alaşımları için uygundur. Numune çözeltiye 2 dakikaya kadar daldırılır, suda yıkanır ve kurutulur. Daldırma renk oluşumuna, çözelti içerindeki pamuk veya beze sürtmek de tane sınırlarının ortaya çıkmasına sebep olur.
50 mℓ H_2O 50 mℓ HNO_3 50 mℓ HF	W-Th alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye birkaç dakikaya kadar daldırılarak dağlama işlemi gerçekleştirilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
100 mℓ H_2O 10 g NaOH	W ve alaşımlarının elektrolitik dağlayıcısıdır. Paslanmaz çelik katot kullanılır. Numune 1.5-6 V dc akımda birkaç dakikada dağlanır.
20 mℓ H_2O 10 mℓ H_2O_2 (%30)	W ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune kaynar vaziyetteki çözeltiye daldırılarak dağlanır. Tane sınırlarını göstermede kullanılır.
10-20 mℓ gliserin 10 mℓ HNO_3 10 mℓ HF	Mo ve Mo-Ti alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye 5 dakikaya kadar daldırılarak dağlama işlemi gerçekleştirilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
100 mℓ su 5g $K_3Fe(CN)_6$ 2g KOH	Mo-Re alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Daldırma ile dağlama için çözeltinin 20°C olması gereklidir.
50 mℓ asetik asit 20 mℓ HNO_3 5 mℓ HF	Nb, Ta ve alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune 10-30 s süreyle çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlanır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
50 mℓ damıtık su 14 mℓ H_2SO_4 5 mℓ HNO_3	**DuPont Nb çözeltisi**, Nb-Hf ve Nb alaşımlarının dağlanması için uygun bir çözeltidir. Numune çözeltiye uygun bir süre daldırılarak dağlanır. Dağlama gözle kontrol edilir.
50 mℓ damıtık su 50 mℓ HNO_3 1 mℓ HF	Nb-Zr ve Nb-Zr-Re alaşımları için uygundur. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlama işlemi gerçekleştirilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
30 mℓ laktik asit 10 mℓ HNO_3 5 mℓ HF	Re ve W-Re alaşımları için uygun bir dağlayıcıdır. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlama işlemi gerçekleştirilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

10 mℓ HF 10 mℓ HNO_3 10-32 mℓ gliserin	V ve alaşımları için uygundur. Ta alaşımlarının tane sınırları göstermede de kullanılır. Numune çözelti içerisindeki bez ya da pamuğa sürülerek dağlama yapılır. Ta ve Ta alaşımları için eşit oranlarda çözelti kullanılır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.
100 mℓ damıtık su 50 mℓ etanol 2g NH_4HF_2	**Modifiye weck renklendirme dağlayıcısı**, Ti ve Ti alaşımlarının tane sınırlarını ortaya çıkarmada kullanılır. Yüzeyde renk değişimi oluncaya kadar numune çözeltiye daldırılır. Bu süre genelde 15-25 s kadardır. Dağlama işlemi sırasında numune hafif hareket ettirildiğinde yüzeyde daha homojen renk filmi oluşur. Sadece 25 mg etanol kullanıldığında kişiden kaynaklı dağlama hataları ortadan kalkar.
35 mℓ gliserin 20 mℓ asetik asit 35 mℓ HNO_3 10 mℓ HF	Saf zirkonyumun dağlanmasında kullanılır. Numune yüzeyde renk değişimi oluncaya kadar çözeltiye daldırılır. İşlem gözle kontrol edilir. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

Sinterlenmiş karbürler

100 mℓ damıtık su 10g KOH or NaOH 10g $K_3Fe(CN)_6$	**Murakami çözeltisi,** WC-Co ve kompleks sinterlenmiş karbürlerin dağlanmasında kullanılır. Numune çözeltiye birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar daldırılır. Eta fazını (renkli) belirlemek için 2-10 s dağlama yeterlidir. Uzun süreli dağlama çözeltinin eta fazına atak etmesine sebep olur. Faz ve tane sınırlarını ortaya çıkarır. Genelde dağlama 20°C'de yapılır.
97 mℓ damıtık su 3 mℓ H_2O_2 (% 30)	WC, MO_2C, TiC veya Ni sinterlenmiş karbürlere uygulanır. Dağlama kaynar vaziyette 60 s süreyle yapılır. Kaba karbürler veya yüksek Co muhtevası durumunda daha kısa süreli dağlama gereklidir.
15 mℓ damıtık su 30 mℓ HCl 15 mℓ HNO_3 15 mℓ asetik asit	WC, WiC, TaC ve Co sinterlenmiş karbürler için kullanılır. Dağlama 20°C'de 5-30 s süre ile yapılır.
100 mℓ damıtık su 3 g $FeCl_3$	Dağlama Co (veya Ni) bağlayıcı fazın koyu hale gelmesine sebep olur. Çözelti taze olarak hazırlanmalıdır. Numune çözelti içerisindeki bez veya pamuğa sürülerek 10 s süreyle dağlanır.

Seramik ve nitrürler

Fosforik asit	Alümina (Al_2O_3) ve silisyum nitrürün (Si_3N_4) dağlanmasında kullanılır. Numune 250°C deki çözeltiye, Al_2O_3 için birkaç dakika, Si_3N_4 için 15 dakika daldırılarak dağlanır.
100 mℓ damıtık su 15 mℓ HNO_3	Magnezya (MgO) için kullanılır. Numune 25-60°C deki çözeltiye birkaç dakika daldırılarak dağlanır.
100 mℓ damıtık su 5 g NH_4FHF 4 mℓ HCl	Titanyanın (TiO_2) dağlanması için kullanılan çözeltidir. Numune çözeltiye birkaç dakika daldırılarak dağlanır.
50 mℓ damıtık su 50 mℓ H_2SO_4	Zirkonyanın (ZrO_2) dağlanması için kullanılır. Numune kaynar vaziyetteki çözeltiye 5 dakikaya kadar daldırılarak dağlanır.
HCl	Kalsiya (CaO) veya magnezyanın (MgO) dağlanması için kullanılır. Numune çözeltiye 6 dakikaya kadar daldırılarak dağlanır
HF	Si_3N_4, BeO, BaO, MgO, ZrO_2 ve Zr_2O_3 için kullanılır. Numune çözeltiye 6 dakikaya kadar daldırılarak dağlanır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

20 mℓ HCl 40 mℓ HF 40 mℓ H_2O	Ti alaşımlarının dağlanmasında kullanılır. Numune 120-150 T sıcaklıktaki çözeltiye 20-30 dakika süre ile daldırılır. Yüzeyde kararma ya da islenme olduğunda %30' luk H_2SO_4 içerisine 3 dakika daldırılır. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

Plastik ve polimerler

100 mℓ damıtık su 60 g CrO_3	Polipropilen (PP) için numune 70°C sıcaklıktaki çözeltiye birkaç saat daldırılarak dağlama işlemi gerçekleştirilir.
HNO_3	Polipropilen için numune çözeltiye birkaç dakika daldırılarak dağlama işlemi gerçekleştirilir.
Ksilol	Polipropilen içerisindeki kürelerin (yumruların) görünümü için numune 70°C sıcaklıktaki çözeltiye birkaç gün daldırılarak dağlama işlemi gerçekleştirilir.
70 mℓ damıtık su 30 mℓ HCl	Polioksimetilen (POM) için numune çözeltiye 20 s daldırılarak dağlama işlemi gerçekleştirilir.
Ksilen	Poliamit (PA) ve polietilen (PE) için 70°C sıcaklıkta 60 s içerisinde dağlama gerçekleştirilir. Naylon 6 için 65-70°C sıcaklıkta 2-3 dakika, 75°C'de ise 3-4 dakika yeterlidir.

Karbür seramikler

10 mℓ HCl 10 mℓ H_2O_2 (%30)	WC'lerin dağlanmasında kullanılır. Numune birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar süre ile dağlanır.
Ergiyik tuz Ergiyik $NaHCO_3$ veya $KHCO_3$	Platin bir pota içerisinde dağlama yapılmalıdır. Dağlama süresi 10 dakika kadardır.

Nitrür seramikler

Yüksek saflıkta azot içerisinde termal dağlama	Si_3N_4 için dağlama, 1600° C sıcaklıkta birkaç saat sürer.
Ergiyik tuz Ergiyik KOH	Si_3N_4 için dağlama, platin pota içerisinde birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar sürer.
%100 HF	Si_3N_4 için dağlama 10-15 dakika sürer. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

Borür Seramikler

30 mℓ $C_3H_6O_3$ 10 mℓ HNO_3 10 mℓ HF	ZrB_2 ve TiB_2 dağlanmasında kullanılır. Dağlama birkaç saniyeden birkaç dakikaya kadar sürer. **DİKKAT HF!** El ve göze koruyucu giyilmelidir. Temas durumunda cilt hemen yıkanmalı ve tıbbî tavsiye alınmalıdır. Muhafaza kapları plâstik koruyucu içerisinde kullanılmalıdır.

EK 2
ÖRNEK RAPOR

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
TEKNOLOJİ FAKÜLTESİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

TAŞINABİLİR LPG TÜPLERİ HASAR ANALİZ RAPORU (TS 55 EN 1442 STANDARDINA UYGUNLUKLARININ TESPİTİ)

HAZIRLAYANLAR

Prof. Dr. Mehmet TÜRKER
Prof. Dr. Adem KURT
Y. Doç. Dr. Volkan KILIÇLI

ANKARA
Ocak 2022

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

1. GİRİŞ 1
2. YAPILAN TESTLER VE TEST SONUÇLARI 2
2.1. Malzeme Et kalınlığı Ölçümü 2
2.2. Kimyasal Bileşim 2
2.3. Çekme Deneyi 3
2.4. Eğme Deneyi 6
2.5. Metalografik Numune İncelemesi 7
2.6. Kaynaklı Bölgenin Gözle Muayenesi (Makroskopik İnceleme) 11
3. SONUÇLAR ve DEĞERLENDİRME 12

1. GİRİŞ

Bu çalışma, Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölüm Başkanlığına yazılan 05 Kasım 2021 tarih ve 14-6/385 sayılı yazıya istinaden başlatılmış olup, ilk etapta LPG tüplerinin patlamış olduğu sanayi bölgesinde faaliyet gösteren AAX Gaz tüp satış merkezi, Prof. Dr. Mehmet Türker ve Prof. Dr. Adem Kurt tarafından incelemede bulunarak patlamış ve patlamamış tüpler üzerinde çeşitli incelemeler yapılmıştır. Bu bölgede 10 civarında LPG tüpünün patlamış olduğu tespit edilmiştir. Daha sonra olay mahallinde belirlenen LPG tüplerinden 3 adedi, malzeme ve metalurjik yönden incelenmek üzere, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümüne getirilmiş, gerekli testler yapılmış ve deney sonuçları aşağıda verilmiştir.

Malzeme Bilimi Eğitimi Anabilim Dalı Başkanlığına getirilen üç tüpün ikisinin üzerinde AAX tüp, diğerinde ise EVAAX markaları baskı şeklinde yazılı bulunmaktadır. Bu çalışmada AAX tüpe ait olan tüpler AAX-1 ve AAX-2, diğeri ise EVAAX isimi ile kodlanmıştır. Bu tüplerden AAX-1 deforme olmuş halde, AAX-2 kodlu tüp sağlam halde, EVAAX kodlu tüp ise patlamış ve parçalı halde tarafımıza teslim edilmiştir. Olay mahallinde yapılan incelemede patlamış tüplerin her iki marka tüpe ait olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca patlamış ve parçalanmış tüplerden de makro resim almak amacıyla numuneler teslim alınmıştır.

Tüpler üzerinde yapılan ilk inceleme neticesinde AAX-1 kodlu tüp üzerinde test tarihi 9/1999 olarak tespit edilmiş, AAX-2 kodlu tüpte test tarihi tespit edilememiştir. Bu tüplere ait belirli periyotlar içerisinde yapılması gereken test tarihleri ile ilgili herhangi bir bilgiye rastlanmamıştır.

LPG tüplerinin TS 55 EN 1442 uygunluğunu tespit için aşağıdaki Tablo 1.1'de gösterilen testler uygulanmıştır.

Tablo 1.1. *LPG tüplerine uygulanan testler, ilgili standart, numune bölgeleri ve sayısı*

No	***Deney Adı***	***Standart No***	***Madde No***	***Numune Bölgeleri ve Adetleri***
1	*Malzeme et kalınlığı Ölçümü*	*TS 55 EN 1442*	*Madde 5.5.1*	*Değişik bölgelerden (5'er adet)*
2	*Kimyasal bileşim*	*TS EN 10120*	*Madde 7.1.2*	*Alt kapaktan (1'er adet) Ana gövdeden (1'er adet) Üst kapaktaki tutma parçasından (1'er adet)*
3	*Çekme deneyi*	*TS 55 EN 1442 TS 55 EN 1442*	*Madde 7.1.2.1 Madde 7.1.2.2*	*Tüp ana malzemesinden boyuna (3 adet) Çevresel kaynağa dik (3 adet)*
4	*Eğme deneyi*	*TS 55 EN 1442*	*Madde 7.1.2.3*	*Çevresel kaynağın üst tarafından (1 adet) Çevresel kaynağın alt tarafından (1 adet)*
5	*Metalografik numune incelemesi*	*TS 55 EN 1442*	*Madde 7.4.1.5*	*Kaynaklı bölgeden (2'şer adet) Esas metalden (1'er adet)*
6	*Kaynaklı bölgenin gözle muayenesi (makroskopik inceleme)*	*TS 55 EN 1442 TS 55 EN 1442*	*Madde 7.4.2 Madde 7.5*	*Çevresel kaynak dikişi üzerinde değişik bölgelerden*

Çekme ve eğme deneyleri sadece sağlam tüp olan AAX-2 kodlu tüpe uygulanmıştır. Deformasyon ve patlama etkisi nedeniyle meydana gelen pekleşmeden dolayı ve deney için gerekli büyüklükte hasarsız bölge bulunamadığından dolayı diğer tüplere çekme ve eğme deneyleri uygulanmamıştır.

2. YAPILAN TESTLER VE TEST SONUÇLARI

2.1. Malzeme Et kalınlığı Ölçümü

Et kalınlığı ölçümleri 0,01 mm ölçüm hassasiyetli dijital kumpas ile hasarsız bölgelerden ölçülmüştür. Tüplerin değişik bölgelerinden ölçülen değerler aşağıdaki tabloda verilmiştir. Bütün numunelere ait et kalınlıklarının TS 55 EN 1442 standardına uygun olduğu tespit edilmiştir.

Tablo 2.1. *AAX-1 kodlu tüpe ait kalınlık ölçümleri*

Ölçüm No	*Ölçülen değer (mm)*
1	*3,00*
2	*3,03*
3	*3,05*
4	*3,02*
5	*3,02*

Tablo 2.2*. AAX-2 kodlu (çekme numunesi alınan) tüpe ait kalınlık ölçümleri*

Ölçüm No	*Ölçülen değer (mm)*
1	*3,00*
2	*3,05*
3	*3,04*
4	*3,03*
5	*3,02*

Tablo 2.3. *EVAAX kodlu tüpe ait kalınlık ölçümleri*

Ölçüm No	*Ölçülen değer (mm)*
1	*3,04*
2	*3,05*
3	*3,00*
4	*3,02*
5	*3,04*

2.2. Kimyasal Bileşim

Kimyasal bileşim analizleri ARL marka optik emisyon spektrometre cihazında yapılmıştır. Her tüpten; ana gövde, üst tutma yeri ve alt çember olmak üzere üç numunenin kimyasal bileşimleri analiz edilmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıda tablolar halinde verilmiştir. AAX-1 ve AAX-2 kodlu numunelerin kimyasal bileşim analizlerinde S miktarının ağırlıkça en fazla %0.015 olması gerekirken, Tablo 2.4-2.8 de görülebileceği üzere yüksek (% 0.021-%0.024) bulunmuştur. Numunelerin tamamında TS 10120'de belirtilen kimyasal bileşim haricinde diğer alaşım elementleri olan Cr, Ni, Mo, Cu, B ve Sn elementleri de görülmüştür. Bunlar malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir.

Tablo 2.4. *AAX-1 Ana gövdeye ait kimyasal kompozisyon değerleri (ağırlıkça %)*

C	***Mn***	***Si***	***P***	***S***	***Cr***	***Ni***
0.067	*0.442*	*0.047*	*0.01*	*0.021*	*0.059*	*0.016*

Mo	***Cu***	***V***	***Al***	***B***	***Sn***	***Nb***	***Fe***
0.016	*0.085*	*0.02*	*0.04*	*0.001*	*0.002*	*0.003*	*Kalan*

Tablo 2.5. *AAX-1 Üst tutma yerine ait kimyasal kompozisyon değerleri (ağırlıkça %)*

C	***Mn***	***Si***	***P***	***S***	***Cr***	***Ni***
0.075	*0.365*	*0.047*	*0.008*	*0.023*	*0.06*	*0017*

Mo	***Cu***	***V***	***Al***	***B***	***Sn***	***Nb***	***Fe***
0.018	*0.086*	*0.02*	*0.068*	*0.001*	*0.002*	*0.003*	*Kalan*

Tablo 2.6. *AAX-1 Alt çembere ait kimyasal kompozisyon değerleri (ağırlıkça %)*

C	***Mn***	***Si***	***P***	***S***	***Cr***	***Ni***
0.066	*0.379*	*0.047*	*0.013*	*0.022*	*0.06*	*0.018*

Mo	***Cu***	***V***	***Al***	***B***	***Sn***	***Nb***	***Ti***	***Fe***
0.017	*0.086*	*0.02*	*0.077*	*0.001*	*0.002*	*0.003*	*0.001*	*Kalan*

Tablo 2.7. *AAX-2 Ana gövdeye (çekme ve eğme numunesi alınan tüp) ait kimyasal kompozisyon değerleri (ağırlıkça %)*

C	***Mn***	***Si***	***P***	***S***	***Cr***	***Ni***
0.086	*0.456*	*0.047*	*0.016*	*0.021*	*0.06*	*0.012*

Mo	***Cu***	***V***	***Al***	***B***	***Sn***	***Nb***	***Fe***
0.015	*0.023*	*0.02*	*0.051*	*0.001*	*0.002*	*0.003*	*Kalan*

***Tablo 2.8**. AAX-2 Üst tutma yerine (çekme ve eğme numunesi alınan tüp) ait kimyasal kompozisyon değerleri (ağırlıkça %)*

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni
0.102	0.524	0.047	0.009	0.024	0.059	0.013

Mo	Cu	V	Al	B	Sn	Nb	Fe
0.013	0.028	0.02	0.06	0.001	0.002	0.003	Kalan

***Tablo 2.9.** AAX-2 Alt çembere (çekme ve ekme numunesi alınan tüp) ait kimyasal kompozisyon değerleri (ağırlıkça %)*

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni
0.065	0.305	0.047	0.013	0.011	0.06	0.013

Mo	Cu	V	Al	B	Sn	Nb	Fe
0.019	0.012	0.02	0.009	0.001	0.002	0.003	Kalan

***Tablo 2.10.** EVAAX Ana gövdeye ait kimyasal kompozisyon değerleri (ağırlıkça %)*

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni
0.15	0.814	0.052	0.011	0.004	0.059	0.049

Mo	Cu	V	Al	B	Sn	Nb	Fe
0.006	0.012	0.02	0.038	0.001	0.002	0.003	Kalan

***Tablo 2.11.** EVAAX Üst tutma yeri'ne ait kimyasal kompozisyon değerleri (ağırlıkça %)*

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni
0.139	0.869	0.075	0.008	0.004	0.059	0.013

Mo	Cu	V	Al	B	Sn	Nb	Fe
0.004	0.024	0.02	0.044	0.001	0.002	0.003	Kalan

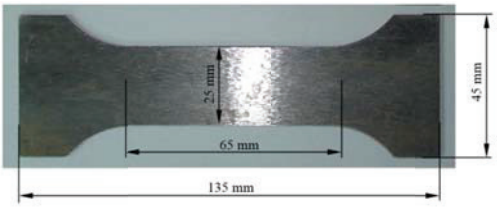
***Tablo 2.12.** EVAAX Alt çembere ait kimyasal kompozisyon değerleri (ağırlıkça %)*

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni
0.131	0.913	0.047	0.01	0.004	0.059	0.048

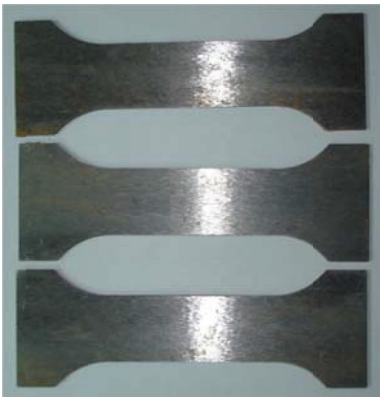
Mo	Cu	V	Al	B	Sn	Nb	Fe
0.003	0.012	0.02	0.044	0.001	0.002	0.003	Kalan

2.3. Çekme Deneyi

Çekme deneyleri 1 mm/dak çekme hızında oda sıcaklığında Instron çekme cihazında TS 138 EN 10002'ye göre gerçekleştirilmiştir. AAX-2 kodlu tüpe ait numuneler standarda uygun olarak Resim 2.1'de gösterilen geometride tel elektro erozyon cihazında kesilerek, her iki yüzeyleri kaynaklı bölgeyi ve paslı yüzeyleri uzaklaştırma amacıyla taşlanmıştır. Resim 2.2'de çekme testi öncesi numunelerin resimleri görülmektedir. Elde edilen çekme deney sonuçlarına göre üst akma dayanımı esas metal için 299 MPa ve çevresel kaynaklı bölge için 302 MPa bulunmuş olup, bu değerler TS EN 10120'de belirtilen 245 MPa değerinden daha yüksek olarak gerçekleşmiştir. Esas metal için çekme dayanımı, 399 MPa ve çevresel kaynaklı bölge için ise 390 MPa bulunmuştur. Bu değerler TS EN 10120'de belirtilen 360-450 MPa değerleri arasındadır. Toplam uzama değerleri incelendiğinde ise; standarda belirtilen en düşük değer olan %34 uzama değerinden daha yüksek değerler elde edilmiştir.



Resim 2.1. *Çekme numunelerinin geometrisi*



Resim 2.2. *Kaynaklı ve kaynaksız halde hazırlanmış ve yüzeyi taşlanmış numunelerin çekme testi öncesi görünümü*

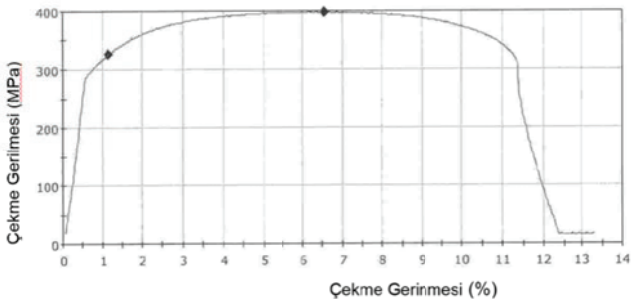
Tablo 2.13. *AAX-2 kodlu numunede ana gövdeden alınan esas metale ait çekme deneyi değerleri*

Deney No	*Akma Gerilmesi (MPa)*	*Çekme Dayanımı (MPa)*	*Uzama (%)*
1	*302.89*	*402.33*	*47.22*

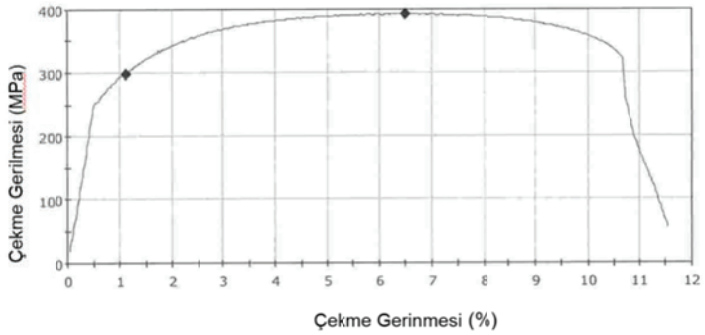
Deney No	*Akma Gerilmesi (MPa)*	*Çekme Dayanımı (MPa)*	*Uzama (%)*
2	*271.62*	*384.54*	*39.02*

Deney No	*Akma Gerilmesi (MPa)*	*Çekme Dayanımı (MPa)*	*Uzama (%)*
3	*322.96*	*412.24*	*35.00*

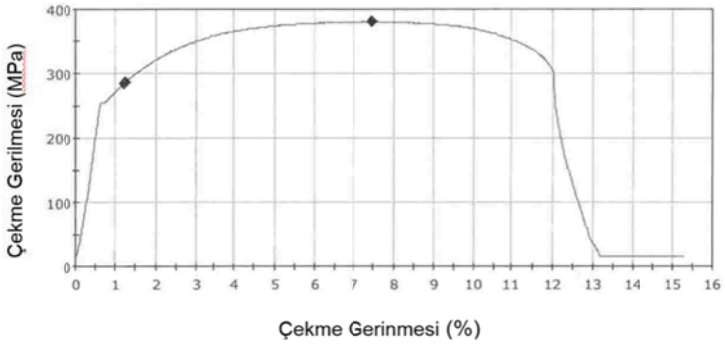
ORTALAMA	*Akma Gerilmesi (MPa)*	*Çekme Dayanımı (MPa)*	*Uzama (%)*
	299.15	*399.70*	*40.41*



Şekil 2.1. *Ana metale ait çekme diyagramı (Deney No–1)*



Şekil 2.2. *Ana metale ait çekme diyagramı (Deney No–2)*



Şekil 2.3. *Ana metale ait çekme diyagramı (Deney No–3)*

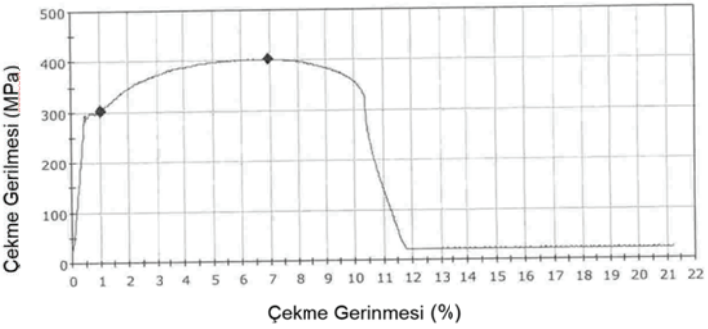
Tablo 2.14. *AAX-2 kodlu numunede çevresel kaynaklı bölgeden alınan parçalara ait çekme deneyi değerleri*

Deney No	*Akma Gerilmesi (MPa)*	*Çekme Dayanımı (MPa)*	*Uzama (%)*
1	*285.06*	*380.47*	*41.86*

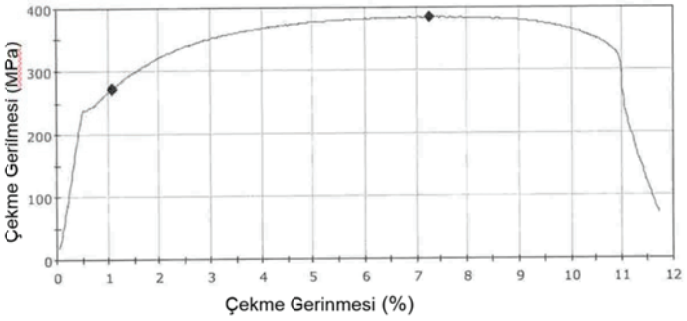
Deney No	*Akma Gerilmesi (MPa)*	*Çekme Dayanımı (MPa)*	*Uzama (%)*
2	*298.16*	*392.69*	*40.84*

Deney No	*Akma Gerilmesi (MPa)*	*Çekme Dayanımı (MPa)*	*Uzama (%)*
3	*325.6*	*397.66*	*33.33*

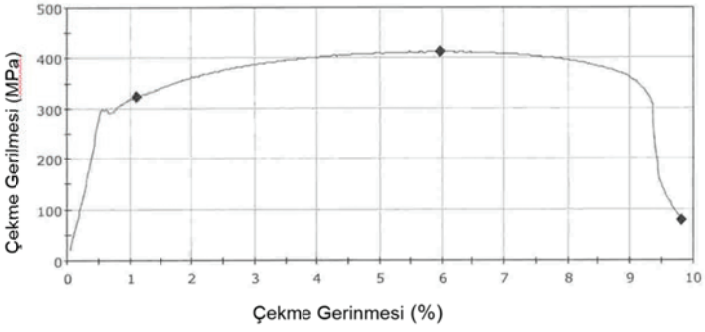
ORTALAMA	*Akma Gerilmesi (MPa)*	*Çekme Dayanımı (MPa)*	*Uzama (%)*
	302.94	*390.27*	*38.67*



Şekil 2.4. *Çevresel kaynaklı bölgeye ait çekme diyagramı (Deney No–1)*



Şekil 2.5. *Çevresel kaynaklı bölgeye ait çekme diyagramı (Deney No–2)*

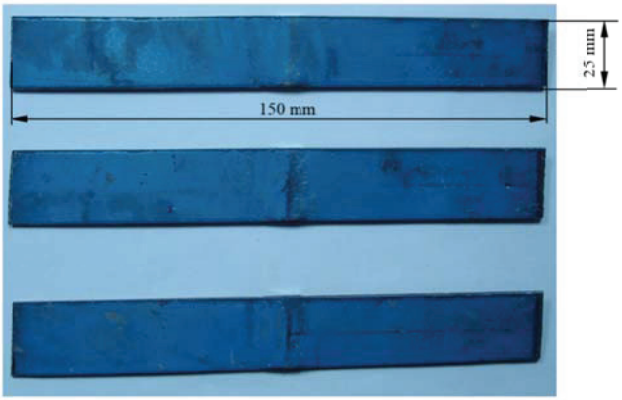


Şekil 2.6. *Çevresel kaynaklı bölgeye ait çekme diyagramı (Deney No–3)*

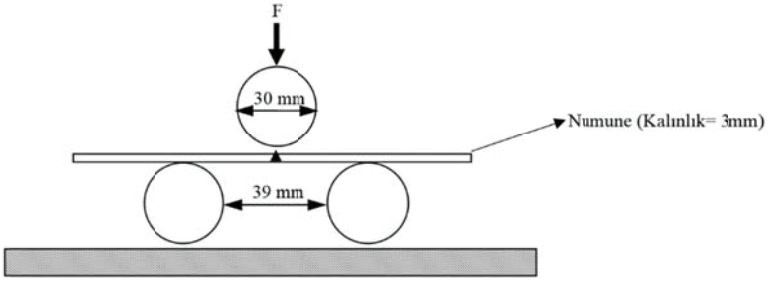
2.4. Eğme Deneyi

Eğme deneyi MFL marka 20 ton çekme ve basma kapasitesine sahip üniversal test cihazında yapılmıştır. Resim 2.3'te görülen ölçülere sahip numune 1 mm/dak basma hızında oda sıcaklığında test edilmiştir. Şekil 2.4'te eğme deneyi şematik olarak gösterilmiştir.

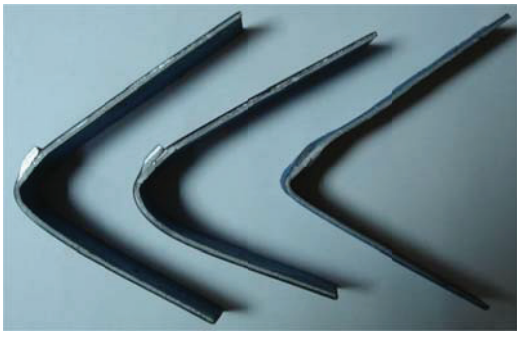
Resim 2.5'te görülebileceği üzere kaynaklı parçaların eğme testi sonrası parçalarda ve kaynaklı bölgede veya civarında herhangi bir kırılma ve gözle görülebilecek makro çatlağa rastlanmamıştır.



Resim 2.3. *Test öncesi eğme numunelerin geometrisi ve görünümü*



Şekil 2.7*. Üç nokta eğme deneyinin şematik olarak gösterimi*



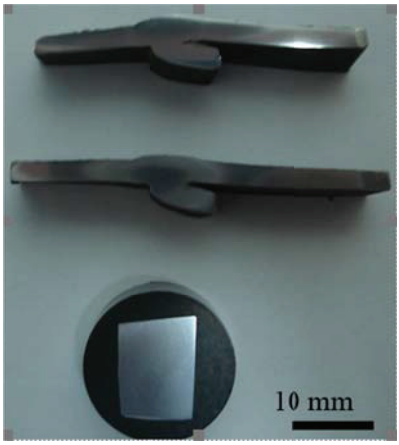
Resim 2.5. *Eğme deneyi sonrası numunelerin görünümü*

2.5. Metalografik Numune İncelemesi

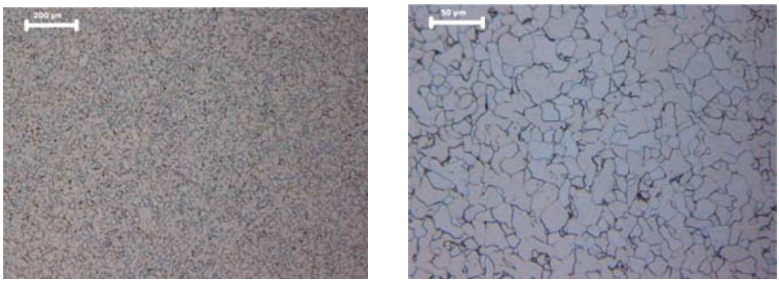
Metalografik çalışmalarda kaynaklı bölgeden 2 adet, esas metalden ise 1 adet numune incelenmiştir. Resim 2.5'te görülen numuneler standart metalografik yöntemlerle (zımparalama + parlatma) metalografik inceleme için hazırlanmıştır. Dağlayıcı olarak %2 Nital (%2 HNO_3 + %98 CH_3OH) kullanılmıştır. Daha sonra optik mikroskopta değişik büyütmelerde mikro yapı fotoğrafları çekilmiştir. Mikro yapılara

bakıldığında AAX-1 ve AAX-2 Kodlu numunelerde ana metalin eş eksenli ve düzenli mikro yapısı göze çarpmaktadır. Kaynak bölgesinde ise ısının tesiri altında kalan bölgenin ince ve iri taneli bölgelerden oluştuğu gözlenmektedir. Bu numunelerde tipik kaynak ve geçiş bölgeleri belirgin olarak gözlenmiştir. Bu sonuçlardan kaynak işlemi sonrası malzemelere yeterli ısıl işlem (normalizasyon veya gerilim giderme tavlaması) uygulanmadığı kanaatine varılmıştır.

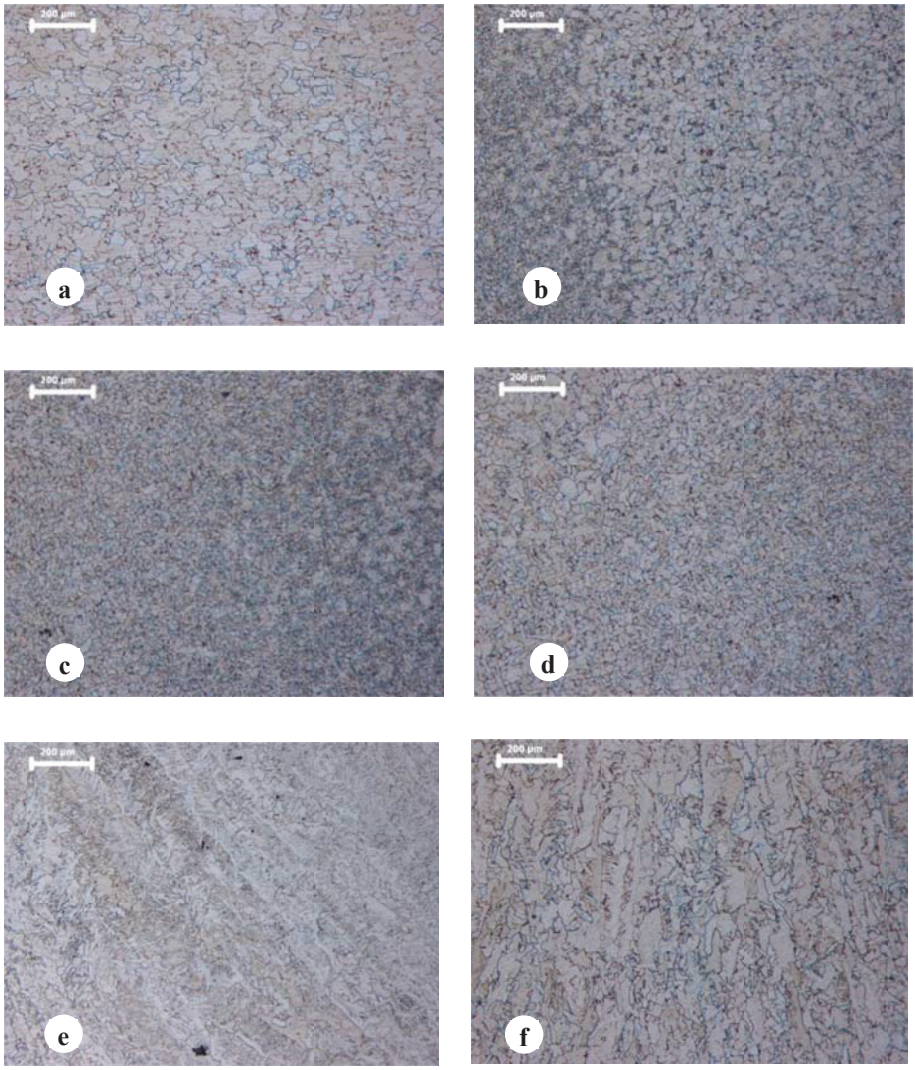
EVAAX kodlu numunede ısı tesiri altında kalan bölgede iri ve ince taneli bölgeler belirgin olarak gözlenmemiş olup, kaynak metalinde ise yönlü yapı görülmüştür. Kaynak ve geçiş bölgesinde tipik kaynak mikro yapısı bulunmaması ve bölgelerin mikro yapı bakımından birbirine benzer ve homojen yapılara sahip olması, bu malzemeye kaynak işlemi sonrası uygun ısıl işlem yapıldığı kanaatini uyandırmıştır.



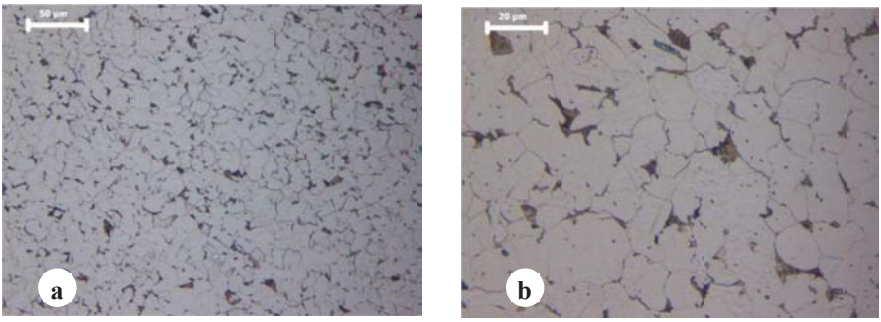
Resim 2.5. *Metalografik inceleme için hazırlanan numuneler*



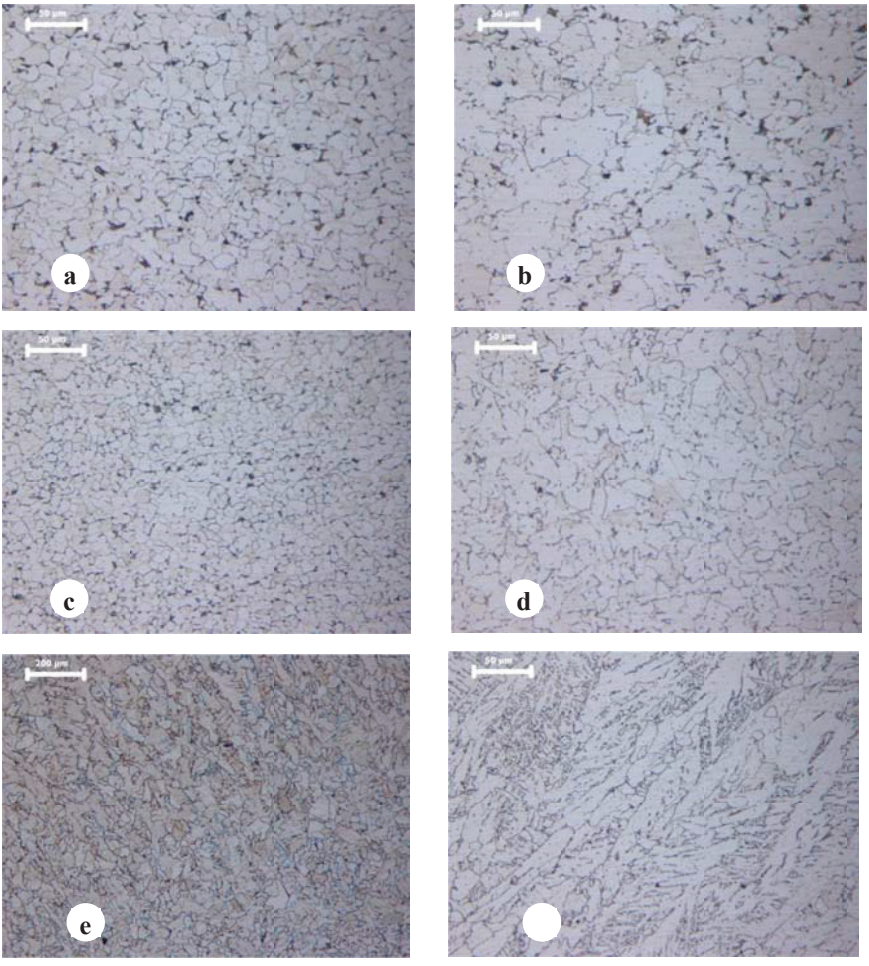
Resim 2.6. *AAX-1 kodlu numunede esas metalin hadde yönünde mikro yapısı; X50 (solda), X200 büyütme (sağda)*



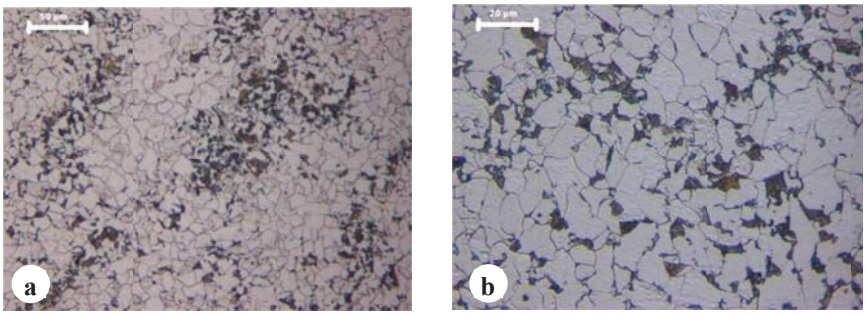
Resim 2.7. *AAX-1 kodlu numunede kaynaklı bölgenin mikro yapısı; a) esas metal, b) kısmen dönüşmüş bölge, c) ince taneli bölge, d) iri taneli bölge, e) kaynak metali ve f) kaynak metali*



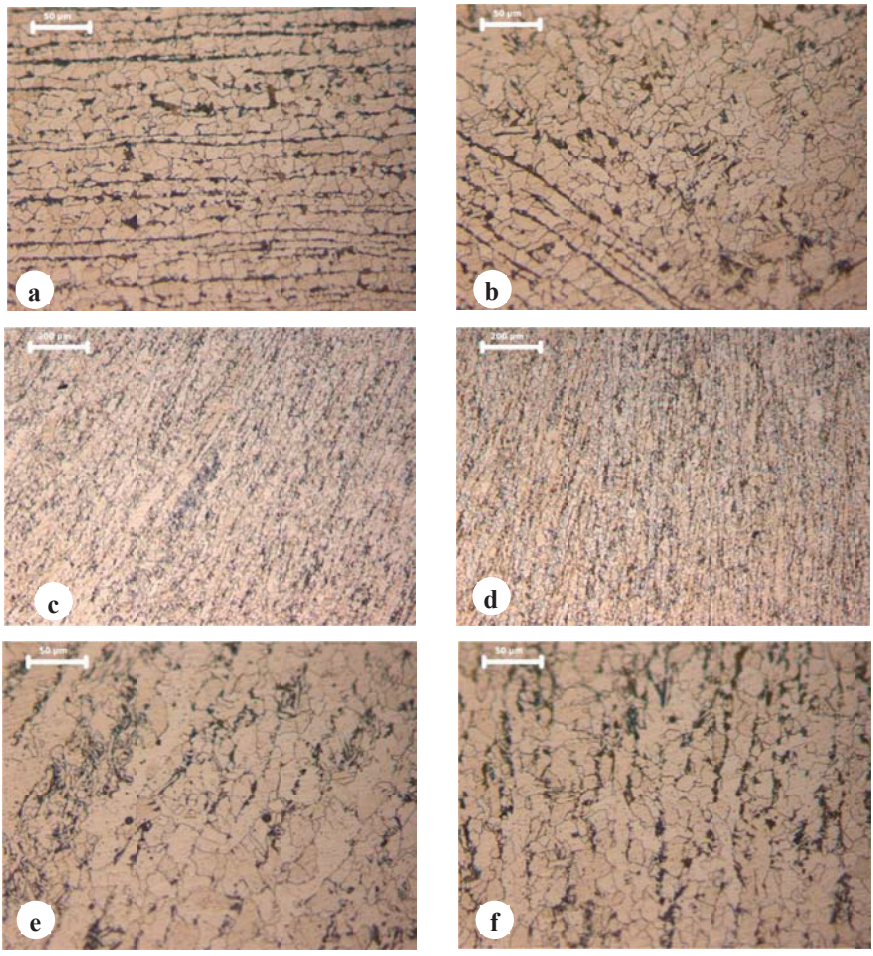
Resim 2.8. *AAX-2 kodlu (çekme numunesi alınan) parçada esas metalin hadde yönünde mikro yapısı; a) X200, b) X500 büyütme*



Resim 2.9. *AAX-2 kodlu (çekme numunesi alınan) numunede kaynaklı bölgenin mikro yapısı; a) esas metal, b) kısmen dönüşmüş bölge, c) ince taneli bölge, d) iri taneli bölge, e) kaynak metali ve f) kaynak metali*



Resim 2.10. *EVAAX kodlu numunede esas metalin hadde yönünde mikro yapısı; a) X200 b) X500*



Resim 2.11. *EVAAX kodlu numunede kaynaklı bölgenin mikro yapısı; a) esas metal, b) geçiş bölgesi, c) ve d) kaynak metali (X50 büyütme), e) ve f) kaynak metali (X200 büyütme)*

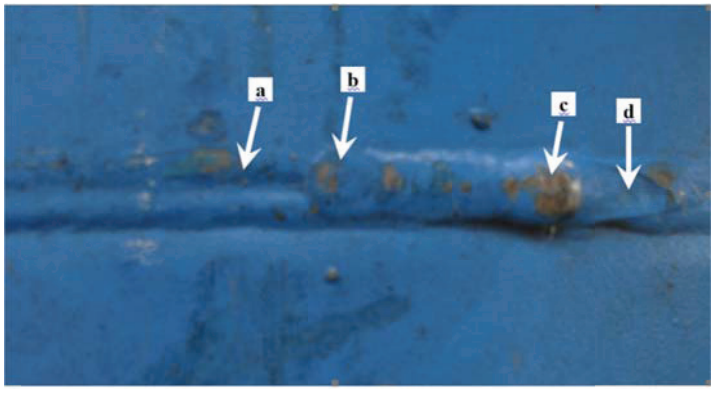
2.6. Kaynaklı Bölgenin Gözle Muayenesi (Makroskobik inceleme)

Gözle muayene TS EN 970 standardına uygun olarak yapılmıştır. EVAAX marka LPG tüplerinin çevresel kaynaklı bölgelerinde gözle inceleme sonucunda kaynak dikişinde genişlik ve yüksekliğin belirli bir düzen içerinde olduğu görülmektedir. Kaynak dikişinde herhangi bir düzensizlik, yanma oyukları ve benzeri hatalara rastlanmamıştır (Şekil 2.12). Bu durum kaynak dikişlerinin otomatik kaynak yöntemleri ile yapıldığını göstermektedir.

AAX tüp üzerinde yapılan incelemede ise, kaynak dikişlerinin düzensiz, standartta (Madde 8.2.d ve 8.4.a) belirtilen şartların aksine dikişlerin homojen yükseklik ve genişlikte olmadığı ve kaynak parametrelerinin uygun seçilmemesi sonucu ergime fazlalığına bağlı büzülme çökmelerinin olduğu, kaynak havuzu ve kaynak dikişi düzensizliklerinin olduğu görülmüştür (Şekil 2.13. Şekil 2.14). İncelenen numunelerde kaynak dikişlerinde ergime noksanlığı ve nüfuziyet azlığı görülmemiştir.



Şekil 2.12. *EVAAX marka tüpte kaynak dikişinin görünümü. Dikişte herhangi bir düzensizlik ve süreksizlik görülmemektedir.*



Şekil 2.13. *AAX marka tüpte kaynak dikişinin görülen hatalar. (a) Dikişte kaynak merkezinde çökme, (b) kaynak krateri, (c) kaynak ek yeri yükseltisi, (d) düzensiz ve iç bükey dikiş hatası.*



Şekil 2.14. *AAX marka tüpte kaynak dikiş hataları. (a) Dikişte kaynak birleşme yerinde yüksekti ve çökme bölgeleri, (b ve c) kaynak dikişinde düzensiz form ve iç bükey kaynak hatası.*



Şekil 2.15. *Patlayan tüp, beklenenin aksine küçük parçalar halinde ana malzemeden ayrılmıştır.*

3. SONUÇLAR ve DEĞERLENDİRME

05 Kasım 2021 tarih ve 14-6/385 sayılı yazıya istinaden başlatılmış olan patlamış ve patlamamış 3 adet tüp ile parça halinde getirilen tüpler metalurjik ve mekanik özellikler açısından incelenmiş olup sonuçlar yukarda verilmiştir:

1. Malzeme et kalınlığı ölçümü neticesinde kalınlıkların TS 55 EN 1442'ye uygun olduğu,
2. AAX-1 ve AAX-2 kodlu numunelerin kimyasal bileşim analizlerinde S miktarının fazla olduğu, EVAAX kodlu numunede ise Mn miktarı fazla olduğu tespit edilmiştir. Numunelerin tamamında TS 10120'de belirtilen kimyasal bileşim haricinde bulunmaması gereken kalıntı alaşım elementleri olan Cr, Ni, Mo, Cu, B ve Sn görülmüştür. Bu elementlerin standartlarda belirtilen değerlerden fazla olması malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkileyeceği,
3. TS 138 EN 10002'ye uygun olarak gerçekleştirilen oda sıcaklığı çekme deneylerinin standarda uygun olduğu,

4. TS 55 EN 1442'ye uygun olarak gerçekleştirilen eğme deneyi numunelerinin standarda uygun olduğu,
5. Metalografik numune incelemesi neticesinde AAX-1 ve AAX-2 kodlu tüplerde tipik kaynak bölgesi mikro yapıları kaynak sonrası ısıl işlemsiz yapılara benzemektedir. Bu sonuçlardan kaynak işlemi sonrası malzemelere yeterli ısıl işlem (normalizasyon veya gerilim giderme tavlaması) uygulanmadığı kanaatine varılmıştır. EVAAX Kodlu numunede ise yukarıda sayılan yapılar ayrı ayrı görülmeyip homojen bir tane yapısı görülmüştür. Bu durum, bu malzemede kaynak işlemi sonrası uygun ısıl işlem uygulandığı kanaatini oluşturmuştur,
6. TS EN 970'e göre yapılan kaynaklı bölgenin gözle muayenesi neticesinde EVAAX marka tüpte kaynak dikişlerinde herhangi bir hataya rastlanmamıştır. AAX-1 ve AAX-2 kodlu tüplerin çevresel kaynak dikişlerinde çökme, kaynak krater hatası, kaynak ek yeri yükseltisi, düzensiz ve iç bükey dikiş hataları gibi kaynak hatalarına rastlanmıştır.
7. Ayrıca patlama neticesinde kopan parçaların çok küçük şarapnel şeklinde blok malzemeden ayrılması da malzemeye uygulanan ısıl işlemin uygun olmadığı görüşünü kuvvetlendirmiştir. AAX-1 ve AAX-2 kodlu tüpler üzerlerinde bulunması gereken kontrol amaçlı test tarihleri ile ilgili bilgilere rastlanamamıştır.

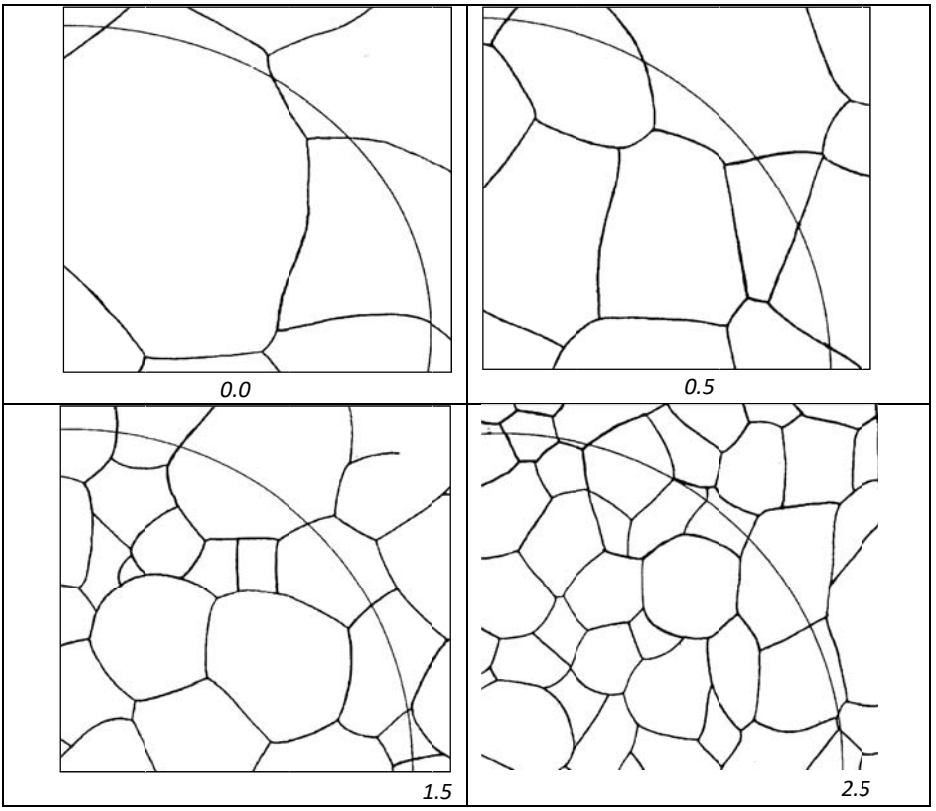
EK 3

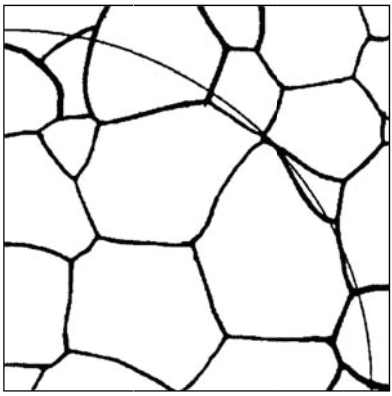
ÇELİKLERİN GÖRÜNÜR TANE BÜYÜKLÜĞÜ TAYİNİ İÇİN STANDART KART ÖRNEKLERİ

(ASTM E 112'den alınmıştır)

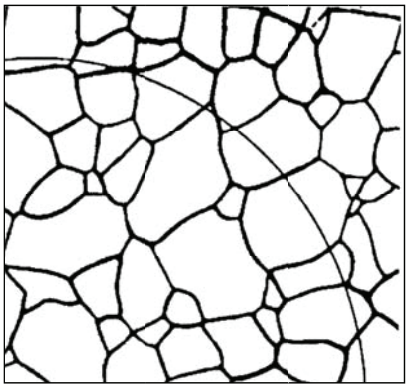
Not: *Büyütmenin 100X olması durumunda G standart indisi, standart diyagram numarasına eşittir. Büyütmenin 100X'den farklı olması durumunda, indis de farklıdır. Her standart diyagramın altında verilen çizelge tane büyüklüğü ile büyütme değerleri arasındaki ilişkiyi vermektedir.*

Şekil EK 3 A. *İkiz olmayan tane yapısı karşılaştırma kartları. Bu kartlar 100X büyütme ile elde edilmiş karşılaştırma kartlarıdır. Bunların mukayese amaçlı kullanımları nedeniyle büyültülmesi veya küçültülmesi uygun değildir. Ancak sayfaya sığdırabilmek amacıyla büyütmede değişiklik yapılmadan numunelerin sadece ¼'ü alınmıştır. Standartta 00, 0, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5… den 10 a kadar toplam 22 adet karşılaştırma kartı bulunmaktadır. Burada örnek olması bakımında bütün kartların yerine bir atlanarak toplam 12 kart verilmiştir [13].*

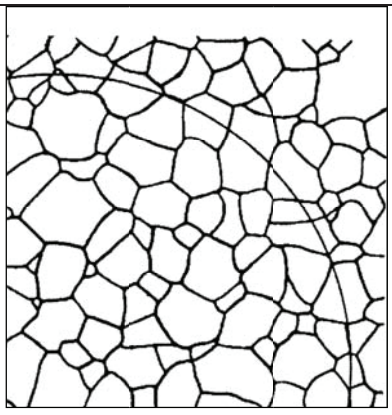




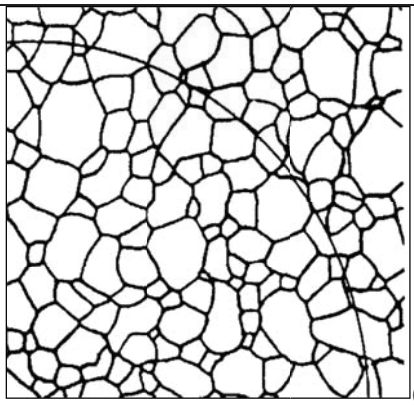
3.5



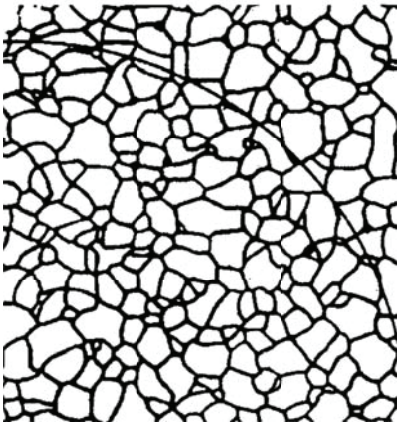
4.5



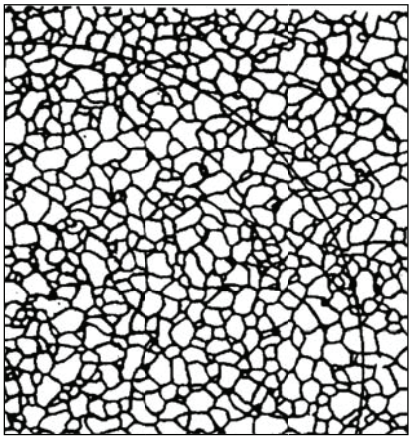
5.5



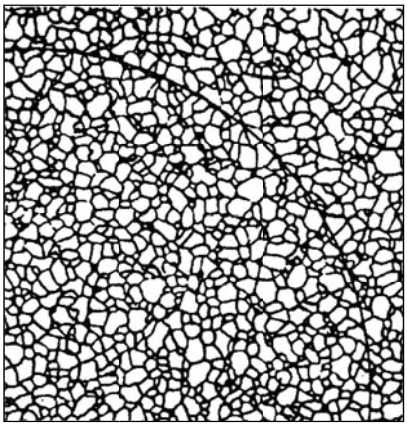
6.5



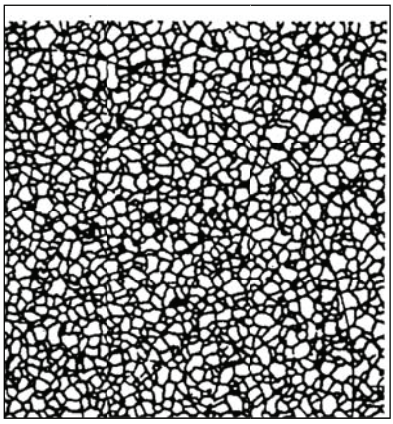
7.5



8.5



9.5



10

KİTAPTA YARARLANILAN DİĞER KAYNAKLAR

1. Geçkinli E., Metalografi, İTÜ yayınları, 1989.
2. http://www.yavuzmusavirlik.com/aktek/dokum-hatalari/pik-dokum-sfero-dokum-celik-dokum-hatalari-kum-kalintisi.asp
3. Türker M., Aluminum Based Metallic Foams Produced Via Powder Metallurgy Process, International Porous And Powder Metallurgy, Syposium And Exhibition, 15-18 September 2015, Çeşme, İzmir, Turkey (Invited Speaker).
4. *Advanced Steels Metallurgy Industry Press; Springer; Edts: Yuqing Weng, Hang Dong, Yong Gan, Beijing, China, 1978.*
5. Petzow G., Metalographic Etching, American Society for Metals, 1978.
6. Porosity Classification System Helps Determine Solutions to Casting Leaks, http://www.impco-inc.com/technical/porosity-classification.
7. https://www.metallographic.com/Metallographic-Etchants/Metallography-Etchants.htm (PACE Technologies www metallographic.com).
8. David A. Scott, Metallography And Microstructure Of Ancient And Historic Metals, The Getty Conservation Institute The j. Paul Getty Museum In Association With Archetype Books, 1991 (e-Book).
9. TS CR 12361/Nisan 1999, Metalik Malzemeler - Kaynaklarda Tahribatlı Muayene - Makroskopik Ve Mikroskopik Muayene İçin Dağlayıcılar.
10. George F. Vander Voort, Metallography Principles and Practice, ASM International, 2007.

DİZİN

α–Al_2O_3, 78
120^O Açılı Tane, 26
3Dp, 411, 413, 414, 415, 416

A
A, B, C, D ve DS Kalıntı Grupları İle İlgili ISO Diyagramları, 227
Abrams Üç Daire Yöntemi, 198, 255
Akma Çizgileri, 6, 12, 13, 22,29, 30, 31, 69
Akrilikler, 106, 118, 122
Al Köpük, 52, 54, 55
Al_2o_3, 80, 89, 98, 102, 130, 131, 135
Alan Çözümleme, 198, 204, 206
Alan Ölçme Yöntemi, 198, 262
Alaşım Segregasyonu, 40
ALN, 78, 128
Al-Si Alaşımları, 368
Alt Soğuma, 25
Altın Kaplama Ünitesi, 102
Altib, 15
Alumix 231, 139, 140
Alüminyum ve Alaşımları, 65, 364
Ana Metal, 35, 37
Asal Gaz Yoğuşturma Yöntemi, 409
Asiküler, 13
Asitli Çözeltilerle Makro Dağlama, 6
Astigmatizm, 158, 179, 180, 181
ASTM Kart I, 218, 220
ASTM Kart II, 218
ASTM Kart III, 219
ASTM Kart IV, 219
Aşındırarak Kesme, 83, 84, 86, 87, 88, 89, 90, 96
Aşındırıcılar, 87, 129
Atomik Hidrojen, 22
Atomik Yapı, 9, 24

B
Bakalite Alma, 110
Bakalitler, 110, 112, 113
Bakır ve Alaşımları, 68, 376
Bant Tipi Zımparalama, 126
Baumann Print, 47
Bazı Metal ve Alaşımlarının Mikro Yapıları, 266
Bazı Önemli Dağlama Yöntemleri, 144
Benekli Dökme Demir Mikro Yapıları, 359
Benekli Dökme Demirler, 345
Beyaz Dökme Demir Mikro Yapıları, 352
Beyaz Dökme Demirler, 343
Beynit, 266, 283
Bileşim, 44, 62
Birden Çok Metale Uygulanabilmeli, 10
Boşluklar, 21
Boyuna Kesit Alınması Gereken Konular, 80
Boyuna Kromatik Kusurlar, 158
Bozunum Analizleri, 13
Bozunum Analizleri, 48
Büzülme Çatlamaları, 17

C
Co Esaslı Süperalaşımlar, 390
Cr_2O_3, 102, 130, 131, 135
Cüruf, 17, 18, 20, 42, 62, 64

Ç
Çatlak/Kırılma Oluşum Nedenleri, 57
Çeker Ocak, 9, 11
Çekirdekleşme, 23, 25, 27, 28, 45, 50
Çekme Boşlukları, 19
Çekme Gözenekleri, 19
Çeliğin Kükürt Bileşenli Kalıntıları, 42
Çeliklerin Görünür Tane Büyüklüğü Tayini İçin Standart Kart Örnekleri, 198, 497
Çeliklerle İlgili Sınıflandırma, 267
Çeşitli ferritik malzemelere ait mikro yapılar, 309
Çeşitli Isıl İşlem Yapıları, 266, 294
Çil Yapı, 26, 27
Çizikler, 139
Çok Kristalli Malzemede Kırılmanın Sınıflandırılması, 58

Çökelti Sertleşmeli Ni Esaslı Süperalaşımlar, 389

D
Dağlama Oyukları, 51
Dağlama, 144
Dağlayıcılar, 456
Dağlayıcılarla İlgili Güvenlik Kuralları, 155
Dahili Çatlaklar ve Pulcuklar, 22
Dairesel Kesişme Yöntemleri, 198, 253
Deformasyon Derinliği, 84, 85, 86, 87, 127, 128
Deformasyon, Yeniden Kristalleşme ve Tane İrileşmesi, 266, 290
Değişime Uğramamış Bölge, 36
Dekarburizasyon Bölgesi, 22
Dekarbürizasyon, 6, 12, 13, 34, 48, 49
Demir Dışı Metal ve Alaşımlarının Makro İncelemesi, 65
Demir Esaslı Malzemeler, 266, 267
Dendritik, 13, 16, 23, 25, 26, 33, 34, 40, 41, 68, 69
Deney Numunelerinin Alımı ve Hazırlanması, 198, 216
Deney Raporu, 198, 265
Derin Dağlama, 5, 6, 9, 23, 27, 31
Desikatör, 92, 124
Dialil Ftalat Reçineleri, 112
Dikkat Hf!, 11
Dislokasyon ve Partikül Yapıları, 438
Distorsiyon, 158, 181
Doğrusal Çözümleme, 198, 204, 208
Doğrusal Kesişme Metodu, 214
Doğrusal Kesişme Yöntemleri, 198, 245
Dökme Demirler, 339
Dökme Demirlerde Grafit Mikro Yapısının Tayini, 198, 234
Döküm Hataları, 6, 13, 14, 26
Döküm Kalıplama, 109
Dubleks Tane Yapısı, 198, 258
Düzensiz Şekilli Taneler, 67
Düzensiz Tane Yapılı Malzemeler, 198, 258

E
Ek ve Katman Gibi Hatalar, 21
Ekstrüzyon, 6
Elektriksel (Elektrolitik) Dağlama, 145, 151
Elektrolitik Parlatma, 120, 135, 137, 138, 153
Elmas Diskler, 91
Elmas Süspansiyonlar, 136
Enine Kesit Alınması Gereken Konular, 80
Enine Kromatik Kusurlar, 158
Eş Eksenli, 13, 20, 26, 27, 28, 41
Eşitli Ferritik Malzemelere Ait Mikro Yapılar, 310

F
Farklı Karbon Oranlarına Sahip Çeliklerde Optik Mikro Yapılar, 304
Faz Oranlarının Belirlenmesi, 198, 201
Fazlararası Yükseklik Farkı, 141
Fe Esaslı Süperalaşım, 81, 82, 389
Fe-C Denge Diyagramı, 35
Ferrit Bantlaşması, 13
Ferrit, 266, 271
Fes, 42, 43
Fil Derisi Hatası, 17

G
Gaz Boşlukları, 17
Gerilme Giderme, 288
Gerinim İzleri, 31
Gevrek Kırılma Örnekleri, 58, 60
Görme Merceği, 158
Görüntü Analiz Cihazı, 158, 189
Görüntü Sayımı, 214
Görüntünün Çarpılması, 158
Görüntünün Elde Edilmesi, 158
Görüntünün Kavislenmesi, 158
Gözenek Doldurma İşlemi, 122
Gözenek, 13, 22, 46, 52, 53, 54, 63, 68
Gözenekli Yapılar, 52
Grafitin Biçim, Dağılım ve Büyüklükle Gösterilmesi, 198, 235
Gri Dökme Demir Mikro Yapıları, 349
Gri Dökme Demirler, 342
Grup A (Sülfür Tipi), 225
Grup B (Alümina Tipi), 225
Grup C (Silikat Tipi), 226
Grup D (Küresel Oksit Tipi), 226
Grup DS (Tek Küre Tipi), 226
Gümüş Nano Tozlar, 409
Güvenirlilik, 212
Güvenli Olmalı, 11

H
Hacim Oranı Hesaplamaları İle İlgili Örnekler, 213
Hacim Oranı Hesaplamaları, 198
Hadde İngotlarda Makroskobik Gözlemler, 20
Hall-Petch Eşitliği, 199
Hassasiyet, 213, 254

Hilliard Tek Daire Yöntemi, 198, 253
Homojen Etki, 9

I
I. Tür Sülfür Kalıntıları, 44
II. Tür Sülfür Kalıntıları, 45
III. Tür Sülfür Kalıntıları, 45
IN 718, 78, 79, 152, 156
Isı Tesiri Altındaki Bölge, 35
Isıdan Etkilenen Bölge, 35
ITAB, 74, 80
ITAB, 6, 13, 35, 36, 37, 39
IV. Tür Sülfür Kalıntıları, 44, 45

İ
İğne Başı Hatası, 17
İki Veya Daha Fazla Faz İçeren Alaşımlar, 198
İkinci Fazlar, 29
İlave İşlemler, 10
İletken Kalıplama, 106, 120
İnce Taneli Bölge, 36
İngot, 22, 26, 27, 34, 40, 66
İnhibitör, 87, 96
İnklüzyon Uzantılarının Tespiti, 48
İnklüzyon, 6, 7, 10, 11, 13, 47, 64
İri Taneli Bölge, 36
İstatiksel Analizler, 198, 263
İstatistiki Yöntemlerden Kaynaklanan Hatalar, 212

J
Jeffries Alan Ölçme Yöntemi, 198, 239
Kaba Kum Kalıntı Hatası, 18

K
Kaba Taneli Aşındırıcılar, 87
Kalıplama (Bakalite Alma), 104
Kalıplama Malzemeleri ve Yaklaşık Sertlik Değerleri, 106
Kalıplama Örnekleri, 109, 114, 117
Kalite Kontrol, 64
Kalsiyum Üfleme Metodu, 42
Kaplama, 80, 100, 101
Karbürizasyon, 13, 22
Karbürleme, 6, 13, 49
Karıncalanma, 17, 18, 22
Karşılaştırma Kart Metodu, 198, 220, 262
Karşılaştırma Kartları, 198, 204
Katı Çözelti Dayanımlı Ni Esaslı Süperalaşımlar, 388
Katılaşma Yapıları, 26
Katılaşma Yapılarının İncelenmesi, 23
Katodik Dağlama, 145
Kauçukla Tutturulmuş Aşındırıcılar, 88
Kayma Bantı, 32, 139
Kaynak Bölgesi, 35
Kaynak Metali, 35, 36
Kaynar Döküm, 33, 34
Kesişme Yöntemi, 198, 245, 249, 263
Kesme Hatası, 85
Kesme, 83, 84, 86, 87, 89, 90, 101, 127, 132
Kırık Yüzey Analizi, 423
Kırık Yüzey Karşılaştırma Kart Yöntemi, 198, 223
Kırık Yüzey Numune Seti, 59
Kırık Yüzey, 56
Kırma, 97
Kısmen Dönüşmüş Bölge, 36
Kimyasal Dağlama, 145
Kimyasal Homojenlik, 13
Kirkendall Gözenekleri, 52, 53
Klips, 107
Knoop, 442, 443, 444, 445, 446, 448, 450, 451, 455
Koma, 158, 179, 180, 181
Kompozit Yapılar, 405
Kompozitlerde Matris-Takviye Elamanı Arayüzey Yapısı, 63
Kontak Print, 46
Kontakt Baskı, 46
Kullanılan Cihazdan Kaynaklanan Hatalar, 212
Kum Kalıntı Hatası, 18
Kuru Kesme, 87
Kuyruklu Yıldız Şekilli Hatalar, 142
Küresel Grafitli Dökme Demir, 344, 355

L
Lazer Kaynağı, 36
Lazer Sinterleme, 413
Lunker Boşlukları, 51
Lunker Hataları, 50
Lüders Bantları, 32

M
Ma 956, 389, 390, 395, 435
Magnezyum ve Alaşımları, 383
Makasla Kesme, 85
Makaslama, 84
Makro Dağlama Süreleri, 8
Makro Dağlama Uygulama Alanları, 23
Makro Dağlama Uygulamaları, 6
Makro Dağlama, 6, 12, 153
Makro Segregasyon, 40

Martenzit, 266, 279, 280
Mekanik Alaşımlama (Ma) Yapıları, 404
Mekanik Fiberleşme, 29
Mekanik Kalıplama, 108
Meneviş Kırılganlık Deneyi Yöntemi, 232
Mercek Kusurları, 158
Merkez Bölgesi, 28
Merkez Gözenekleri, 22
Metal Mikroskobunun Bazı Önemli Parçaları, 158
Metal Olmayan Kalıntılar, 22
Metal ve Alaşımları İçin Yaygın Kullanılan Dağlayıcılar ve Özellikleri, 456
Örnek Rapor, 480
Metalik Olmayan Kalıntıların Standart Diyagramlarla Belirlenmesi, 198, 224
Metalik Segregasyonlar, 22
Metalografi İle İlgili Çeşitli, 220
Mikro Sertlik, 441
Mikroskobun Çözünürlülüğünden Kaynaklanan Hatalar, 212
Mikroskobun Uygulama Metodları, 158
MNS İnkizyonları, 79
MNS, 12, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 61
Modifikasyon, 26, 65

N
Negatif Segregasyon, 40
Ni Esaslı Süperalaşımlar, 388
Nicel Metalografi Sembolleri, 203
Nicel Metalografi Uygulama Alanları, 198
Nicel Metalografi, 198, 199, 201
Nitrürleme, 6, 12, 13, 288
Nokta Sayım Metodu, 198, 210, 213, 214
Normal Segregasyon, 40
Normalizasyon, 287
Numune Alma Bölgesinin Tespiti, 74
Numune Alma Yönleri, 77
Numune Alma, 74, 95
Numune Boşalması, 141
Numune Büyüklüğü ve Adedi, 91
Numune Hazırlamadan Kaynaklanan Hatalar, 211
Numune İşaretleme ve Saklama, 124
Numune Saklama, 92, 124
Numune Seviyeleme, 103

O
Objektif Mercek, 158
ODM 751, 80, 98, 124, 389, 390, 394, 395, 396, 435
ODS Alaşımları, 390
Oksitleme, 289
Oküler, 158
On Dört Yüzlü Tane Yapısı, 26
Optik Mikroskop İçin Numune Hazırlama, 73
Optik Mikroskop ve Uygulmaları, 158
Optik Mikroskop, 73
Oryantasyon, 6

Ö
Ölçme Yöntemleri, 198, 206, 217
Öldürücü Gaz, 11
Östenit, 266, 274, 276
Özel Baskı Yöntemleri, 46

P
Pariküllerin Yerinden Sökülmesi, 142
Parlak Karbon Kalıntısı, 20
Parlatma Cihazları, 135
Parlatma Diskleri, 132
Parlatma Sonrası Görülen Bazı Hatalar, 139
Parlatma, 96, 131, 134, 135, 137, 139, 142, 143
Patlama Oyukları, 22
Perlit, 266, 269, 276, 277, 283
Pm 2000, 28, 29
Polyesterler, 106, 118
Pozitif Segregasyon, 40
Pulcuklaşma, 13
Pullanma, 22

R
Reçine İle Tutturulmuş Aşındırıcı Diskler, 88
Renklendirme Dağlaması, 150

S
Saf Bakır, 68, 70
Sakin Döküm, 34
Seçici Dağlama, 149
Segregasyon, 6, 11, 12, 13, 16, 17, 28, 40, 41, 64
Sementasyon, 6, 13, 49, 72
Sementit, 266, 275
Sert Diskler, 89
Sertleştirilmiş Bölgeler, 21
Sertleştirme, 280, 288
Sferik Kusurlar, 158
Sıcak Basınçlı Kalıplama, 110
Sıcak Dağlama, 6, 7, 21
Sıcak Haddeleme, 6, 20, 21, 63, 64
Sıcak Kalıplama Cihazları, 111

Sıcak Kalıplamada Karşılaşılan Tipik Hatalar, 113
Sıcak Yırtılma, 17, 18
Sıvanma, 133, 134, 140, 141
Sıvanma/Deformasyon Bantları, 140
SİC, 89, 130, 131, 133, 154
Sinterleme, 3Dp ve Diğer Partikül Yapıları, 411
Soğuk Dağlamada, 7
Soğuk Kalıplama Malzemeleri, 116, 117
Soğuk Kalıplama Malzemelerinde Tipik Hatalar, 120
Soğuk Kalıplama, 106, 116
Soğutma Sıvıları, 96
Standart Karşılaştırma Kart Yöntemi, 198, 217
Sülfür Baskı, 47
Sülfür İnklüzyonları, 46
Sülfür Kalıntı Türleri, 44
Sünek Kırılma Örnekleri, 58, 60
Süper Isı, 23
Süperalaşımlar, 388
Süperalım Mikro Yapıları, 391
Sürtünme Kaynağı, 38
Sütunsal Taneli Bölge, 28
Sütunsal, 13, 23, 25, 26, 27, 28, 41, 66, 67

Ş
Şerit Testere, 84, 86

T
Tahribatlı, 5
Tahribatsız, 5
Takım Çelikleri, 8
Tam Tavlama, 287
Tane Boyutu Hesabı, 247
Tane Boyutu Ölçme, 198
Tane Boyutu Tespiti, 198, 216
Tane Boyutu, 33
Tane Ebadı ve Sertleşme Derinliği, 56
Tane Yapısı, 15
Tane Yönlenmesi, 13, 23
Temel Isıl İşlemler, 266
Temel Isıl İşlemler, 286
Temizleme, 94, 99, 100
Temper Dökme Demir Mikro Yapıları, 360
Temper Grafitli Dökme Demirler, 345
Temperleme, 288
Tercihli Yönlenme, 25
Termal Etkiler, 6, 13
Termal Genleşme, 17
Termoset Epoksiler, 119
Testere İle Kesme, 86
Ti(C,N) Parçacıkları, 79
Tin, 79, 80
Titanyum ve Alaşımları, 382
Titreşimli Yazıcı, 125
TM Yöntemi İle Üretilen Fe ve Ni Esaslı Süperalaşım Malzemelerine Ait Yapıları, 393
Toz Metal Malzemeler, 398
Toz Metal, 74
Toz Metalurjisi, 63
Türbin Kanatçığı, 25

U
Uzun Süre Kullanılmalı, 11

Ü
Üç Boyutlu Yazıcı, 64
Üçlü Kesişim Noktası Sayım Metodu, 198, 254

V
Vakumla Boşaltma Metodu, 122
Vermiküler Dökme Demir Mikro Yapıları, 361
Vermiküler/Kompakt Grafitli Dökme Demirler, 345
Vickers, 442, 443, 444, 445, 446, 448, 449, 451, 455

X
X Kaynak Ağzı, 36, 37, 70

Y
Yarı Sakin Döküm, 33, 34
Yaş Kesme, 87
Yeterlilik, 213
Yorulma, 61
Yönlü Katılaşma, 23, 25
Yöntemden Kaynaklanan Hatalar, 198, 211
Yöntemin Seçimi, 198, 212
Yumuşak Diskler, 89
Yüksek Sıcaklık Etkisi, 63
Yüzey Çatlakları, 21
Yüzey Hataları, 13, 21
Yüzey ve Altında Görülen Değişiklikler, 48
Yüzeylerin Temizlenmesi, 94

Z
Zaman, 213
Zımparalama, 95, 96, 125, 126, 128, 129, 130, 131, 133, 142



PROF. DR. MEHMET TÜRKER

1961 yılında Kayseri'de doğdu. 1985'te G.Ü. Teknik Eğitim Fakültesi Metalurji Bölümü'nden mezun oldu. 1987'de G.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü'nde Yüksek Lisansını, 1993'te İngiltere Leeds Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde doktorasını tamamladı. Aynı yıl yardımcı doçent, 1996'da doçent ve 2002'de profesör oldu. Çeşitli dönemlerde Anabilim Dalı Başkanlığı, Bölüm Başkanlığı, Fakülte Kurulu Üyeliği, Yönetim Kurulu Üyeliği, Üniversite Senato Üyeliği, Üniversitelerarası Kurul Üyeliği (ÜAK) ve Rektör Yardımcılığı görevlerinde bulundu.

Doktora sonrası çeşitli dönemlerde, Almanya Bremen Frounhofer Araştırma Merkezi'nde "Nano Malze meler" ve "Lazer Sinterleme" konularında araştırmalarda bulundu ve ortak projeler yaptı. Milli Savunma Bakanlığı, TÜBİTAK, FP7, DPT, BAP ve Avrupa Birliği projeleri gibi çok sayıda projenin yürütücülüğünü gerçekleştirdi.

Çok sayıda kitapta editörlük yapan ve bilimsel toplantı/konferanslar düzenleyen Prof. Dr. Mehmet Türker, yurt içinde ve yurt dışında uluslararası bilimsel toplantılara çağrılı konuşmacı olarak katıldı. Yayınlarından bazıları çeşitli yabancı dillere çevrildi. Birçok bilimsel ödülü bulunan Prof. Dr. Mehmet Türker'in uluslararası bilimsel dergilerde yüzlerce eseri yayımlandı. Çok sayıda yüksek lisans ve doktora öğrencisi yetiştirdi. Türk Toz Metalurjisi Derneği kurucu üyeliği ve başkanlığı yaptı. 2019-2022 arasında Kırıkkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde çalışan Türker, halen Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde görevine devam etmektedir.

Prof. Dr. Mehmet Türker evli ve iki çocuk babasıdır.

ISBN 978-625-00-1806-4