



KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ  
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ  
LABORATUAR FÖYÜ

## **SEDİMENTASYON DENEYİ**

**Doç. Dr. Temel VAROL**

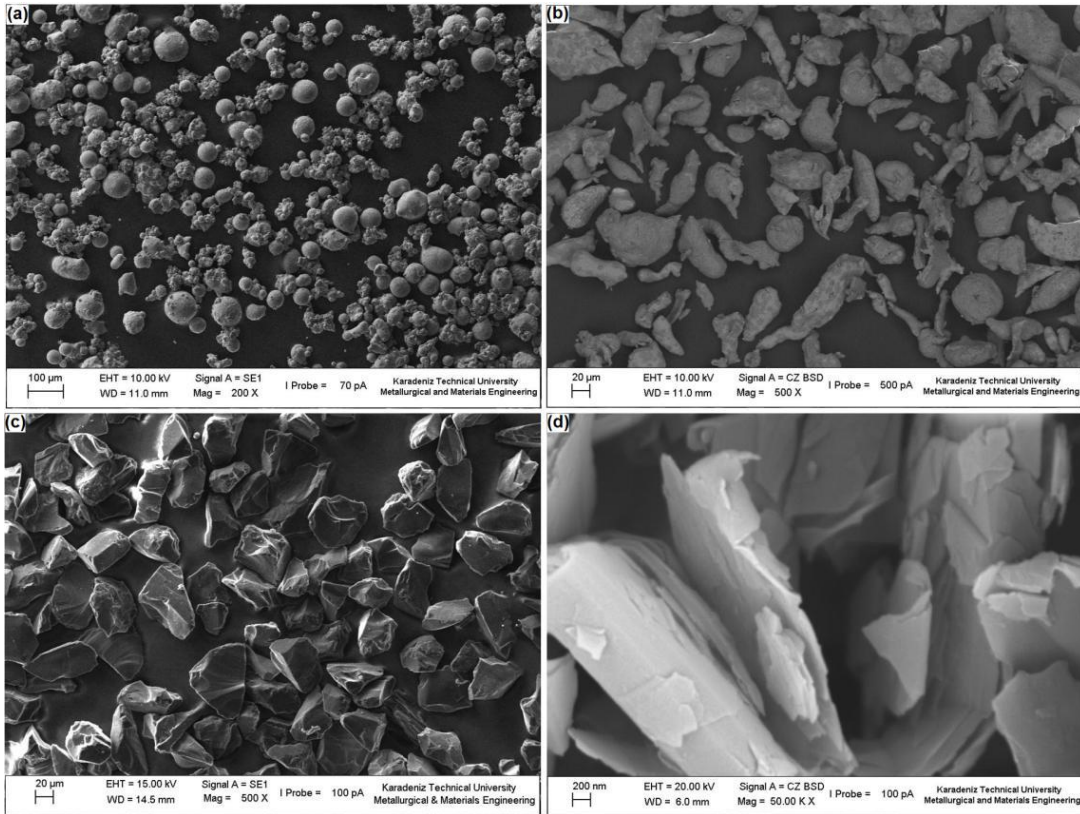
Ekim 2022

Trabzon

**Deneyin Amacı:** Sedimentaston (Çöktürme) yöntemi ile parçacık boyutlarının belirlenmesi

## 1. Giriş

Makro, mikro ve nano boyuttaki toz veya parçacık kullanımı metal, seramik, ilaç ve gıda endüstrilerinde her geçen gün daha da yaygınlaşmaktadır (Şekil 1). Ayrıca zararlı toz veya parçacıkların çevre ve insan sağlığı üzerindeki etkileri de araştırmacılar için önemli bir çalışma konusudur. Yukarıda belirtildiği gibi ister üretim amaçlı ister sağlık sebebiyle olsun kullanılan veya incelenen toz parçacıklarının temel karakteristik özelliklerinin bilinmesi gereklidir.



**Şekil 1.** Toz parçacıkları, (a) küresel bakır tozları, (b) çubuksu Alüminyum tozları, (c) Köşeli bor karbür tozları, (d) pulsu nano grafen tozları

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği açısından toz parçacıklarının önemi temel bir üretim yöntemi olan Toz Metalurjisi yöntemi için ilk basamağı oluşturmalarıdır. Toz metalurjisi yönteminin başlangıç aşamasını temsil eden metal toz parçacıkları, mekanik üretim yöntemleri, elektroliz yöntemi, kimyasal üretim yöntemleri ve atomizasyon yöntemleri kullanılarak üretilmektedir. Farklı üretim yöntemleri kullanılarak üretilen metal tozlarının morfoloji, parçacık boyutu, akış hızı, spesifik yüzey alanı, kristal boyutu ve görünür yoğunluk özellikleri farklı karakterizasyon yöntemleri kullanılarak incelenmektedir. Ayrıca nihai malzemeye ulaşıncaya kadar uygulanan ara işlemler sonucunda da toz özelliklerinde değişiklikler meydana gelebilmektedir. Metal toz parçacıklarının sahip olduğu özellikler bu

toz parçacıkları kullanılarak üretilecek olan toz metalurjisi ürünlerinin fiziksel ve mekanik özelliklerini etkileyeceğinden bir metal toz kütesine ait bütün özelliklerin ayrıntılı bir şekilde bilinmesi gerekmektedir. Metal toz karakterizasyonunun önemli adımlarından biri olan parçacık boyutu belirleme işlemi sonucunda elde edilecek parçacık boyutu verileri toz üreticisi açısından metal toz üretim yönteminin üretim homojenliğini ortaya koyan oldukça önemli bir bilgidir. Başlangıç tozlarının çeşitli amaçlar doğrultusunda birtakım işlemlere maruz kalması durumunda da oluşan yeni toz boyutu değerlerinin bilinmesi üretici ve araştırmacılar açısından oldukça önemlidir. Ayrıca üreticinin belirttiği toz boyutu değerlerinin kullanıcı tarafından test edilerek parçacık boyutu değerlerinin doğruluğunun araştırılması ticari üretim ve bilimsel araştırma çalışmalarında uygulanan önemli bir adımdır. Yukarı belirtilen amaçlar doğrultusunda araştırmacılar farklı analiz yöntemlerini kullanarak toz kütesine ait parçacık boyutlarını araştırmaktadır.

## **2. Parçacık Boyut ölçümü**

Toz'un bölünemeyen en küçük birimi olan ve genellikle mikrometre ( $\mu\text{m}$ ) veya mikron ile ifade edilen parçacık boyutunu belirlemek için çeşitli yöntemler kullanılmaktadır.

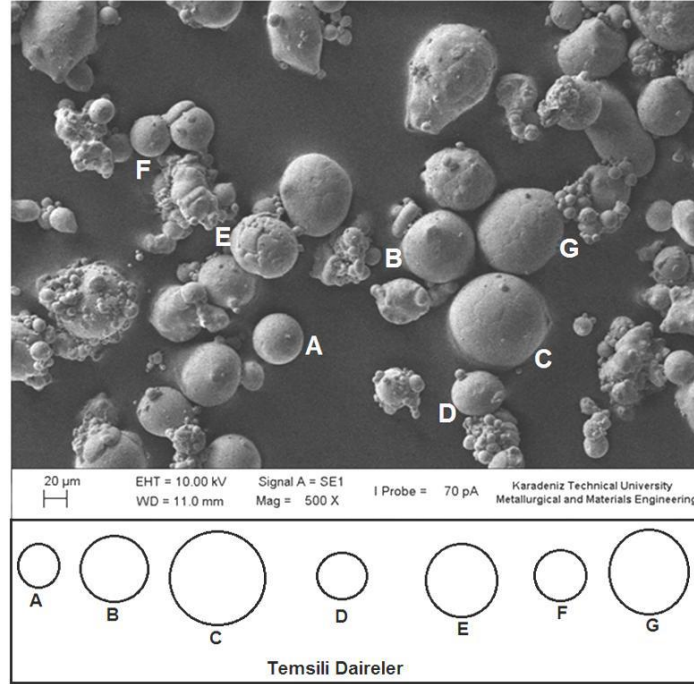
- Mikroskop ile inceleme
- Elek Analizi
- Lazer Işık Saçılımı ve Kırınımı
- Sedimentasyon
- Elektriksel Alan Algılaması
- Işık Engelleme
- X-Işını Teknikleri

Yukarıda ifade edilen ve farklı prensipleri kullanarak parçacık boyutunu belirleyen ölçüm yöntemlerinden ilk dördü yaygın olarak kullanılmaktadır.

### **2.1. Mikroskop ile Parçacık Boyutu Ölçümü**

Bu yöntemde optik veya taramalı elektron mikroskobu ile elde edilen görüntü uygun yazılıma sahip bilgisayar programları ile sayısallaştırılarak hangi boyutta kaç adet toz olduğu tespit edilerek parçacık boyutu belirlenebilmektedir. Parçacık boyutu belirleme yazılımları genellikle ölçülerini kendileri belirledikleri daireleri görüntü üzerindeki parçacık şekilleri ile eşleştirerek bu işlemi gerçekleştirmektedir. Bu yöntemde parçacık şekilleri küresel morfolojiye ne kadar yakın ise parçacık boyutu değerlerinin doğruluğu da o oranda artmaktadır. Mikroskop ile parçacık boyutu ölçüm yönteminin temeli mikroskoptan alınan morfoloji resimlerindeki ölçüm skalası aracılığıyla resmi inceleyen kişinin yapmış olduğu

tahmindir. Birçok arařtırmacı paracık boyutunu tam olarak belirlemeden nce morfoloji resimlerini inceleyerek yaklařık bir paracık boyutu tahmini yapabilmektedir. Bu yntemle hassas lm yapılabilmesi iin daire-paracık eřleřmesinin saęlıklı olarak yapılmasını nleyecek paracık topaklanmalarının nne geilmelidir. Őekil 2’de verilen morfoloji resmi incelendięinde toz ktlesinin farklı paracık boyutuna sahip kresel paracıkları ierdięi grlmektedir. Bu kresel paracıkları Őeklin altında verilen ve apları bilinen dairelerle eřleřtiren uygun yazılımların kullanımıyla paracık boyutu belirlenebilmektedir.

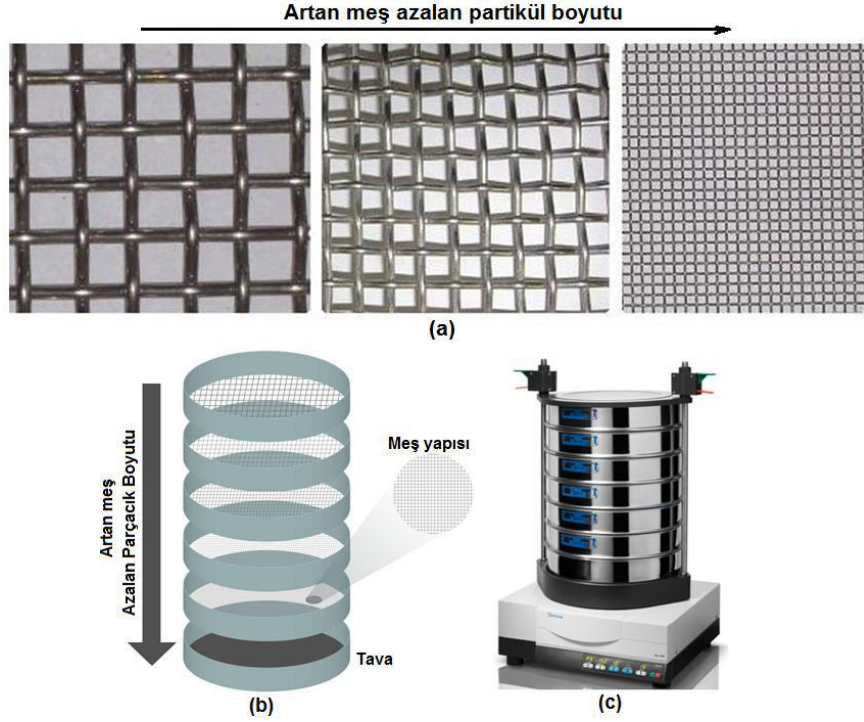


**Őekil 2.** Paracık morfolojisi ve temsili daire eřleřmeleri

## 2.2. Elek Analizi

Elek analizi yntemi byk boyutlu paracık daęılımına sahip toz ktlesinin paracık boyutu daęılımları iin olduka elveriřli olan ve zellikle cevher hazırlama iřlemlerinde yaygın bir Őekilde kullanılan bir yntemdir. Bu yntem metal toz paracıkları iin de kullanılmakla birlikte yavaş yavaş yerini ileri paracık boyutu lm tekniklerine bırakmaktadır. Bu yntemde eřit aralıklı tellerden oluřan ve paslanmaz elikten retilen bir kare ızgara elek elemanını oluřurmaktadır (Őekil 3a). Birim uzunluęa sahip tel sayısı elek boyutunu belirler ve mesh olarak isimlendirilir. Byk elek deęeri kk aıklık deęerini ifade etmektedir. Elek boyutu olarak bir inteki tel sayısı kabul edilmektedir. Paracıkların kendi aralarında oluřturduęu topaklanmalar ve eleęe yapıřmaları nedeniyle ok kk elek aıklıklarının kullanılması tercih edilmez. Elek analizi, eleklerin azalan elek aıklıklarında istiflenmesi ile bařlar (Őekil 3b). En kk aıklık boyutu en altta olmak zorundadır. Toz ktlesi en stteki eleęe konur ve elek takımı 15 dakika sre ile titreřime tabi tutulur (Őekil 3c).

İşlem tamamlandıktan sonra her bir elek üzerindeki toz tartılarak her bir aralığın toz kütlesi içerisindeki yüzdesi hesaplanır. Bir elekten geçen toz – işareti ile eleğin üzerinde kalan toz ise + işareti ile ifade edilmektedir. Örneği -90/+63 eleklik toz, 90 mikron boyuta sahip elekten geçmiş fakat 63 mikronluk elekten geçmemiştir. Dolayısıyla parçacıklar 63 mikron ile 90 mikron aralığındadır.

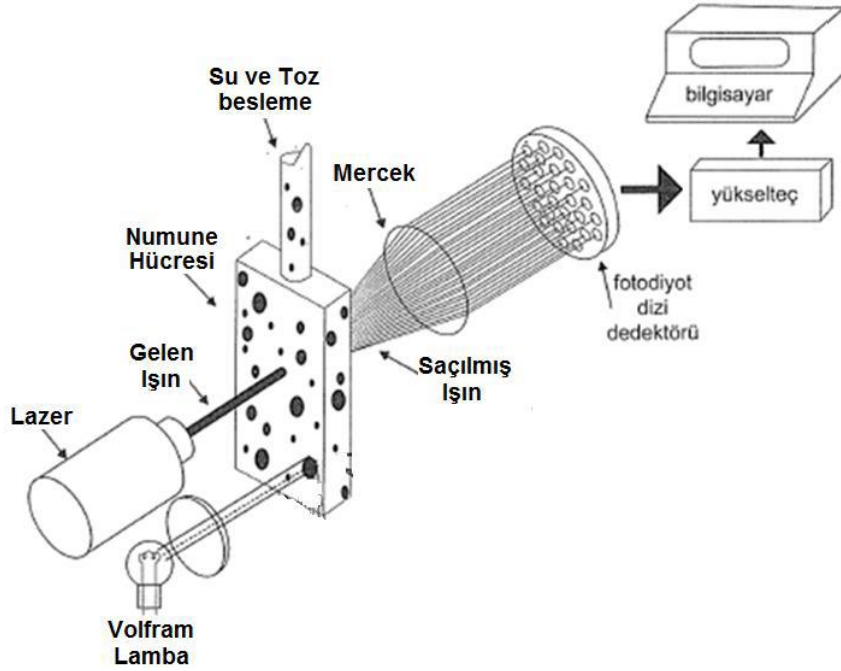


Şekil 3. Elek Analizi

### 2.3. Lazer Işık Saçılımı ve Kırınımı

Lazer kırınım yönteminde parçacıkların boyutu ile ışınların kırılma açısı arasındaki ters orantı ilişkisinden yararlanılmaktadır. Lazer kırınım yönteminde, parçacıklar hareketli bir akışkan içinde dağıtılır ve dağılmış olan bu parçacıklar üzerine gönderilen lazer ışınları parçacıklara çarparak kırılır. Hareketli akışkan içerisindeki katı parçacık miktarı hacimce %1'den daha azdır. Parçacıklara çarparak kırılan ışınlar bir mercekten geçtikten sonra dedektör üzerine düşürülmektedir. Dedektör üzerine yansıtılan ışınlar bir dönüştürücü vasıtasıyla sayısallaştırılarak bilgisayar aracılığıyla tane büyüklüğü ve yüzdesi hesaplanmaktadır. Ölçüm hassasiyetini artırmak için birden fazla detektör kullanılabilir. Bu yöntemde dikkat edilmesi gereken en önemli husus akışkan içerisindeki katı parçacıkların topaklanmasıdır. Bu olumsuzluğun önüne geçebilmek için ultrasonik topak dağıtma işlemi uygulanmalıdır. Ayrıca, bir parçacığa çarpan ışın, merceğe ulaşmadan başka parçacık veya parçacıklara çarpıp yeniden saçılabilir. Sonuç olarak, tane boyutu değerlerinde hataya sebep olan

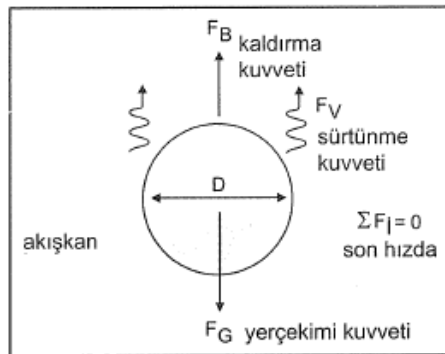
bu olaya çoklu saçınım denir. Lazer kırınım cihazlarında karşılaşılan bu sorunun aşılabilmesi için, deney sırasında akışkan içerisindeki hacimsel numune yüzdesinin minimum olması gerekir.



Şekil 4. Lazer ışık saçılımı prensibi

## 2.4. Sedimentasyon

Su içerisinde yerçekimi etkisi altında çökmenin gerçekleştiği sedimentasyon analizinde parçacık boyutu çökme hızı kullanılarak hesaplanmaktadır. Akışkan bir ortam içerisinde bulunan hafif veya küçük boyutlu taneler, kendilerinden daha iri veya daha ağır olan tanelere göre daha yavaş çöker. Dolayısıyla, tanelerin akışkan ortam içerisindeki çökme hızları bunların irilikleri hakkında bilgi verir. Bir sıvı veya gaz içerisinde çöken tozlar parçacık boyutu ve akışkan viskozitesine bağlı olarak bir son hıza ulaşır böylece bu parçacıklar sürekli ivmelenmez ancak bir son hıza kadar ivmelenirler (Şekil 5). Çöktürme olarak da adlandırılan sedimentasyon tekniği parçacık yoğunluğuna ve merkezkaç kuvvetine bağlı olarak 0.02-100µm boyut aralığını ölçebilecek şekilde ayarlanabilmektedir.



Şekil 5. Viskoz bir akışkan içerisinde parçacık-kuvvet dengesi

Yerçekimi etkisiyle çökme kuvveti, kütleyle ivmenin çarpımına eşittir.

$$F_G = g \cdot \rho_M \cdot \pi \cdot (D^3/6)$$

Burada D parçacık çapı, g yerçekimi ivmesi, ve  $\rho_M$  parçacık yoğunluğunu ifade etmektedir.  $F_B$  kaldırma kuvveti parçacık yoğunluğu yerine akışkanın yoğunluğu yerleştirilerek bulunabilir.

$$F_B = g \cdot \rho_F \cdot \pi \cdot (D^3/6)$$

Burada  $\rho_F$  akışkanın yoğunluğudur.  $F_v$  sürtünme kuvveti,

$$F_v = 3 \cdot \pi \cdot D \cdot v \cdot \mu \text{ olarak ifade edilir.}$$

Burada V son hız ve  $\mu$  akışkan viskozitesidir.

Sedimentasyon deneyinde parçacık hızı tüpün dibine çökme zamanı ve çökme yüksekliği kullanılarak hesaplanmaktadır. Denklemler birleştirilirse son hız,

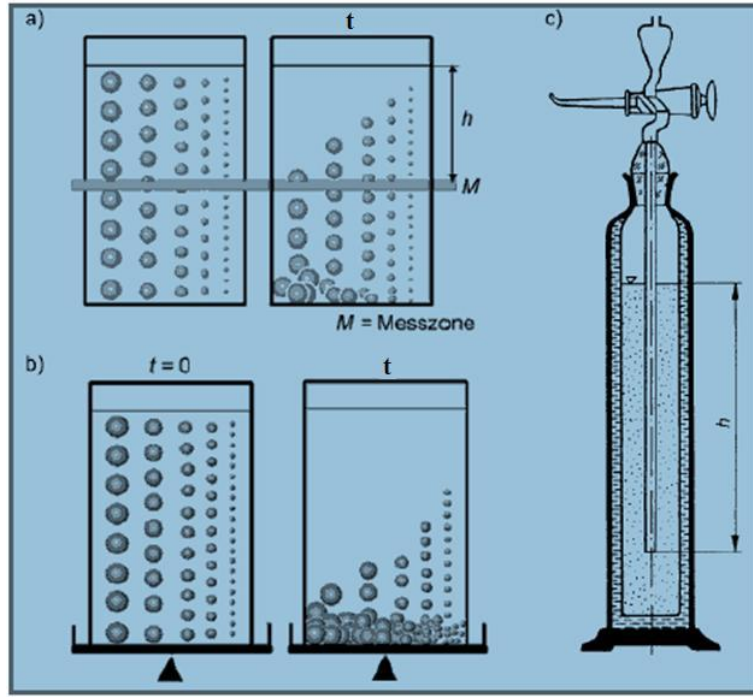
$$v = gD^2(\rho_M - \rho_F)/18\mu \text{ olarak elde edilir.}$$

Bu denklem Stokes denklemi olarak tanımlanmıştır. Bilinen bir H yüksekliğinden t çökme süresi kullanılarak parçacık boyutu (D) aşağıdaki gibi hesaplanabilir.

$$D = \left( \frac{18H\mu}{gt(\rho_M - \rho_F)} \right)^{1/2}$$

D (cm): parçacık boyutu, H (cm): Akışkan yüksekliği, t (sn) :çökme zamanı,  $\mu$  [gr/(cmsn)]: Viskozite (su için: 0.01 gr/cmsn), g (981 cm/sn<sup>2</sup>): yer çekimi ivmesi,  $\rho_M$  (gr/cm<sup>3</sup>): Parçacık yoğunluğu,  $\rho_F$  (gr/cm<sup>3</sup>): Akışkan yoğunluğu (su için: 1 gr/cm<sup>3</sup>)

Sedimentasyon yöntemleri içerisinde maliyeti düşük ve uygulaması kolay olan yöntem, Andreasen pipet yöntemidir. Andreasen pipet, özel ölçülü, yarım litrelik silindirik bir cam kaptır. Üst kısmında bulunan 10 ml'lik hazneye, süspansiyonun alt kısmından numune çekebilecek şekilde tasarlanmıştır (Şekil 6). Deneylerde, %3-5 katı içeren süspansiyon, belli zaman aralıklarında hazneye çekilerek Andreasen pipetten dışarı alınır ve numunenin boyutlandırılması Stokes eşitliği ile yapılır.



Şekil 6. Andraesen pipet yöntemi ile sedimentasyon analizi

### Örnek

Küresel bir nikel tozunun parçacık boyutu sedimentasyon tekniği ile analiz edilecektir. Parçacık boyutunun  $8 \mu\text{m}$ 'ye yakın olduğu tahmin edilmektedir. Eğer toz 100 mm yüksekliğindeki çökme sütununun üstünde su içinde dağıtılsa, beklenen çökme zamanı nedir?

$$\text{Stokes kanunundan: } v = \frac{H}{t} = \frac{gD^2(\rho_M - \rho_F)}{18\mu}$$

$H$  = yükseklik = 0,1 m,  $g$  = yerçekimi sabiti = 9,8 m/s<sup>2</sup>,  $D$  = parçacık boyutu =  $8 \cdot 10^{-6}$  m,

$\rho_M$  = nikelin yoğunluğu =  $8,9 \cdot 10^3$  kg/m<sup>3</sup>,  $\rho_F$  = suyun yoğunluğu =  $10^3$  kg/m<sup>3</sup>,

$\mu$  = suyun viskozitesi =  $10^{-3}$  kg/(m·s)

Bu değerler, çökme hızını  $2,8 \cdot 10^{-4}$  m/s olarak verir.

0,1 m çökme yüksekliğine karşılık gelen zaman yaklaşık 360 saniye veya 6 dakikadır.

### 3. Deneyin Uygulanması

- 4 adet 0.15 gr küresel bakır tozu kütlesi terazide tartılarak hazırlanır.
- Pipet içerisine çöktürme sıvısı (su) dökülür ve çökme yüksekliği kaydedilir.
- Birinci grup toz kütlesi hazırlanan pipet içerisine serbest olarak çökmesi için bırakılır ve çökme zamanı kaydedilir.
- Diğer toz grupları için de aynı işlem tekrarlanarak çökme zamanları kaydedilir.
- Stokes denklemi kullanılarak bütün gruplar için toz boyutu değeri hesaplanır ve mikrometre değerine çevrilir.



- Dört grup toz kütlesini temsil eden ortalama toz boyutu değeri ve standart sapma değeri hesaplanır.
- Karşılaştırma amacıyla toz kütlesinin ortalama toz boyutu Lazer Işık Saçılımı ve Kırınımı prensibine göre çalışan parçacık boyutu ölçüm cihazı ile belirlenir.
- Sedimentasyon yöntemi ile ölçülen toz boyutu değerlerinin parçacık boyutu cihazı ile ölçülen ortalama toz boyutu değerlerinden % sapmaları hesaplanır.
- Sonuçlar karşılaştırmalı olarak yorumlanır.

***Not: Deney Sorumlusu herhangi bir veri almaksızın deneyin nasıl yapıldığını öğrencilere gösterecek ve daha sonra verilerin toplandığı ana deneyler öğrenciler tarafından yürütülecektir.***

#### **4. Deney Raporunun Hazırlanması**

- Deney raporunun ilk kısmında Parçacık boyutunun ölçülmesi ile ilgili **teorik bilgiler** verilecektir. Bu bölüm 1 sayfayı aşmayacak şekilde hazırlanmalıdır.
- Deney raporunun ikinci kısmında **deneyin yapılışı** adım adım anlatılacak ve her bir adımda kullanılan malzemeler, kullanılan cihazlar ve işlem aşamaları (resimleri ile birlikte) belirtilecektir.

***Not: Resimler Öğrencilerin deneye aktif olarak katıldıkları ve deneyleri kendi kendilerine yürütebildiklerini kanıtlayacak şekilde alınmalıdır.***

- Deney raporunun son kısmını **Bulgular ve Tartışma** bölümü oluşturmaktadır. Bu bölümde
  - ▶ Elde edilen sonuçlar Tablo halinde birleştirilecektir.
  - ▶ Dört grup toz kütlesi için ortalama toz boyutu ve her bir grup için standart sapma değeri hesaplanacak ve sonuçlar yorumlanacaktır.
  - ▶ Parçacık boyutu ölçüm cihazı ile elde edilen parçacık boyutu dağılım grafiği bulgular kısmına yerleştirilecek ve sedimentasyon yöntemiyle elde edilen değerler ile karşılaştırılarak % sapma değeri hesaplanacak ve sonuçlar yorumlanacaktır.

#### **5. Kaynaklar**

- Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Randall M. German, Editörler: Süleyman SARITAŞ, Mehmet TÜRKER, Nuri DURLU, Toz Metalurjisi Derneği 2007.
- Powder Metallurgy, Katherina Skotnicova, Miroslav Kurša, Ivo Szurman, University Textbook, Ostrava 2014.
- Tane boyu analiz yöntemleri ve elek analizi ile elde edilen eğrilerin değerlendirilmesi, Prof. Dr. Mehmet Yıldırım ve Soner Top, Çukurova Üniversitesi.
- T. Varol, "AA2024 Matrisli B4C Parçacık Takviyeli Metal Matrisli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi ve Özelliklerinin İncelenmesi" Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2012.
- Powder Technology, Fundamentals of Particles, Powder Beds, and Particle Generation, edited by Hiroaki Masuda Ko Higashitani Hideto Yoshida, Taylor-Francis Group, London, 2006