



YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
BÖLÜMÜ**

MEM3961 LABORATUVAR I

DENEY FÖYÜ

2023-2024

GÜZ

İÇİNDEKİLER

Deney 1: Mekanik Testler	4
Deney 2: Çökelme Sertleşmesi	10
Deney 3: Korozyon Deneyi	13
Deney 4: Termoset Polimerlerin Üretilmesi.....	17
Deney 5: Redüksiyon Elektrolizi ve Hidrometalurji.....	20
Deney 6: Seramik Deneyi.....	28
Deney 7: Malzemelerin Optik Özellikleri.....	30
Deney 8: Pirometalurji Deneyi	33

ÖNEMLİ BİLGİLER

- 1) Dönem boyunca 8 adet deney yapılacaktır.
- 2) Sadece bir hafta deneye katılamama durumunda telafi deneyine katılabilinecektir. İki haftadan fazla deneye gelmeyen öğrenci devamsız sayılacaktır.
- 3) Vize haftasında deney yapılmayacaktır.
- 4) Girilmeyen deneyler **sıfır** olarak değerlendirilecektir.
- 5) Her hafta belirlenen gruplar için farklı deneyler gerçekleştirilecektir ve tüm öğrencilerin bölüm sayfasında paylaşılan laboratuvar programında öğrenci numaralarının olduğu grup deneylerine katılması gerekmektedir.
- 6) Deneyler yüz yüze ve her deney konusunun ilgili olduğu laboratuvarda yapılacaktır.
- 7) Deney öncesi **kısa sınav (Quiz)** yapılacaktır. Bu sebeple deney föylerinizdeki deneyin amacı, deney prosesi, deneyde kullanılacak ekipmanlar ve kimyasallar kısımlarına bakmanız beklenmektedir.
- 8) Deney sonrası deney süresince gözlemlenen, tartışılan ve öğrenilen konu üzerine belirtilen formatta **deney raporu** yazmanız gerekmektedir. Deney raporu formatınız bölüm sayfasında yayınlandığı gibi olmalıdır. Deney raporu, deneyin ilgili olduğu eğitime zamanında teslim edilmesi gerekmektedir.
- 9) Deneylere gelirken **laboratuvar önlüğü, latex eldiven, laboratuvar gözlüğü ve maskeyi** kendiniz getirmeniz gerekmektedir. Deneye katılabilmemiz için laboratuvar güvenlik ekipmanlarınız mutlaka yanınızda olmalıdır.

Tanımlamalar

Gerilme (σ): Birim alana etkiyen yük anlamına gelir ve aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$\sigma = \frac{F}{A_0}$$

Birim Şekil Değiştirme (ϵ): Malzemeye kuvvet uygulandığı zaman oluşan boy değişiminin kuvvet uygulanmadan önceki ilk boya oranı.

$$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$$

Elastisite Modülü (E): Malzemenin dayanımının (mukavemetinin) ölçüsüdür Birim uzama ile normal gerilme (çekme ya da basma gerilmesi) arasındaki doğrusal ilişkinin bir sonucu olup birim uzama başına gerilme olarak tanımlanır. Birim uzama ile normal gerilme (çekme ya da basma gerilmesi) arasındaki doğrusal ilişki şöyle tanımlanabilir:

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon}$$

Malzemeye kuvvet uygulandığında, malzemede meydana gelen uzamalar elastik sınırlar içinde gerilmelerle orantılıdır. Buna “**Hooke Kanunu**” adı verilmektedir. Elastisite modülü malzemeye ait karakteristik bir özelliktir.

Akma Dayanımı (σ_a): Uygulanan çekme kuvvetinin yaklaşık olarak sabit kalmasına karşın, plastik şekil değiştirmenin önemli ölçüde arttığı ve çekme diyagramının düzgünsüzlük gösterdiği kısma karşı gelen gerilme değeridir.

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

Çekme Dayanımı (σ_{ζ}): Bir malzemenin kopuncaya veya kırılıncaya kadar dayanabileceği en yüksek çekme gerilmesi olarak tanımlanır. Bu gerilme, çekme diyagramındaki en yüksek gerilme değeri olup, aşağıdaki formül ile bulunur.

$$\sigma_{\zeta} = \frac{F_{max}}{A_0}$$

Kopma Gerilmesi (σ_K): Numunenin koptuğu andaki gerilme değeridir.

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

Yüzde Kopma Uzaması (KU): Çekme numunesinin boyunda meydana gelen en yüksek yüzde plastik uzama oranı olarak tanımlanır. Çekme deneyine tabi tutulan numunenin kopan kısımlarının bir araya getirilmesi ile son boy ölçülür ve boyda meydana gelen uzama

$$\Delta L = L_k - L_0$$

bağıntısı ile bulunur. Burada L_0 numunenin ilk ölçü uzunluğunu, L_k ise numunenin kırılma anındaki boyunu gösterir. Kopma uzaması ise;

$$KU(\%) = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100$$

bağıntısı yardımıyla belirlenir. Bu değer malzemenin sünekliğini gösterir.

Yüzde Kesit Daralması (KD): Çekme numunesinin kesit alanında meydana gelen en büyük yüzde daralma veya büzülme oranı olup;

$$KD(\%) = \frac{A_0 - A_K}{A_0} \times 100$$

bağıntısı ile hesaplanır. Burada A_0 deney numunesinin ilk kesit alanını, A_K ise kırılma anındaki kesit alanını veya kırılma yüzeyinin alanını gösterir. A_K 'nın hesaplanması için hacmin sabit kalacağı ifadesi kullanılır.

$$V_0 = V_K \quad A_0 \cdot L_0 = A_K \cdot L_K \quad A_K = A_0 (L_0 / L_K)$$

Kesit daralması, kopma uzaması gibi sünekliğin bir göstergesidir. Sünek malzemelerde belirgin bir büzülme veya boyun verme meydana gelirken, gevrek malzemeler büzülme göstermezler. Şekil 2’de gevrek ve sünek malzemelerin kırılma davranışları şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2. (a) Gevrek malzemenin kırılma şekli (b) sünek malzemenin kırılma şekli.

1.3 DENEYİN YAPILIŞI

Çekme deneyi için önce test edilecek malzemeden standartlara uygun bir çekme numunesi hazırlanır (Şekil 2). Bu numune üzerine işaretler konur. Çekme deney makinesinin çeneleri arasına düzgün ve ortalayacak bir şekilde sıkıştırılan bu numune gittikçe artan bir yük ile kopuncaya kadar çekilir. Bu sırada uygulanan F yükü ile buna karşı malzemenin gösterdiği uzamalar (ΔL) cihaz ve video ekstensometre ile ölçülür. Deney sonucu elde edilen yük (F) ve uzama (ΔL) değerlerinden yararlanarak ($F - \Delta L$) diyagramı elde edilir. Bu diyagrama çekme diyagramı da denir.

1.4 DENEY RAPORUNDA BULUNMASI GEREKEN BİLGİLER

- Kuvvet ve video ekstensometreden alınan uzama verileri kullanılarak her ikisi için ayrı ayrı gerilme - şekil değiştirme diyagramının elde edilmesi.
- Gerilme - şekil değiştirme diyagramlarından elastisite modüllerinin hesaplanması.
- Gerilme - şekil değiştirme diyagramlarından akma gerilmesi, çekme dayanımı ve kopma gerilmelerinin hesaplanması.
- Yüzde kopma uzaması ve yüzde kesit daralmalarının hesaplanması.

BÖLÜM 2: SERTLİK DENEYİ

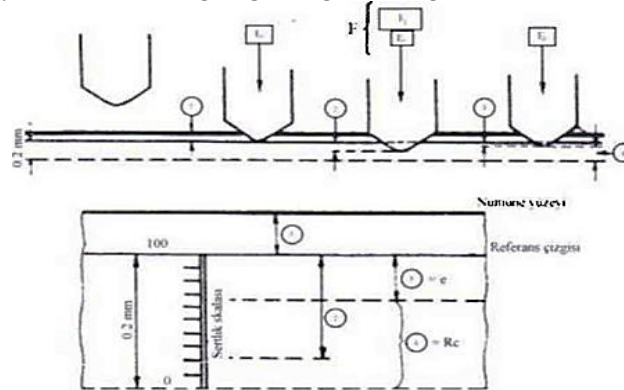
2.1 DENEYİN AMACI

- Malzemelerin sertliğinin ölçülmesi ve mukavemetleri hakkında bilgi edinilmesi.

2.2 TEORİK BİLGİLER

Sertlik, malzemelerin plastik deformasyona karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanır. Sertlik deneyleri malzeme ve imal edilmiş parçaların çabuk ve tahribatsız olarak kontrolünü sağlayan çok önemli mekanik deneylerden biridir. Teknolojide yaygın olarak kullanılan sertlik ölçme yöntemleri, numune üzerinde elde edilen kalıcı iz büyüklüğünün ölçülmesi esasına dayanan yöntemlerdir. Yapılan tüm sertlik yöntemlerinde her numuneden en az üç tane sertlik değeri ölçülerek ortalama değer ve standart sapma hesaplanır.

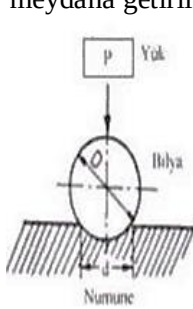
Rockwell Sertlik: Rockwell sertlik deney prensibi Şekil 3 ve 4’ de verilmiştir. Rockwell sertlik deneyi yapılırken numune üzerine önce 10 kg’lık bir ön yük (F_0) uygulanır. Bu ön yük numune ile uç arasındaki kesin teması sağlamak ve ölçü düzenindeki boşlukları gidermek amacıyla uygulanır. F_0 ön yükünün uygulanmasıyla t_0 derinliğine erişilir. Bu konum sertlik skalası için referans düzlemi olarak alınır. Ön yükün uygulanmasından sonra yukarıda farklı sertlik skalaları için verilen yük miktarlarına varıncaya kadar bir ana yük (F_{ana}), yaklaşık 10 saniye süreyle numune üzerine uygulanır. Ana yük değerleri Rockwell B deneyi için 90 kg, Rockwell C deneyi için ise 140 kg’dır. Fön kuvvetinden en az dört kat büyük olması gereken F_{ana} deney yükünün numune üzerine uygulanmasından ve kaldırılmasından sonra, referans düzleminde itibaren kalıcı bir t_b batma derinliği elde edilir. Söz konusu işlemlerin gerçekleştirildiği Rockwell cihazında, ölçülen kalıcı t_b batma derinliği yerine, sertlik değeri göstergeden doğrudan okunur.



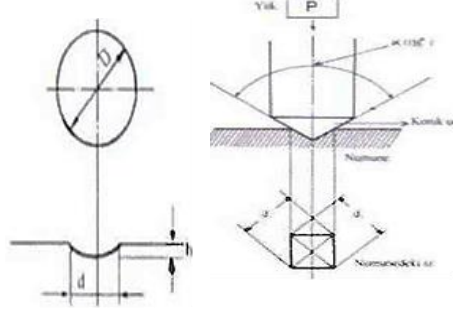
Şekil 3. Rockwell sertlik deneyi prensibi.

- 1) Ön yüklemede (10 kg) ucun batma derinliği,
- 2) Ana yüklemede (90 kg veya 140 kg) ucun batma derinliği,
- 3) Ana yük kaldırıldığında ucun batma derinliği (e),
- 4) Rockwell sertliği ($100 - e$).

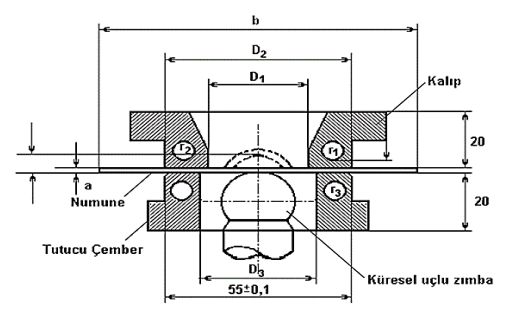
Brinell Sertlik: Şekil 4’de gösterildiği gibi belirli bir yükün (F), belirli bir çaptaki (D) sert malzemeden yapılmış bir bilya yardımıyla malzemenin yüzeyine belirli bir süre uygulanması sonucu yüzeyde kalıcı bir iz meydana getirilir.



Şekil 4. Brinell Sertlik Prensibi



Şekil 5. Vickers Sertlik Prensibi



Şekil 6. Derin Çekme Cihazı

Meydana gelen izin küresel yüzey alanı, izin çevresinin ölçülen ortalama çapı ile bilya çapından faydalanılarak belirlenir. Buna göre Brinell sertlik değeri:

$$BSD = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

F = Uygulanan yük (kg), D = Bilya çapı (mm), d = İz çapı (mm) bağlantısı ile hesaplanır.

Vickers Sertlik: Sertliği ölçülecek malzemeye Şekil 5’ de gösterildiği gibi piramit elmas uç belirli bir süre ve yük ile kalıcı kare tabanlı iz oluşturur. Oluşan simetrik izin köşegen ortalaması belirlenerek aşağıda verilmiş olan bağıntı yardımıyla malzemenin Vickers sertlik değeri hesaplanır.

$$VSD = \frac{2F \sin(a/2)}{d^2} = \frac{1,8544 F}{d^2}$$

F = Uygulanan deney yükü (kg), d = iz köşegenlerinin ortalaması (mm), a = Tepe açısı=136°.

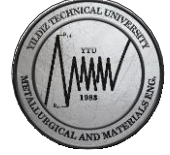
BÖLÜM 3: DERİN ÇEKME DENEYİ

3.1 DENEYİN AMACI

- Metalik sac ve bantların plastik şekil değiştirme yeterliliğini tayin etmek amacı ile yapılan bir deneydir. Deney sonunda “Erichsen çökertme değeri” belirli çapta küresel uçlu bir zımba yardımı ile deney numunesinin çökertilen kısmının yırtılması anında derinliği milimetre olarak ölçülerek değerlendirilir.

3.2 TEORİK BİLGİLER

Erichsen deney sonuçları, malzemelerinin standardize etmek için kullanılmayıp, daha ziyade her malzemenin kendi standardındaki değerlerle mukayese imkanı veren değerler olarak incelenir (Şekil 6). Erichsen deneyi özellikle pres ile şekil verme, sıvama, derin çekme gibi işlemlerde kullanılan sac ve bantlarda uygulanan bir deneydir. İstampa bilyesinin saca ilk değdiği andan sacın çatladığı ana kadar aldığı yol derinliktir. Bu deney ile malzemenin plastik şekil değiştirme ye yatkınlığı ve oluşan çatlağın makroskopik incelemesi yapılır. Derinlik sac kalınlığına bağlıdır. Sac kalınlığı arttıkça istampa bilyesi değiştirilir ve daha fazla sıkıştırma kuvveti uygulanır. Her sac kalitesine ait eğrilerle belirlenmiş derinlik değerleri tespit edilmiştir. Malzemenin içinde bulunabilecek fosfor ve kükürt gibi kalıntılar ayrıca katılaşma hızı, haddelme şekli, ısıt işlemler biçimlendirilebilirlik özelliğini olumsuz etkiler. Deney, çatlak oluşana kadar veya belirli bir şekil değiştirmesine kadar yapılabilir. Genelde çelik sacın yırtılmaması istenir. En çok otomotiv ve beyaz eşya yapımında kullanılan saclarda uygulanır. Çökeltme tabanında malzemenin tane büyüklüğü görülebilir. Portakal şeklindeki bir yüzey (kenarları yırtık pırtık) kaba taneyi (istenmeyen bir özellik), parlak bir yüzey (dairesele çatlak) ise ince taneyi (uygun olan) belirtir. Elde edilen çıkıntı tabanında yırtılma olmadan çekilebilen en büyük D çapı yardımı ile “sınır çekme oranı” olarak adlandırılan D/d oranı bulunur. Baskı çemberinin basıncı çok büyükse sürtünme kuvvetleri artar ve sac erken yırtılır, tersine çok küçük ise sac basma gerilmelerinin etkisi ile çevrede katlanır ve yine yırtılma olur. Sınır çekme oranının büyüklüğüne göre şekillendirme kabiliyeti değerlendirilir. İstampa çapı ne kadar küçük ise, o kadar kolay çekme çatlamaları oluşur. Çökertme deney cihazı genel olarak, numuneyi tespit etmek için tutucu bir çember ve kalıp ile numune kalıbın içine doğru zorlayan bilye veya küresel uçlu bir zımbadan ibarettir. Deney cihazı numunede kırılmanın başladığı anı kolayca ve doğru olarak tayinine imkân vermektedir. Bu



maksatla, numunenin kırılmaya başlaması anında çökertilen kısmın en büyük derinliği ölçmeye imkan veren gösterge mevcuttur. Gösterge çökertilen kısmın derinliğini 0,01 mm aralıklarla ölçebilmektedir. Ayrıca numunenin kırılma kuvveti ile deneye başlamadan önce, numuneyi sıkıştırma kuvvetini ölçmeye yarayan göstergeler de var. Cihaz üzerindeki kalıp, tutucu çember ve küresel uçlu zımba yeterli sağlamlıkta ki malzemelerden üretilmiş olup böylece deney esnasında, sonuçlara etki edebilecek şekilde biçim değişimine uğramaları engellenmiştir.

3.3 DENEY NUMUNELERİ

Deneye tabi tutulacak numuneler düzgün ve kıvrımsız olmalıdır. Normal hallerde numuneler en az 3 deney yapmak üzere hazırlanır. Deneyden önce numunenin, düzeltmek amacı ile sıcak veya soğuk işleme tabi tutulmaması gerekir. Numune kenarlarında çapak v.s. gibi hatalar bulunmamalıdır. Deneyde kullanılan numuneler, temsil ettiği sac veya bantların kalınlık ve genişliğine bağlı olarak boyutlandırılır. Bu boyutlandır çizelgede verilmektedir. TS EN ISO 20482 Metalik malzemeler - Sac ve şeritler - Erichsen çökertme deneyi standardında her çeliğe ait ıstampa çapları belirtilmiştir.

Tablo 1. Numune ve zımba ölçüleri.

İşareti	Parçanın Adı	Ebatlar	Genişliği 90 mm'den fazla olan sac ve bantlar için		Genişliği 90 mm'den az olan sac ve bantlar için	
			Kalınlık mm		Kalınlık mm	
a	Numune	Numune Kalınlığı	0,2 – 2,0	2 – 3	0,2 – 1,0	1,0 – 2,0
b		Numune Genişliği	90 – 100	90 – 100	30 – 55	55 – 90
L		Num. Uzunluğu Min 3 Çökertme	270	400	270	270
D	Küresel Uçlu Zımba	Küresel Uç Çapı	20 ± 0,05	20 ± 0,05	8 ± 0,02	15 ± 0,02
D ₁	Kalıp	Kalıp Delik Çapı	27 ± 0,05	40 ± 0,05	11 ± 0,02	21 ± 0,02
D ₂		Kalıp Dış Çapı	55 ± 0,1	70 ± 0,1	55 ± 0,1	55 ± 0,1
r ₁		İç Taraf Köşe Yarı Çapı	0,75 ± 0,05	2 ± 0,05	0,75 ± 0,05	0,75 ± 0,05
r ₂		Dış Taraf Köşe Yarı Çapı	0,75 ± 0,05	1 ± 0,05	0,75 ± 0,05	0,75 ± 0,05
h		Delik Derinliği	3 ± 0,1	6 ± 0,1	3 ± 0,1	3 ± 0,1
		Kalıp Kalınlığı Min	20	20	20	20
D ₃	Tutucu Çember	Çember Delik Çapı	33 ± 0,1	33 ± 0,1	33 ± 0,1	33 ± 0,1
		Çember Dış Çapı	55 ± 0,1	55 ± 0,1	55 ± 0,1	55 ± 0,1
r ₃		Dış Taraf Köşe Yarı Çapı	0,75 ± 0,1	1 ± 0,1	0,75 ± 0,1	0,75 ± 0,1
		Tutucu Çember Kalınlığı Min.	20	20	20	20

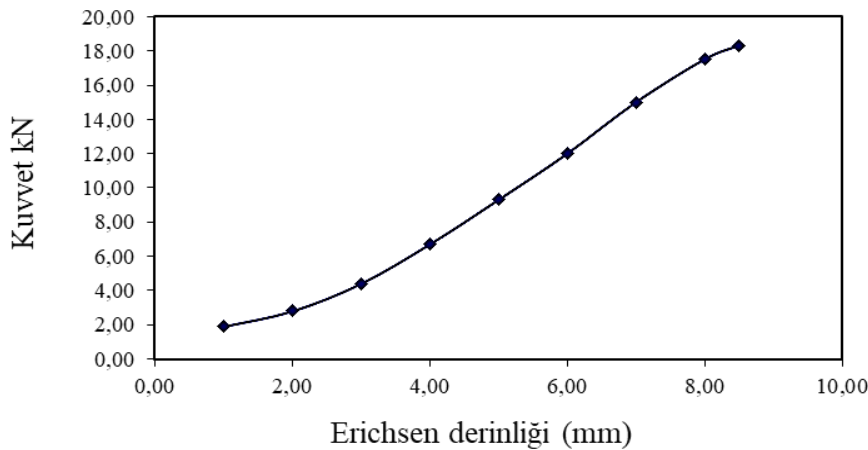
3.4 DENEYİN YAPILIŞI

Numune 0,01 mm duyarlılıkla tespit edilir. Numune ve küresel uçlu zımba % 23 – 28 grafit içeren gres ile yağlanır. Kalıp ve tutucu çember arasına 500 –100 kg arası yük ile sıkıştırılır. Numuneyi yerleştirirken çökertme bölgesinin merkezi kenarlardan eşit uzaklıkta olmasına dikkat edilir. İlk önce sac pres yükü ile cihaz içine sıkıştırılır. Çeliğin cinsine ve kalınlığına göre yerleştirilen ıstampaın saca dalma hızı ayarlanır. Sonra yük uygulanmaya başlaması ile birlikte bombe oluşmaya başlar. Uygulanan yük dijital ve analog göstergelerden kontrol edilir. Bir süre yükün artmaya devam ettiği ancak sonrasında yük değerinin azaldığı

gözlemlenir. Azalma başladığı zaman malzemede yırtılma istenmediği için yük uygulamasına son verilir ve cihaz durdurulur. Dalma miktarı, yükteki azalma ve maksimum yük göstergelerden okunur. Cihazda hem analog, hem de dijital aksam bulunmasının nedeni, akım ve voltajın değişkenliği mekanik aksamı etkilememesidir. Aşırı voltaj oynamaları söz konusu olduğunda mekanik aksamı analog göstergelerin daha güvenli olduğu bilinmektedir. Örnek bir deney verileri aşağıda verilmiştir. 8,5 mm ve 18,3 kN değerleri numune çatlama değerleridir.

Tablo 2. *St13 Soğuk Haddelenmiş Çelik Sac Deney verileri.*

Derinlik (mm)	Uygulanan Kuvvet (kN)
1	1,9
2	2,8
3	4,4
4	6,7
5	9,3
6	12
7	15
8	17,5
8,5	18,3



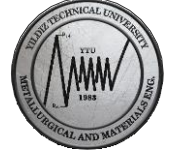
Şekil 7. *St13 Soğuk Haddelenmiş Çelik Sac Deney Çökertme eğrisi.*

3.5 DENEY RAPORUNDA BULUNMASI GEREKEN BİLGİLER

- Test edilen numunelere ait kuvvet derinlik eğrilerini ölçekli olarak çizip, yorumlayınız.

3.6 REFERANSLAR

- [1] Kayalı, E.S. Ensari, C. Dikeç, F. 1996, Metalik Malzemelerin Mekanik Deneyleri
- [2] William F. Smith 2006, "Malzeme Bilimi ve Mühendisliği" (Çeviren: Nihat G., Kınikoğlu). Kimya-Metalurji Fakültesi, Ofset Atölyesi, İstanbul.
- [3] TS EN ISO 6892-1 Metalik malzemeler - Çekme deneyi - Bölüm 1: Ortam sıcaklığında deney yöntemi
- [4] TS EN ISO 20482 Metalik malzemeler - Sac ve şeritler - Erichsen çökertme deneyi
- [5] TS EN ISO 6506-1 Metalik malzemeler - Brinell sertlik deneyi - Bölüm 1: Deney metodu
- [6] TS EN ISO 6507-1 Metalik malzemeler - Vickers sertlik deneyi - Bölüm 1: Deney metodu
- [7] TS EN ISO 6508-1 Metalik malzemeler- Rockwell sertlik deneyi- Bölüm 1: Deney metodu



DENEY 2: ÇÖKELME SERTLEŞMESİ

1. DENEYİN AMACI

- Çökelme sertleşmesi deneyinin temel amacı, uygulanan prosesin ısı işleme cevap verebilen (örneğin 2xxx, 6xxx ve 7xxx serisi alüminyum alaşımları gibi) malzemelerin mekanik özellikleri (mukavemet, sertlik vb.) üzerindeki etkisinin incelenmesi.
- Kimyasal kompozisyonu değiştirmeden ısı yollar ile malzemenin mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi.

2. TEORİK BİLGİLER

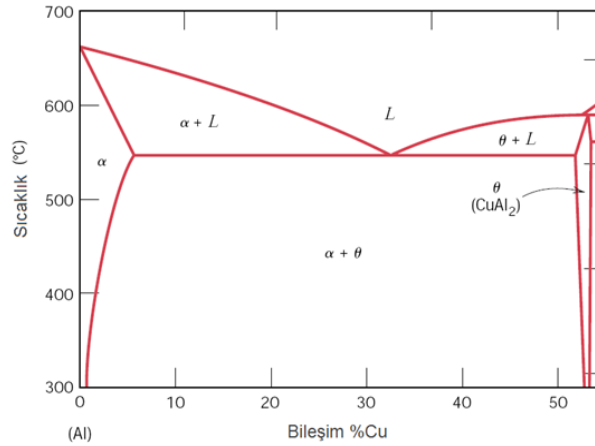
Malzemelerin mekanik özellikleri büyük ölçüde iç yapılarına bağlıdır. İç yapı ise kimyasal bileşim ile malzemeye uygulanan mekanik ve ısı işlemleri ilişkili olduğundan dolayı malzemelerin mekanik özelliklerinin de bu faktörlere bağlı olduğu söylenebilmektedir. Bu kapsamda mukavemet bir malzemenin en önemli mekanik özelliklerinden olup “plastik şekil değiştirmeye olan direnç” olarak ifade edilmektedir. Metallerin plastik şekil değişimi ise esas olarak dislokasyon adı verilen çizgisel kusurların kristal içerisinde ilerlemeleriyle meydana gelmektedir. Dolayısıyla dayanım, sertlik, süneklik gibi mekanik özellikler, metallerin iç yapılarındaki dislokasyonların hem yoğunluğu hem de diğer bileşen ve kusurlarla olan etkileşimleri ile açıklanmaktadır. Metallerin iç yapısında bulunan dislokasyonların hareketini zorlaştıracak veya engelleyecek her türlü etken malzemede dayanım artışına yol açacaktır. Bunun tersi olarak, dislokasyon hareketlerini kolaylaştıracak her türlü etken ise plastik şekil değişiminin daha kolay gerçekleşmesini sağlayacaktır.

Metalik malzemelerin mukavemetlendirilmesinde kullanılan çeşitli yöntemler bulunmaktadır. Bunlardan başlıcaları: *Deformasyon sertleştirilmesi*, *Alaşım sertleştirilmesi*, *Tane sınırı sertleştirilmesi*, *Martenzitik dönüşüm sertleştirilmesi*, Çökelme sertleştirilmesi vb. olarak sınıflandırılabilir.

Teknolojinin gelişmesiyle ve sahip olduğu teknik özellikler nedeniyle hafif metaller sınıfına giren ve global metal dünyasının en genç üyelerinden biri olan alüminyum, endüstrinin birçok alanında yaygın olarak kullanılmaktadır. Uygulamada, mukavemetinin ağırlığına oranı çok yüksek ve çeliğe kıyasla oldukça hafif olan alüminyum; alaşım elementleri ilave edilerek katkılanıldığında, mekanik özelliklerinin çelikte mukayese edilebilecek kadar artırılabilmesi nedeniyle özellikle otomotiv, havacılık, uzay sanayi gibi endüstriler için cazip hale gelmiştir [1].

Isıl işlem, genel olarak mekanik özellikleri değiştirmek amacıyla metalik malzemelere uygulanan ısıtma ve soğutma proseslerini kapsamaktadır. Bu kapsamda uygun alüminyum alaşımlarına çökelme sertleşmesi /yaşlandırma ısıl işlemi uygulanabilmektedir.

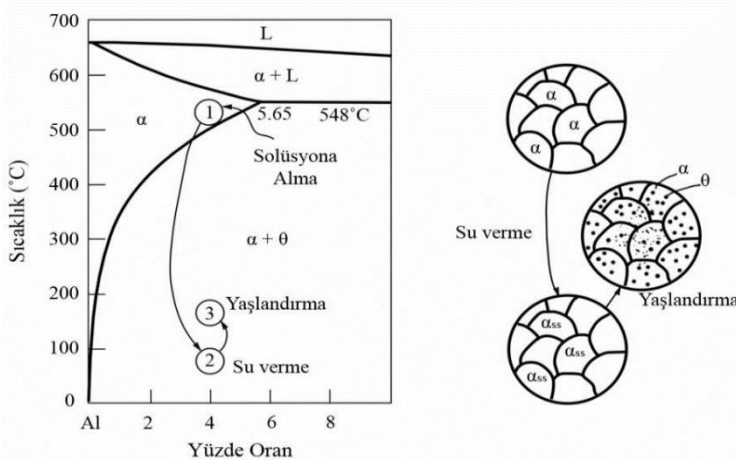
Yaşlanma ancak denge diyagramında solvüs eğrisi bulunan alaşımlarda ve sadece solvüs eğrisinin sınırladığı katı eriyik bileşimlerinde meydana gelebilir. Al alaşımlarının içerisine ilave edilen Cu, Zn, Mg ve Si gibi elementler, ana fazda oluşturdukları intermetalik yapılar ile bu alaşımı çökelme sertleşmesi işlemi uygulanabilir hale getirmektedir [2]. Bu nedenle 2xxx (Al-Cu), 6xxx (Al-Mg-Si) ve 7xxx (Al-Zn-Mg) serisi alüminyum alaşımlarına çökelme sertleşmesi ısıl prosesi uygulanabilmektedir. Çökelme sertleşmesi ısıl işlemi uygulanabilen 2xxx serisi Al alaşımının faz diyagramı Şekil 1’de verilmektedir. Çökelme sertleşmesi prosesi sayesinde örneğin havacılık sektöründe kullanıma uygun hafif ve yüksek mukavemet/ağırlık oranına sahip Al alaşımlarının geliştirilmesi mümkün olmaktadır.



Şekil 1. Çökelme sertleşmesi ısı işlemleri uygulanabilen 2xxx serisi Al alaşımının faz diyagramı.

Al alaşımlarında ilk çökeltili sertleştirilmesi ile mukavemetlenme ve sertlik artışı 20. yüzyılın başlarında (1906) Alfred Wilm tarafından gözlenmiştir. Alfred Wilm, alüminyum alaşımları üzerine yaptığı çalışmalarında tıpkı çelik gibi yüksek sıcaklıktan ani soğutma (su verme) ve oda sıcaklığında bekleme sonucunda duralüminyumun sertlik kazandığını gözlemiştir. Duralüminyum olarak bilinen (Al-%4.4Cu-%1.5 Mg-%0.5Mn) alüminyum alaşımının su verme ve oda sıcaklığında bekletilmesi sonucu sertliğinin zamanla artması doğal yaşlandırma olarak adlandırılmaktadır. Su verme sonrası 100°C-300°C arasındaki bir sıcaklıkta belirli bir süre bekleme ise yapay (suni) yaşlandırma olarak adlandırılmaktadır. Yaşlandırma sıcaklığının artırılmasıyla yaşlandırma süresinin kısalacağı daha sonraki çalışmalarda ortaya çıkmıştır. Bununla birlikte yaşlandırma sıcaklığı çok yüksek veya yaşlandırma süresi çok uzun tutulursa bu kez de aşırı yaşlanma denilen olay meydana gelmekte olup malzeme mukavemetinde yeniden bir azalma gözlenmektedir [3]. Öte yandan çökelen ikinci fazın türü, dağılımı, miktarı, ortalama çapı ve sayısı mukavemet değerini etkilemektedir.

Çökelme sertleşmesi ısı işlemleri üç aşamada gerçekleştirilir:



1. Çözeltiye/Solüsyona alma: Alaşımın homojen hale getirilmesi amacıyla, yüksek sıcaklıkta tavlama (Homojenleştirme işlemi)

2. Quenching/Su verme: Su ortamında ani soğutma ile aşırı doymuş yapı eldesi (α_{ss})

3. Yaşlandırma (Doğal /Yapay): Homojenleştirme sıcaklığının altındaki (100-300°C) bir sıcaklıkta, belirli bir süre yaşlandırma

Şekil 2. Çökelme sertleşmesi prosesi işlem basamakları ve buna bağlı olarak mikroyapıdaki değişim [4].

Şekil 2’de çökelme sertleşmesi prosesi işlem basamakları ve buna bağlı olarak mikroyapıdaki değişim görülmektedir [4].

3. DENEY MALZEMELERİ ve EKİPMANLAR

- 6xxx serisi Alüminyum alaşımı numuneler
- Çözeltiye alabilmek amacıyla yüksek sıcaklığa çıkabilen fırın
- Ani soğutma (Quenching) ortamı
- Yapay yaşlandırma için 300°C’ye ısıtılabilen bir etüv fırın
- Brinell sertlik ölçme cihazı



4. DENEYİN YAPILIŞI

- Deney numunesi olarak kalınlığı en az 2 mm olan ve Al-Mg-Si içeren 6xxx serisi Al alaşımı tercih edilmiştir. Deney kapsamında yaşlandırma süresinin malzemenin sertliği üzerine etkisinin belirlenebilmesi amacıyla 4 adet numune kullanılmaktadır.
- Deneyin ilk aşamasında “Solüsyona alma/Homojenleştirme tavi” uygulamak amacıyla tüm numuneler 530-550°C’de yaklaşık 30 dk süre ile fırına yerleştirilir. İkinci aşama olarak belirtilen süre sonrasında “ani soğutma”nın sağlanabilmesi için numuneler fırından olabildiğince hızlı bir şekilde çıkartılarak su ortamında ani soğutulur.
- Numunelerden biri yapay yaşlandırma uygulanmadan sertliğin ölçülebilmesi için ayrılır ve diğer 3 numune ise yaklaşık 200°C’lik etüv fırında belirlenen süreler boyunca yapay yaşlandırmaya tabi tutulur. Sertliklerin ölçülmesi için numuneler uygulanan yaşlandırma sürelerinin sonunda etüvden alınarak hızlı bir şekilde soğutulur. Etüv dışında geçen süre sonucu etkileyeceğinden sertlik ölçme işlemleri hızlı bir şekilde yapılmalıdır. Sertlik ölçümleri Brinell sertlik ölçme cihazı kullanılarak gerçekleştirilmektedir.

5. DEĞERLENDİRME

Brinell sertlik değerlerinin belirlenmesinde kullanılacak formül Eşitlik 1’de verilmiştir.

$$HB = \frac{F}{2 \times \pi \times D \times (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

(1)

F: Uygulanan kuvvet (N,kg), D: Bilya çapı (mm), d: Oluşan iz çapı (mm)

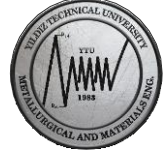
Elde edilen verileri kullanarak kıyaslama yapılabilmesi amacıyla sertlik-yaşlandırma süresi grafiği oluşturulacaktır.

6. DENEY RAPORUNDA BULUNMASI GEREKEN BİLGİLER

- **Kapak Sayfası:** Formata uygun olarak; Amblem, Ders Bilgileri, Deney Sorumlusu, Öğrenci Ad-Soyad/Öğrenci Numarası Bilgileri ve Grup Numarası İçeren
- **Teorik Bilgi:** Deney süresince ilgili konu hakkında aktarılmış olan bilginin öğrenci tarafından hazırlanmış özgün bir özeti
- **Deneysel Kısım:** Deneyde kullanılan malzeme ve donanımlar; Deneyin uygulama koşulları ve deney sırasına uygun olarak açıklanmış işlem basamakları (neden ve sonuçları ile birlikte); Brinell sertlik hesaplamaları (Birimleri ile birlikte)
- **Değerlendirme:** Excel grafikleri kullanılarak Brinell Sertlik-Zaman grafiğinin oluşturulması, mevcut literatürdeki verilerin araştırılarak deney kapsamında elde edilen sonuçlar ile kıyaslanması ve öğrenci tarafından yorumlanması

7. REFERANSLAR

- [1] GÜVEN, Ş. ve DELİKANLI, Y., (2012). "AA 2024 Alüminyum Alaşımında Çökelme Sertleşmesinin Mekanik Özelliklere Etkisi", Teknik Bilimler Dergisi, 2: 13-20.
- [2] YAMAN, M.B. KOCAMAN, E. ve Barış, A., "Al7075 Alaşımına İlave Edilen Al-5Ti-1B Tane İncelticinin Yaşlanma, Mikroyapı, Sertlik ve Korozyon Özellikleri Üzerindeki Etkisi", Gazi University Journal of Science Part C: Design and Technology, 10: 870-883.
- [3] YAŞAR, A.C. ESER, A.A. ÖZCAN, A. ve ACARER, M., "ALÜMİNYUM DÖVME VE EKSTRÜZYON ALAŞIMLARINDA AŞIRI YAŞLANDIRMANIN MİKROYAPI ve MEKANİK ÖZELLİKLERE ETKİSİ".
- [4] AL-SAADİ, H.I.A. ve TUNAY, R.F., (2017). "Sunı Yaşlandırma İşleminin Alüminyum Alaşımının Sertliği Üzerine Etkisi", Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi, 5: 525-532.



DENEY 3: KOROZYON DENEYİ

BÖLÜM 1: ÇİNKONUN ASİDİK ÇÖZELTİDEKİ KOROZYONU

1.1 DENEYİN AMACI

- Çinkonun asidik çözelti içindeki elektrokimyasal davranışının incelenerek korozyon hızının iki farklı yöntemle ölçülmesi.

1.2 TEORİK BİLGİ

Korozyon, genel olarak malzemelerin, özel olarak metal ve alaşımların içinde bulundukları ortam etkisiyle fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerinde istenmeyen değişikliklerin meydana gelmesidir. Metaller yerkabuğunda en stabil hallerinde cevher halinde bulunmaktadır. Belli prosesler ile enerji harcanarak metallerin bu cevherlerden metalik halleri elde edilir ancak metaller saf metalik hallerinde daha reaktif(stabil olmayan) haldedirler. Bunun sonucunda metaller farklı koşullardaki ortamlara sokulunca yüzeylerinden başlayarak korozyona uğramaktadırlar. Korozyona uğrayan metal termodinamik olarak daha stabildir, ama bunun sonucunda şekillendirilebilme, süneklik, sertlik, iletkenlik vb. özellikleri kötüleşmektedir.

Elektrokimyasal korozyon ise, bir korozyon çeşidi olup, metallerin sulu ortamlarda bozunmaya uğramasıdır. Metal-ortam sisteminde elektrokimyasal hücre oluşumu ile kendiliğinden meydana gelen elektrokimyasal korozyonda dışarıdan enerjiye gereksinim yoktur. Bir metalin iyon haline geçme isteği onun aktifliğini belirlemekte ve metalin korozyona uğrama eğilimini göstermektedir. Metallerin standart elektrot potansiyellerini gösteren EMK (Elektromotor kuvvet) serileri, hesap yoluyla elde edilen termodinamik seriler olup, metallerin aktiflik durumları ile ilgili fikir vermektedir. Ayrıca, deniz suyunda yapılan deneylerle oluşturulan galvanik seriler de, farklı metal ve alaşımların aktifliklerini kıyaslamada daha faydalı olabilmektedir. Aynı ortamda bulunan ve birbirine temas eden farklı metal ve alaşımlardan daha aktif olanı anot olarak davranıp korozyona uğramakta, diğer metal ise katot olarak davranıp korozyondan korunmaktadır. Diğer yandan, elektrokimyasal korozyonun oluşabilmesi için ortamda mutlaka iki farklı metalin bulunması gerekmez, bir metal elektrolit içinde tek başınayken de korozyon gerçekleşebilir. Metalin yapısında veya yüzeyinde bulunan farklı bölgeler nedeniyle metalin bazı kısımları anot, bazı kısımları ise katot olarak davranabilmektedir.

Elektrokimyasal korozyonun gerçekleşmesi için sistemde beş elemanın bulunması zorunludur. Bunlar; **anot, katot, arayüzey, elektronik iletken ve elektrolitik iletken**. Elektrokimyasal korozyon süresince anotta yükseltgenme reaksiyonu gözlenirken, katotta ortamın pH durumuna ve elektrolitte çözünmüş oksijen miktarına göre farklı indirgenme reaksiyonları meydana gelir. Metal-elektrolit arayüzeyinde gerçekleşen bu reaksiyonlar aşağıda verilmiştir:

Anodik reaksiyon:



Katodik reaksiyonlar:





2023-2024 Güz MEM3961 Laboratuvar I
Deney 3: Korozyon Deneyi



Korozyon hızı, pratik olarak, birim yüzey alanından birim zamanda uzaklaşan metal kütlesi olarak tanımlanmaktadır. Korozyon hızının ölçümü için çeşitli yöntemler mevcuttur. Bunlardan, ağırlık kaybı yöntemi ve polarizasyon eğrilerinin çizilmesiyle gerçekleştirilen Tafel ekstrapolasyon ve lineer polarizasyon yöntemleri en sık tercih edilen yöntemlerdir. Ayrıca, elektrokimyasal korozyon olaylarındaki katodik reaksiyonların hidrojen veya oksijen redüksiyonu olması, bazı durumlarda, deney sırasında açığa çıkan gaz miktarının belirlenerek korozyon hızının saptanmasına olanak verir. Korozyon hızının belirlenmesinde en doğru sonucu verecek yöntem seçilmelidir.

Korozyon hızı çeşitli birimlerle ifade edilebilmektedir. Bunlardan en sık kullanılanları; $\text{mg}/\text{dm}^2 \cdot \text{gün}$ (mdd), $\text{mm}/\text{yıl}$, ipy (inch per year) ve mpy (mil per year) birimleridir. Bu birimler birbirlerine dönüştürülebilmektedir (örn: $1 \text{ ipy} = 1000 \text{ mpy} = 25,4 \text{ mm}/\text{yıl}$). Deney numunesinde meydana gelen ağırlık kaybı belirlendiğinde, korozyon hızını aşağıdaki formül yardımıyla hesaplamak mümkündür.

$$H = K \cdot \Delta G / A \cdot d \cdot t$$

H: korozyon hızı, **K:** istenen korozyon hız birimi için sabit bir sayı ('mpy' için 3.45×10^6), **ΔG :** ağırlık kaybı (g), **A:** çözeltiye maruz kalan yüzey alanı (cm^2), **d:** metalin yoğunluğu (g/cm^3), **t:** deney süresi (s)

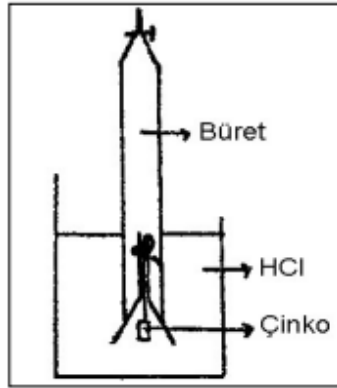
Bu formülde yer alan değişkenlerin birimleri ve K sabit sayısının değeri, hesaplanmak istenen hız birimine göre değişmektedir. Bu deneyde korozyon hızı 'mpy' cinsinden hesaplanacaktır.

1.3 DENEY MALZEMELERİ ve EKİPMANLAR

- Çinko numune, 0,1 M HCl çözeltisi, beher, cam huni, büret, puar, kurutma makinesi, hassas terazi, zımpara kağıdı.

1.4 DENEYİN YAPILIŞI

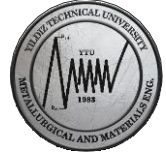
Çinko levhadan belirli boyutlarda kesilen ve bir tarafından delinen numunenin yüzeyi zımparalandıktan sonra yıkanır ve kurutulur. Boyutları ve ağırlığı ölçülen numune, ip yardımı ile huniye sabitlenir. Huni ise bürete geçirilerek, numuneyle birlikte $\text{pH}=1$ olan 0,1 M HCl çözeltisine daldırılır (Şekil 1). Daha sonra bürete belirli bir miktar çözelti çekilir. Büretteki çözelti seviyesindeki alçalma, her 3 dakikada bir kaydedilir. Büretteki çözelti seviyesi sıfıra geldiğinde ise deney sonlandırılır ve toplam deney süresi kaydedilir. Deney sonunda numune çözeltiden çıkarılır, yıkanır, kurutulur ve tekrar tartılır. Deney süresince meydana gelen ağırlık kaybı hesaplanır.



Şekil 1. Deney düzeneği

1.5 DENEY RAPORUNDA BULUNMASI GEREKENLER

- Çinko numune için deneyde gerçekleşen anodik ve katodik reaksiyonları ayrı ayrı yazınız. (5 puan)
- Çinkonun deney sonucunda ağırlığında meydana gelen azalmadan yararlanarak toplam korozyon hızını mpy cinsinden hesaplayınız. (10 puan)
- Büretteki gaz hacmi okumalarınızdan yararlanarak, çözünen numune miktarı (mg) – süre (dk) eksenlerini kullanarak zamana bağlı olarak korozyon hızı değişim grafiğini çiziniz, bu değişimi irdeleyiniz. (20 puan)
- Ağırlık kaybı yoluyla belirlenen korozyon hızı ile açığa çıkan hidrojen gazının hacminden giderek belirlenen korozyon hızı birbirine uymakta mıdır? Uymuyorsa nedenlerini belirtiniz. (15 puan)



$$\text{Korozyon hızı} = K \times \frac{i_{kor} \times EA}{d}$$

K= sabit sayı, $3,27 \times 10^{-3}$ mm.g/ μ A.cm.yıl, **i_{kor}**= akım yoğunluğu (A/cm²), **EA**= numunenin eşdeğer ağırlığı, birimsiz, **d**= numunenin yoğunluğu, g/cm³

2.3 DENEY MALZEMELERİ ve EKİPMANLAR

- Potansiyostat, kurşun numune, 1 M H₂SO₄ çözeltisi, 5 boyunlu hücre, kurşun karşıt elektrotlar, doymuş kalomel referans elektrot, krokodil kablo, kurutma makinesi, silikon tabancası, silikon.

2.4 DENEYİN YAPILIŞI

Kurşun numune yüzeyindeki toz ve kirlerden arındırmak amacıyla yıkanır ve kurutulur. Krokodil ile bağlanarak 1 cm² aktif yüzey alanına sahip olacak şekilde silikonlanır. 3 elektrotlu hücre içine 1 M H₂SO₄ çözeltisi doldurulur. Referans elektrot olarak doymuş kalomel elektrot, karşıt elektrot olarak kurşun elektrotlar ve çalışma elektrotu olarak da kurşun numune hücreye yerleştirilir. Potansiyostat yardımıyla öncelikle sistemin açık devre potansiyeli (OCP) değeri ölçülür. Daha sonra numune, OCP değerini içine alacak şekilde belirlenen potansiyel aralığında taranarak, yarı logaritmik akım-potansiyel eğrisi elde edilir. Bu eğriden elde edilen **i_{kor}** değeri, yukarıda verilen formülde yerine koyularak korozyon hızı mm/yıl cinsinden hesaplanır.

2.5 DENEY RAPORUNDA BULUNMASI GEREKEN BİLGİLER

- Kurşun numune için deneyde gerçekleşen anodik ve katodik reaksiyonları ayrı ayrı yazınız. **(5 puan)**
- Tafel eğrisinden elde edilen **i_{kor}** değeri yardımıyla numunenin korozyon hızını mm/yıl cinsinden hesaplayınız. **(15 puan)**
- Kurşun için hesaplanan mm/yıl cinsinde hesaplanan korozyon hız değerini mpy cinsine dönüştürerek, çinko numune için mpy cinsinden hesaplanan korozyon hız değerleriyle kıyaslayınız. **(10 puan)**
- 2 Adet korozyondan korunma yöntemi seçin ve bu yöntemleri açıklayınız. **(15 puan)**
- Lütfen raporunuzu gerekli noktalarda teorik bilgilerle destekleyiniz ve doğru bir şekilde referans gösteriniz. **(5 puan)**

!! Yanınızda hesap makinelerinizi getirmeniz tavsiye edilmektedir !!

2.6 REFERANSLAR

- [1] H. Yalçın, M. Gürü, 2010, “Elektrokimya ve Uygulamaları”, Palme Yayıncılık, Ankara.
[2] Saviour A. Umoren, Moses M. Solomon, Viswanathan S. Saji, 2022, “Polymeric Materials in Corrosion Inhibition”, Elsevier, Amsterdam, 83-102.
[3] Karim Kakaie, Mehdi D. Esrafilı, Ali Ehsani, 2019, “Interface Science and Technology”, Elsevier, Amsterdam, 303-337.

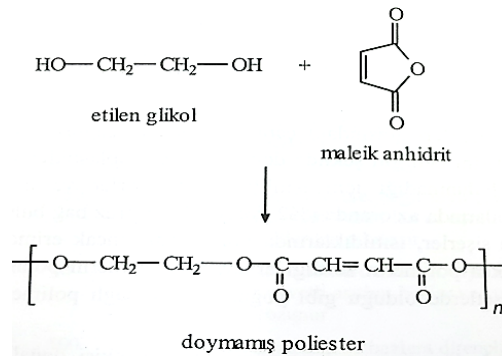
DENEY 4: TERMOSET POLİMERLERİN ÜRETİLMESİ POLİMERLER: DOYMAMIŞ POLYESTER REÇİNELERİ (TERMOSETLER)

1. DENEYİN AMACI

- Termoset polimerlerde reaksiyon bileşenlerinin çapraz bağlanma (sertleşme, curing) hızı üzerindeki etkisini gözlemlemek. Yapılan deneyden elde edilecek sonuçların grafik olarak çizilmesi ve yorumlanması.

2. TEORİK BİLGİLER

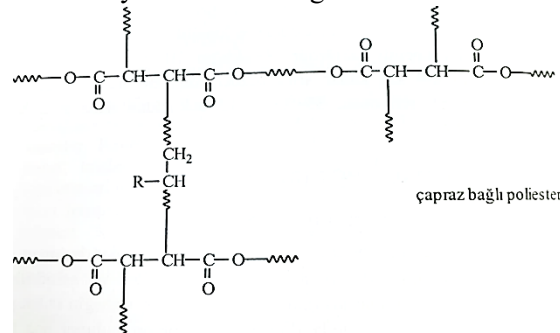
Polimerler, ısıya karşı gösterdikleri davranış bakımından termoplastikler ve termosetler olmak üzere iki gruba ayrılırlar. Termoplastikler, zincirleri arasında çapraz bağlar bulunmayan doğrusal ve/veya dallanmış zincirli polimerlerdir. Bu özellikleri nedeniyle uygun çözücülerde çözünürler, ısıtıldıklarında erirler ve soğutulduklarında sertleşirler. Bu plastikler, özelliklerinde önemli değişiklikler olmadan defalarca ısıtılıp soğutulabilirler. Isı ve basınç altında yumuşayarak akarlar ve böylece çeşitli formlarda şekillendirilebilirler. Ayrıca uygun çözücülerde çözünürler ve bu şekilde kalıplanarak çeşitli şekiller alabilirler. Polietilen (PE), polipropilen (PP), poli(vinil klorür) (PVC) ve polistiren (PS) yaygın kullanılan termoplastik polimerlerden bazılarıdır. Termosetler, zincirleri arasında yoğun çapraz bağlar (ağ-yapı) bulunan polimerlerdir. Çapraz bağlardan dolayı hiçbir çözücüde çözünmezler, ısıtıldıklarında erimezler, yeterince yüksek sıcaklıklara ısıtıldıklarında bozunurlar. Termosetler kalıcı bir biçimde şekillendirilip kimyasal bir tepkimeyle sertleştirildikten sonra ısıtılarak yeniden yumuşatılamazlar ve başka bir şekle sokulamazlar. Bu nedenle kısmen polimerleşmiş durumdayken ısı etkisiyle veya ısıyla basıncın birlikte etkisiyle kalıplanırlar. Isıl işlemin yanı sıra, sadece oda sıcaklığındaki kimyasal tepkimeyle sertleşen veya olgunlaşan birçok polimer de vardır. Kalıplama sırasında polimerleşme ilerleyerek plastik çapraz bağlanmaya geçer ve polimer akma özelliğini kaybeder. Bu yüzden termosetler, termoplastikler gibi yeniden üretim sürecine girmezler yani geri dönüşümleri yoktur. Fenol-formaldehit, melamin-formaldehit, epoksi reçineler ve doymamış polyesterler en yaygın kullanılan termoset polimerlere örnek gösterilebilir. Doymamış polyester tanımı, polimer zincirlerinde çift bağlar (doymamışlık) bulunan polyester polimerleri için kullanılır. Bu tür bir polyester reçine, glikol (iki —OH grubu olan alkol) ve buna eşdeğer miktarda çift karbon-karbon bağı içeren bir anhidrit (veya anhidritin yerini tutan bir diasit, iki —COOH grubu) arasındaki kondenzasyon reaksiyonu üzerinden sentezlenebilir (Şekil 1). Ticari reçinelerde belirli özellikler, farklı diol ve diasit karışımlarıyla elde edilebilir. Kondenzasyon reaksiyonu sırasında anhidritin çifte bağı reaksiyona girmez ve doğrusal polyester zincirleri üzerinde kalır. Bu aşamada elde edilen doymamış polyester ön-polimeri, ısıtıldığında yumuşayıp akışkan hale gelirken soğutulduğunda tekrar sertleşebilen termoplastik özellik gösterir.



Şekil 1. Doymamış polyester eldesi.

İkinci aşamada; doymamış polyester, uygun bir başlatıcı varlığında polyesteri çözebilen stiren gibi bir vinil monomeri (CH₂ = CHR) ile başlatıcının bozunma sıcaklığına kadar ısıtıldığında, doğrusal polyester zincirlerindeki çifte bağlar açılır ve radikalik mekanizma üzerinden stiren molekülleri ile çapraz bağlanma (curing, sertleşme, donma) gerçekleştirirler. Bu durumda, doğrusal ve doymamış polyester zincirleri stiren gibi bir monomerle kopolimerize olarak çapraz bağlı ağ yapıya dönüşürler ve bunun sonucunda da ısıtılınca erimeyen, tekrar şekillendirilemeyen ve yüksek sıcaklıklarda yanarak bozulan bir termoset yapı oluşur

(Şekil 2). Bu termoset yapının kalitesi, çapraz bağ yoğunluğuna yakından bağlıdır. Çapraz bağ yoğunluğu arttıkça polimerin elastik modülü ve ısı kararlılığı yükselir, buna karşın darbe dayanımı düşer. Çapraz bağ yoğunluğu, polyesterin sentezinde kullanılan girdilerin oranı (doymamışlık noktalarının sayısı) ayarlanarak kontrol edilir. Ticari uygulamalarda vinil monomeri miktarı, monomer-doymamış polyester karışımının ağırlıkça %30-50'si arasında değişir. Vinil monomeri, doymamış polyesterin zincirlerini birbirine bağlamanın yanında ön-polimeri çözme görevi yapar, ayrıca elde edilecek termoset yapının özelliklerini de etkiler. Doymamış polyester için iyi bir çözücü olması, düşük viskozite ve düşük fiyata sahip olması nedeniyle stiren en yaygın kullanılan monomerdır. Stirenin kaynama noktası yüksektir ve polyestere ilave edilirken buharlaşma kaybı az olur. Buna karşın yanıcıdır ve sağlık açısından zararlıdır. Polyester reçine içindeki stiren azaltıldığında doymamış polyester zincirleri arasındaki hacim artar ve termoset polimerin sertliği azalır. Daha fazla stiren kullanıldığında ise, polistiren özelliklerinin baskın olduğu çapraz bağlı bir polyester elde edilir. Metil metakrilat, viniltoluen, dialil fitalat ve α -metil stiren doymamış polyester reçinelerinde çapraz bağlanma amacıyla kullanılan diğer monomerlerdir.



Şekil 2. Vinil monomeri ile sertleştirilmiş çapraz bağlı polyester.

Başlatıcı olarak benzoil peroksit, kümen hidroperoksit veya azobisisobütironitril kullanılabilir. Çoğunlukla oda sıcaklığında sertleştirilen polyesterler için ise metil etil keton (MEK) peroksit kullanılır. Tepkime genel olarak az miktarda kobalt naftanatla etkinleştirilir. Kobalt naftanat, başlatıcı peroksitlerin bozunma hızını arttıran bir hızlandırıcı görevindedir. Genellikle hızlandırıcı önceden reçineye karıştırılır ve son anda, hızla başlatıcı ilave edilerek kalıba dökülür. Hızlandırıcı ile başlatıcının önceden birbirine karıştırılması patlamaya sebep olabilir. Kopolimerizasyon reaksiyonu ekzotermik bir reaksiyondur. Başlatıcı ve hızlandırıcı konsantrasyonları, reaksiyon sıcaklığının ulaşacağı değeri ve sertleşme süresini doğrudan etkiler. Sıcaklığın ve başlatıcı ve hızlandırıcı konsantrasyonlarının artırılması sertleşme süresini kısaltır ancak üründe hava kabarcıkları, yüzey bozuklukları ve kalıba göre aşırı boyut küçülmesi gibi istenmeyen sonuçları da beraberinde getirir. Doymamış polyesterler birçok yöntemle işlenebilmekle birlikte, çoğunlukla farklı şekillerde kalıplanırlar. Açık kalıba döşemek veya püskürtmeyle kalıba doldurmak küçük hacimli parçaların birçoğu için kullanılan yöntemdir. Otomobil panelleri gibi büyük hacimli parçalarda çoğunlukla basınçlı döküm kullanılır. Doymamış polyesterler; kolay işlenme, ucu yan ürün oluşturmama, hızlı çapraz bağlanma, açık renk, boyutsal kararlılık gibi avantajlara sahiptirler. Fiziksel ve elektriksel özellikleri iyidir. Kimyasal maddelerden fazla etkilenmezler. Alevlenmeye, kimyasallara ve yaşlanmaya karşı dirençleri, reçine karışımının bileşimi ayarlanarak iyileştirilebilir. Bu reçineler, elektrik ve elektronik aletlerin değişik parçalarının yapımında, sandalye, valiz, olta çubuğu, servis tepsisi gibi eşyaların yapımında ve kompozitlerde matris malzemesi olarak kullanılırlar.

Konuyla ilgili detaylı bilgi için:

- <https://www.youtube.com/watch?v=HiEzIDLcu4>
- <https://www.youtube.com/watch?v=O-rINqV3JY&t=43s>
- <https://www.youtube.com/watch?v=LawOeMvCg6I>

Cam elyaf takviyeli doymamış polyester reçineler (kompozit), en yaygın kullanılan güçlendirilmiş doymamış polyester reçine türüdür. Sertleştirme işlemi öncesi ürün, doğrusal bir polimer ile sıvı bir monomer karışımından ibarettir. Düşük viskoziteye sahip bir sıvı oluşu sayesinde yüksek miktarda dolgu maddeleri ile karıştırılabilme ve cam elyafı iyice ıslatabilme olanağı sunar. Doymamış polyesterler %80'e varan miktarlarda cam elyaf ile güçlendirilebilirler. Bu güçlendirilmiş, doymamış polyesterler



sertleştirildiklerinde (çapraz bağlanmayı tamamladıklarında) 172-344 MPa dayanıma, iyi darbe dayanımına ve kimyasal dirence sahip olurlar. Cam elyafla güçlendirilmiş doymamış polyesterler, otomobil panellerinin ve gövde parçalarının yapımının yanı sıra küçük tekne gövdelerinin, bina panellerinin, banyo parçalarının, yüksek aşınma dayanımı istenen boruların, su depoların ve yakıt tanklarının yapımında kullanılırlar.

3. DENEY MALZEMELERİ ve EKİPMANLAR

- ❖ Reçine: Doymamış polyester/stiren karışımı
- ❖ Başlatıcı: Metil etil keton (MEK) peroksit
- ❖ Hızlandırıcı: Kobalt naftanat
- ❖ Diğer malzemeler: Plastik bardak, tahta çubuk, nitril eldiven, kronometre ve plastik damlalık.

4. DENEYİN YAPILIŞI

- 1- **Jelleşme Süresi Tayini:** 5 adet plastik bardak 1'den 5'e kadar numaralandırıp içlerine 10'ar gram reçine konur. İlk 3 bardağa reçinenin ağırlıkça %1'i kadar, 4. ve 5. bardaklara ise reçinenin ağırlıkça %2 ve %4'ü kadar kobalt naftanat damlatılır ve iyice karıştırılır. Sonrasında bardaklardaki karışıma sırasıyla %0,5, %1, %2, %1, %1 metil etil keton (MEK) peroksit ilave edilir ve kronometre çalıştırılır. Bir dakika karıştırılır ve çubuk çıkarılır. Sonra her 60 s'de bir 10 s karıştırılır. Reçinenin tahta çubuğa yapışmaya başladığı an kronometre durdurulur. Farklı oranlarda başlatıcı ve hızlandırıcı eklenmiş reçinelerin jelleşme süresi kaydedilir.
- 2- **Sonuçların Elde Edilmesi:** Her bir öğrenci kendi jelleşme süresini tuttuktan sonra diğer öğrencilerin jelleşme sürelerini de alarak ilgili verileri toplayacaklardır.

5. DENEY RAPORUNDA BULUNMASI GEREKEN BİLGİLER

- Deney öncesinde size anlatılan teorik kısım ile ilgili genel bilgiler veriniz. **(10 Puan)**
- Deneyin yapılışını detaylı olarak anlatınız. **(20 Puan)**
- 1. deney basamağında belirlediğiniz jelleşme süresi nedir? Jelleşme süresine reaksiyon koşulları ve çevresel faktörlerin etkileri neler olabilir, tartışınız. **(10 Puan)**
- 1. deney basamağında belirlediğiniz değişen hızlandırıcı konsantrasyonuna karşı jelleşme süresi eğrisini çiziniz, eğri davranışını yorumlayınız. **(25 Puan)**
- 1. deney basamağında belirlediğiniz değişen başlatıcı konsantrasyonuna karşı jelleşme süresi eğrisini çiziniz, eğri davranışını yorumlayınız. **(25 Puan)**
- Doymamış polyester reçinesinin jelleşmesi deneyinin tüm basamaklarındaki gözlemlerinizi, deneysel sonuçları ve bu deneyin size kattıklarını belirtiniz. **(10 Puan)**

6. REFERANSLAR

[1] Bilyeu, B., Brostow, W., & Menard, K. Epoxy Thermosets and Their Applications I: Chemical Structures and Applications. Journal of Materials Education, 21(5&6), 281-286.

[2] Saçak, M. (2012). Polimer Kimyası. Ankara: Gazi Kitabevi.

[3] Saçak, M. (2012). Polimer Teknolojisi. Ankara: Gazi Kitabevi.

[4] Stickney, K., Burnell, J., & Wyeth, J. (2019). Synthesis of a Crosslinked Epoxy Resin Medallion in the Organic Chemistry Laboratory. World Journal of Chemical Education, 7(4), 232-241.

DENEY 5: REDÜKSİYON ELEKTROLİZİ VE HİDROMETALURJİ

BÖLÜM 1: ELEKTRO METALURJİ

1.1 DENEYİN AMACI

- Elektroliz olayının öğrenilmesi, bakırın rafinasyon (saflaştırma) ve redüksiyon (geri kazanım) işlemlerinin öğrenilmesi ve çözeltiliye alınmış bakır kullanılarak elektrolitik bakır elde edilmesi amaçlanmaktadır.
- Bakır sülfat ve kalkopirit esaslı bakır cevherinin asitli çözeltilerde bakır çözünürlüğünün ve çözünmeyi etkileyen parametrelerin incelenmesi, çözeltiliye geçen bakırın sementasyon işlemiyle çöktürülerek geri kazanımının ve verimi etkileyen parametrelerin belirlenmesi.

1.2 TEORİK BİLGİLER

Elektrometalurji: Cevher veya metal içeren her çeşit ham madde içindeki metalleri elektrik enerjisinden faydalanmak suretiyle üretmeye “Elektrometalurji” denmektedir. Gerçekte elektrometalurji, elektrokimyanın bir uygulamasıdır. Burada elektrokimya metotlarının metallere uygulanması yapılmaktadır.

Elektroliz: Elektrik akımının sulu veya eriyik elektrolitlerden geçirilmesiyle meydana gelen kimyasal ayrışma sonucu katotta metal iyonlarının ve anotta ise metalik olmayan iyonların serbest hale gelmesi olayıdır. İyonlar elektrotlarda deşarj edilerek; serbest hale geçirilebilir, element olarak toplanabilir ve elektrot ile reaksiyon yapabilir.

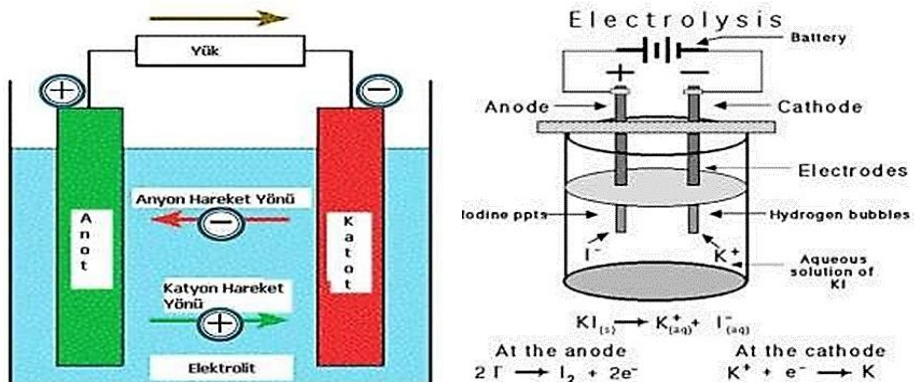
Elektrot: Elektrik akımını, sıvı, katı, gaz faza ileten iletken. Elektrokimyasal anlamda elektrot, elektrot iletkeni ile iyonik iletkeni birleştiren sistemdir.

Elektrolit: İçinde (+) ve (-) yüklü serbest iyonları bulunduran ortamlardır. Elektrolizde kullanılan elektrik akımını ileten sıvıdır. Erimiş tuzlar ve asit, baz, tuz çözeltileri elektrolit olarak kullanılır.

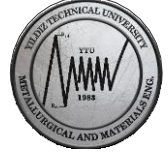
Elektroliz hücresi: Dışarıdan gerilim uygulanarak, elektriksel işin kimyasal işe dönüştürüldüğü hücrelerdir. Üreteç: Dış devrede elektrik enerjisini sağlayan doğru akım kaynağıdır. Üretcin pozitif kutbuna bağlı elektrot anot, negatif kutbuna bağlı elektrot katottur.

Elektrolizde; katyonlar (+ yüklü iyonlar) indirgenerek katotta, anyonlar da (- yüklü iyonlar) yükseltgenerek anotta açığa çıkar. Elektroliz kabında birden fazla tür katyon varsa, ilk önce indirgenme eğilimi (potansiyeli) en büyük olan indirgenir. Daha sonra sırası ile indirgenme devam eder. Elektroliz kabında birden fazla cins anyon varsa, anotta ilk önce yükseltgenme eğilimi en büyük olan anyon toplanır. Aktivitesi az olan anyon öncelikle anotta, aktivitesi az olan katyon da öncelikle katotta açığa çıkar. Elektrolizde bileşikler elementlerine ayrıştırılabilir. Elektrokimyasal pile, pil geriliminden yüksek bir gerilim uygulanırsa, pil de gerçekleşen tepkime tersine döner. Elektroliz oluşur. Bu olaya pilin şarj edilmesi denir.

Elektroliz işlemi, elektroliz kabı ya da tankı denen bir hücre içinde uygulanır. Bu hücre, çözünerek artı ve eksi yüklü iyonlara ayrılmış bir bileşiğin içine daldırılmış iki elektrottan oluşur ve bu elektrotlar birbirine değmeyecek biçimde (genellikle iki elektrot arası 5-20 cm) ayarlanır. Elektroliz işleminin gerçekleştirilmesi için bu elektrotlar bir doğru akım kaynağına bağlanır ve elektrotlar arasında meydana gelen gerilim (elektrik alan), iyonları karşıt yüklü elektroda (kutup) doğru hareket ettirir. Dolayısıyla, (+) yüklü iyonlar katoda giderken, (-) yüklü iyonlar anoda doğru akarlar. Karşıt kutupta yükünü dengeleyen atom veya moleküller elektrotta çökeler veya elektrolit içindeki moleküllerle yeni reaksiyonlara girer.



Şekil 1. Elektroliz yöntemi.



Endüstride bakırın (Cu) elektroliz işlemi iki amaçla kullanılır. Bunlardan biri, saf olmayan bakır metalini içindeki safsızlık oluşturan yabancı maddelerden arıtarak katot üzerinde toplamak amacıyla yapılan bakırın saflaştırılması işlemi; diğeri ise bakır metalini sulu çözeltilerden kazanmak için yapılan bakırın geri kazanımı işlemidir.

Elektrolizin Uygulama Alanları

Elektroliz işlemleri daha önce de bahsedildiği gibi, elektrolizle metalürji alanında, metallerin hazırlanmasında (çözünmez anot kullanılan yöntem-geri kazanım elektrolizi) ya da arıtılmasında (çözünür anot kullanılan yöntem-saflaştırma elektrolizi) kullanılır. Ayrıca, bir elektrolitik metal birikimiyle aşınmaya karşı korumada ve bir metal çökeltisiyle metallerin kaplanması (sözelimi; nikel kaplama, çinko kaplama, kadmiyum kaplama, krom kaplama, gümüş ya da altın kaplama) kullanılan bir yöntemdir. Saf hidrojen de, özellikle, suyun elektroliziyle elde edilir. Uygulama alanları arasında, gaz üretimi (klor), metal üstünde koruyucu oksitli anot tabakalarının elde edilmesi (alüminyumun, alümina aracılığıyla anotlaştırılması işlemi) elektrolizle parlatma, metallerin katot ya da anot olarak yağlardan arındırılması sayılabilir. Elektroliz, akım şiddetlerinin, özellikle voltmetrelerdeki akım miktarlarının ölçülmesine de olanak verir. Sürekli akım yardımıyla, organik dokuların ayrıştırılmasına dayanan tedavi elektrolizi, cerrahide sinir uçlarının (nöronların), sertleşen urların, burun deliklerindeki poliplerin yok edilmesinde, üretra ya da yemek borusu daralmalarının tedavisi gibi tıp uygulamalarında da kullanılmaktadır.

Bakırın Rafinasyon (Saflaştırma) Elektrolizi

Bakırın rafinasyon elektrolizi yeterli saflıkta rafine bakır elde edilmesini sağlayan bir elektroliz işlemi olup, bu işlem çözünebilir bakır anotlarla yapılmaktadır. Elektrolit olarak bakır sülfat (CuSO_4) ve H_2SO_4 çözeltisi kullanılmaktadır. Çözelti içine daldırılan bakır elektrotlardan biri saf bakırken diğeri saf olmayan bakırdır. (+) yüklü anot olarak, yüksek sıcaklıklarda saflaştırma işlemiyle elde edilen (%98-99 saflıkta) bakır (blister bakır) elektrotlar kullanılmaktadır. Bu elektrotlar bileşimlerinde safsızlık olarak, O, S, Au, Ag, Pt ve çeşitli miktarlarda As, Sb, Bi, Sn, Se, Te, Pb, Zn, Fe bulundurmaktadır. (-) yüklü katot olarak ise, üzerine elektrolitik bakır kaplanmış titan levhalar veya yapışmayı önlemek için üzeri yağ ile sıvanmış bakır levhalar (%99,5 saflıkta) kullanılır. Elektronlar, elektrolit dışında anottan katoda doğru akarlar; elektrolit içinde katottan anoda doğru akarlar. Uygun şartlarda anot oksitlenerek çözeltiye geçer ve katotta indirgenir. Anottaki diğeri safsızlıkların bir kısmı çözünmeyerek, anottan kopup hücrenin alt kısmında toplanırlar. Bu artık malzemeye “**anot çamuru**” denir. Bazı safsızlıklar ise çözünerek elektrolite geçer. Anot ve katot aynı bileşimde olduğu için ayrışma voltajı teorik olarak sıfırdır ve hücre voltajı elektrolit direncinin biraz üzerinde bir değerdedir. Elektrolitik rafinasyon uygulaması iki nedenle yapılır. Temel amaç iletkenliğin azalmasına neden olan empüritelerden arınmakken, rafinasyon işlemi sırasında anot çamuruna geçen soy metal ve yarı metalik metaller (Se,Te) rafinesi de maliyeti karşıladıklarından işletmeye artı değer kazandırır.

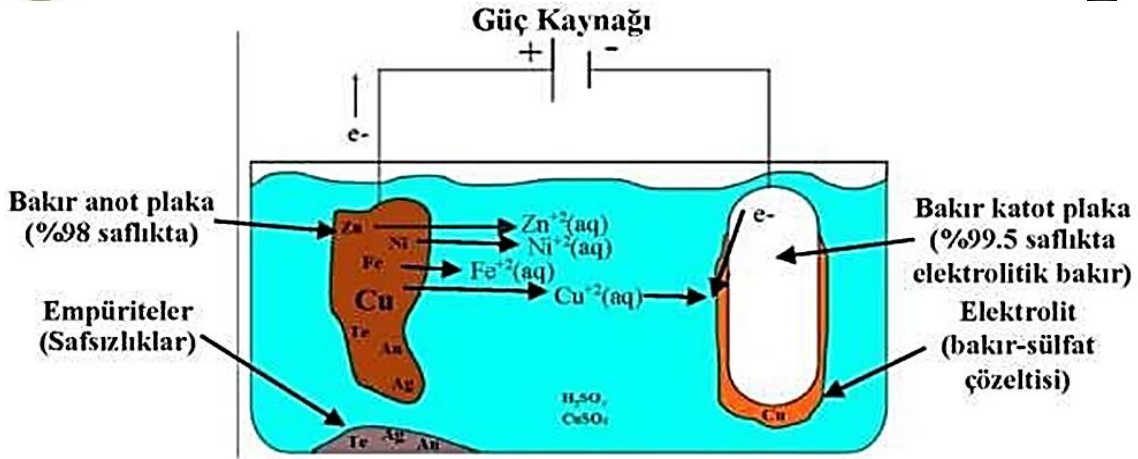
Anot ve katot arasına akım uygulandığında $\text{CuSO}_4\text{-H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{O}$ türü elektrolitte şunlar gerçekleşir: Klasik bakır saflaştırma elektrolizinin çalışma koşulları 0.2-0.35 V hücre voltajı şeklindedir. Elektroliz şartları aşağıda verildiği gibidir:

- Elektrolitte 35-50 g/l Cu ve 140-220 g/l H_2SO_4
- Sıcaklık 50-65 °C
- Katot akım yoğunluğu 150-250 A/m² (15-25 mA/cm²)

Bakırın saflaştırılması elektrolizinde meydana gelen reaksiyonlar;

Anot reaksiyonu: $\text{Cu}_0 \rightarrow \text{Cu}^{+2} + 2\text{e}^-$ (Burada bakır, anodik oksidasyon sonucu Cu^{+2} iyonları halinde çözünür.)Çözünmüş olan (+) yüklü bakır iyonları (Cu^{+2}) katot yüzeyine ulaşır.

Katot reaksiyonu: $\text{Cu}^{+2} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cu}^0$ (Burada Cu^{+2} bakır iyonları, anottan iletilmiş olan elektronlarla tekrar birleşerek metal durumuna indirgenirler.)



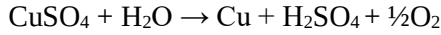
Şekil 2. Bakırın saflaştırma elektrolizi.

Bu seçeneklerden bakır rafinasyon elektrolizinde enerji tüketimi olmadığı görülür. Ancak anodik ve katodik reaksiyonlar kinetik engelli olduğundan fazla voltajların uygulanması gerekir ve bağlantı yerlerindeki dirençlerden dolayı voltaj düşüşü de göz önüne alınmalıdır.

Bakırın Redüksiyon (İndirgenme) Elektrolizi

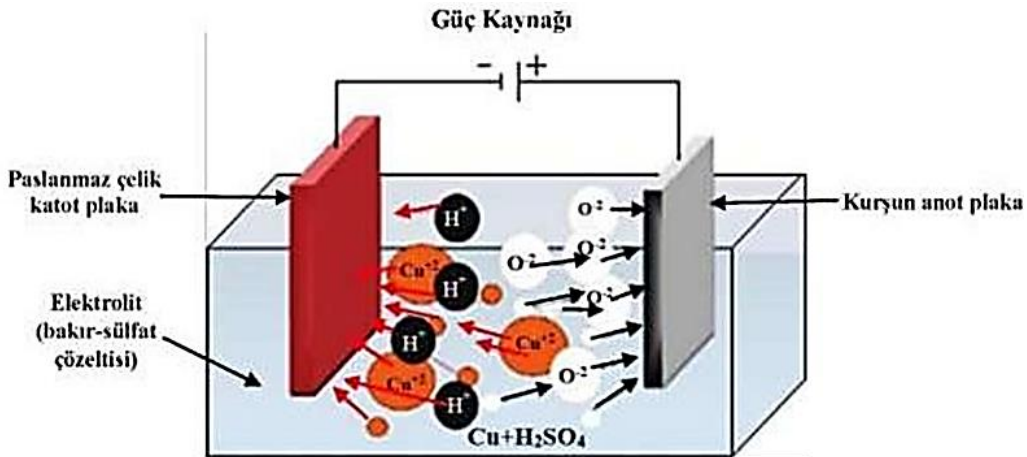
Bakırın geri kazanım elektrolizi, çözeltilerden bakır elde edilmesini sağlayan bir elektroliz işlemi olup, bu işlem sırasında çözünmeyen anot ve katot elektrotlar kullanılmaktadır. Anot olarak genellikle %4-6 Sb içeren sert kurşun alaşımı kullanılırken, katot olarak paslanmaz çelik ve son zamanlarda titan levhalar kullanılmaktadır. İndirgenme işlemi için, 40-60 °C sıcaklık ve 70-150 A/m² akım yoğunluk değeri seçilir. Elektroliz sırasında çözeltide bulunan (-) yüklü iyonlar anoda, (+) yüklü iyonlar katoda gider. Anyonlar anot yüzeyinde oksitlenirken, katyonlar katot yüzeyinde indirgenirler. Termodinamik olarak bakır indirgenme elektrolizi 0,89 V'ta gerçekleşir.

Bakırın redüksiyon elektrolizi sırasında gerçekleşen reaksiyonlar;



Anot reaksiyonu: $\text{SO}_4^{2-} + \text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2\text{SO}_4 + \frac{1}{2}\text{O}_2$

Katot reaksiyonu: $\text{Cu}_2 + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cu}_0$



Şekil 3. Bakırın geri kazanım elektrolizi.

Bakırın saflaştırma ve geri kazanım elektrolizleri arasındaki farklardan biri, 'katot' reaksiyonlarının aynı olmasına rağmen 'anot' reaksiyonlarının farklı olmasıdır. Ayrıca bakırın saflaştırılması elektrolizinde, anottan çözünen metal iyonları katotta indirgenirken; bakırın geri kazanım elektrolizinde, (çözünmeyen %4-6 Sb içeren kurşun alaşımı kullanıldığı için) anot reaksiyonu elektrolit içerisinde bulunan bir anyon veya molekülün oksidasyonu ile gerçekleşir.



Elektroliz Şartları ve Katkı Maddeleri

Tablo 1. Elektroliz şartları ve katkı maddeleri.

Parametreler	Koşullar
Elektrolitteki bakır derişimi	35-50 gr/l
Elektrolitteki H ₂ SO ₄ derişimi	140-220 gr/l
Sıcaklık	50-65 °C
Katot akım yoğunluğu	150-250 A/m ²
Hücre voltajı	0,2-0,35 V
Sirkülasyon hızı	0,02 m ³ /dak.
Kolloidler	
Jelatin	0,0001-0,001 kg/m ³
Thiourea	0,0001-0,001 kg/m ³
HCl veya NaCl	0,035 kg/m ³

Kolloid homojen bir karışımdır. Bu homojen karışım içerisinde jelâtin ve thiourea içerir. Jelatin, bakırın katot yüzeyine homojen ve düzgün bir şekilde bağlanmasını sağlar ve ince kristalli sert bir bakır yapısı oluşturur. Jelatinin yan etkilerini ortadan kaldırmak için ise thiourea kullanılır. Thiourea'nın diğer bir görevi de katot yüzeyindeki sivri uçları ve çukurları izole eder. Diğer bir katkı maddesi olan mersolat, antioksidan görev görür ve katot yüzeyindeki sülfatlanmayı geciktirir. HCl'nin homojen karışım içine katılmasının maksadı ise elektrolit içindeki gümüş iyonlarını (Ag⁺), gümüş klorür (AgCl) halinde çökmesini sağlamaktır.

Hesaplamalar

Bir elektroliz devresinde, 't' zaman boyunca 'I' akımının geçmesiyle işlem sonunda teorik olarak elde edilmesi gereken ürün miktarı Faraday eşitliği ile hesaplanır:

$$MT = (I \cdot t \cdot Ma) / (Z \cdot F) \cdot ;$$

Bu eşitlikte, MT= Elde edilen (katotta biriken) ürün miktarını, I= Devreden geçirilen akım şiddetini (A), t= Zamanı (sn), Ma= Katotta biriken maddenin atom ağırlığını (Cu için: 63 gr/mol), Z= Katotta biriken maddenin bileşikteki değerliğini (Cu için: 2), F= Faraday sabitini ifade etmektedir (96500 Coulomb).

Elektroliz işlemlerinde akım yoğunluğu, devreden geçen akımın elektrolit içine daldırılan katot elektrodunun elektrot içine batan alanına oranı ile hesaplanmaktadır:

$$Katot Akım Yoğunluğu = \left(\frac{Devreden Geçen Akım (A)}{Katodun Elektrolite Dalan Kısmının Alanı (m^2)} \right)$$

Deneyler sırasında devreden geçen akımın bir kısmı dirençleri yenmek için kullanıldığından, elektrolizle elde edilen ürün teorik üründen daha az olmaktadır. Elde edilen ürünün (Mg) teorik ürüne (MT) oranının 100 ile çarpılması sonucunda ise $\beta = [(MG / MT) \times 100]$, % akım randımanı (verimi) elde edilmektedir. Katotta toplanan veya anottan ayrılan madde miktarı Faraday eşitliği ile hesaplanan teorik değere eşit ise akım verimi %100, eşit değil ise %100'ün altında olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca, $[(MT-MG)/MT] \times 100$ işleminin sonucunda çıkan değerse deneysel % hata payını vermektedir.

1.3 DENEY MALZEMELERİ ve EKİPMANLAR

Elektroliz hücresi, doğru akım güç kaynağı (voltmetre, ampermetre ve bağlantı kabloları), bakır-sülfat ve sülfürik asit çözeltisi (Elektrolitte 35-50 g/L Cu içeren çözelti, 140-220g/L H₂SO₄ alkol (temizleme işlemi için), katkı malzemeleri olarak jelatin tozu ve tiyöüre (0,001 gr), hassas terazi, beherler, katot elektrolitik bakır ve anot blister bakır (yüksek sıcaklıklarda saflaştırılmış) plakaları (saflaştırma elektrolizi için), katot paslanmaz çelik ve anot kurşun plakalar (geri kazanım elektrolizi için), ısıtıcı, manyetik karıştırıcı, kumpas.

Katkı malzemelerinin görevleri:

Jelatin: Katot üzerine biriken bakırın, yüzeye düzgün ve homojen olarak bağlanmasını sağlayarak ince kristalli sert bir bakır yapısı oluşturur.

Tiyöüre: Jelatinin yan etkilerini ortadan kaldırır ve katot malzemesi yüzeyindeki sivri uçlarla çukurlukları izole eder.



1.4 ELEKTRO METALURJİ DENEYİNİN YAPILIŞI

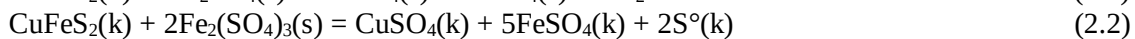
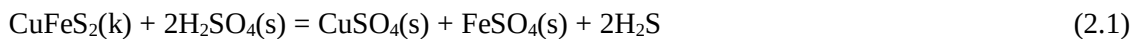
Belirtilen miktarlarda bakır-sülfat (CuSO_4) ve H_2SO_4 tartılarak elektrolit çözeltisi hazırlanır ve beher içine konulur. Belirtilen miktarlarda jelatin tozu ve tiyoüre çözeltiye eklenerek karıştırılır. Metalin toplanacağı malzeme (katot levha) alkolle temizlenip kurutulduktan sonra hassas terazide tartılarak sonuç kaydedilir. Anot ve katot elektrotlar elektrolit çözeltisi içine yerleştirilir. Doğru akım güç kaynağının (+) kutbuna anot levhanın bağlantı kablosu; (-) kutbuna ise katot levhanın bağlantı kablosu takılır. Akım yoğunluğu olarak bakırın saflaştırılması ve geri kazanım elektroliz deneylerinin her ikisinde de 150 A/m^2 göz önüne alınarak, katot levhanın elektrolit içine batan kısmının alanı hesaplanır ve buna göre devreden geçirilecek akım miktarı belirlendikten sonra doğru akım güç kaynağı çalıştırılarak devreye akım verilir. 15 dakika elektroliz işlemine devam edilir ve tam zamanına göre güç kaynağı kapatılarak devreye verilen akım kesilir. Katot levha, başlangıçtaki gibi alkolle temizlenerek kurutulur ve son ağırlığı tekrar tartılır. Katotta toplanan madde miktarı belirlenir ve teorik olarak birikmesi gereken miktarla karşılaştırılarak yukarıda verilen bağıntılar yardımı ile akım verimi ve deneysel hata payı hesaplanır. Her iki deneyin de yapıları aynı şekilde yürütülür.

BÖLÜM 2: HIDROMETALURJİ

2.1 TEORİK BİLGİLER

Genel olarak hidrometalurjik yöntemler iki aşamada gerçekleşmektedir. Birinci aşama çözeltiye alma aşamasıdır ve cevherdeki minerallerin uygun bir çözücü ile etkileşmesi sonucunda metallerin seçimli olarak çözeltiye alınması işlemidir. İkinci aşama ise çözeltiye alınan metallerin kazanılmasıdır. Liç işlemi madencilikten metal üretimine kadar geniş bir alanı kapsamaktadır. Liç işleminde kullanılan çözücü; su, asit, baz, tuz veya bunların karışımları olabilmektedir. Liç edilen madde ise cevher, konsantre, serbest metal, sülfür, karbonat, silikat, oksit ve sülfat gibi çeşitli bileşimdeki hammaddeler veya baca tozu, ara ürün ve metal içeren her türlü artık olabilir. Cevherler, ocak üretimi ile liç işlemi arasında bazı hazırlık işlemlerine tabi tutulabilirler. Liç öncesi yapılan işlemler; kırma-öğütme, zenginleştirme ve kavurmadır. Liç işleminde amaç; seçici çözünme, hızlı çözünme ve toplam çözünme verimini arttırmaktır. Faydalı mineraller, gang minerallerine oranla seçimli olarak liç edilmelidir. Çünkü seçimli liç ile reaktif harcaması minimuma indirilmekte ve çözeltiden metallerin kazanılması aşaması için temiz çözeltiler elde edilmektedir. Çözücünün bileşim ve derişimi, çözünme sıcaklığı, çözünme süresi ve pulpta katı oranı liç işleminde kontrol edilmesi gereken başlıca değişkenlerdir. Bakır cevherleri genel olarak uzun yıllardan beri ve çoğunlukla pirometalurjik yöntemlerin kullanılmasıyla işlenmektedir. Ancak son yıllarda pirometalurjik yöntemlerin yerini hidrometalurjik yöntemler almaktadır. Pirometalurjik yöntemler çevreye salınan kükürtdioksit (SO_2) gazlarından, cevherin belli bir konsantrasyona kadar zenginleştirilmesi gerekliliği, bakırla beraber diğer metallerin kazanılmasında büyük kayıpların olmasından ve işletme maliyetlerinin yüksek olması gibi nedenlerle yerini hidrometalurjik yöntemlere bırakmaya başlamıştır. Bu yöntemlerde temel prensip cevher içindeki kıymetli elementi, olabildiğince seçici olan bir reaktif ile çözündürerek çözeltiye almaktır.

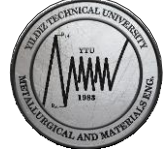
Hidrometalurjik yöntemlerde maden yatağından çıkartılan bakır cevheri kırma ve öğütme işleminden sonra uygun liç çözeltisiyle çözündürülmekte ardından elde edilen çözeltiden metalik bakır üretilmektedir. Bakır cevherlerinin liçinde sülfürik asit, amonyak, amonyum tuzları, klorür-sülfat çözeltileri, nitrat çözeltileri ve mikroorganizma bulunan çözeltiler kullanılabilir. Bakır cevherleri arasında kalkopirit mineralini içeren cevherler diğerlerine göre çok daha fazla bulunmakta olup hidrometalurjik yöntemler üzerinde yapılan araştırma ve çalışmalar çoğunlukla bu tip cevherler üzerine yoğunlaşmıştır. Kalkopiritin sülfürik asitle liçinde oluşan reaksiyonlar aşağıda verilmiştir:



Liç işlemi öncesi yapılan kavurma işlemlerinde pirometalurjik yöntemlerde olduğu gibi ekonomik ve çevresel açıdan bir takım zorluklar vardır. Bu zorluklar özellikle sülfürlü cevherler belli bir tane boyutuna getirildikten sonra doğrudan liç işlemi uygulanarak ortadan kaldırılabilir. Ancak doğrudan liç yöntemleri oksitli cevherlere rahatlıkla uygulanabilirken, sülfürlü cevherler için atmosferik şartlarda kuvvetli oksidan ortamlar veya otoklavlarda yüksek sıcaklık ile yüksek oksijen basıncına ihtiyaç olmaktadır.

Liç işlemi uygulamaları:

1. Yerinde (In-Situ) Liç: Patlayıcı maddeler kullanılarak yerinde kırılmış cevherin üzerine liç çözeltisi beslenir. Ucuz yatırım ve işletme maliyeti bu uygulamanın avantajlarıdır (Örnek; ekstraksiyon, taşıma ve

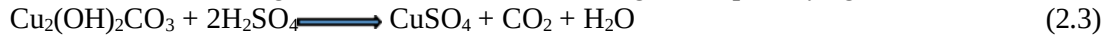


katı-sıvı ayırımı gerektirmez). Uygulamada bu avantajları içermesine karşın yerinde liç, uygun jeolojik koşulların sağlanmış olmasını gerektirir ve ayrıca liç ürünleri seçimli değildir, bu da fazla miktarda çözücü tüketilmesine neden olur. Tepkimeler yavaştır ve çok düşük oranlarda metalik değerler çözündürülür,

2. Yığma ya da Yığın (Heap) Liçi: Liç çözeltisi, kırılmış ve sağlam bir zemin üzerine yığılmış cevherin üzerine beslenir, yığının içinden süzülen çözeltiler havuzlarda toplanır. Yığın liçinde, yerinde liç de olduğu gibi yatırım ve işletme giderleri düşüktür. Katı-sıvı ayırımı gerekli değildir. Ayrıca, devreye tekrar beslenmeleri nedeniyle metal yüklü liç çözeltilerinden faydalı minerallerin büyük bir kısmı çözünebilir. Diğer taraftan yığın liçinin metalurjik artıklara uygulanması durumunda, artıklar ancak ön cevher zenginleştirme işlemlerine tabi tutularak değerlendirilebilir.

3. Tank Liçi: Hammadde, kırma ve öğütme gibi ön hazırlıklardan geçirildikten sonra tankta liç işlemine tabi tutulur. Ön hazırlıklar ve hammadde maliyeti yüksektir. Ayrıca, liç tanklarının yatırım ve işletme maliyetleri diğer liç uygulamalarına göre yüksektir. Ancak, tank liçinde tepkime koşullarının kontrol altında tutulabilmesi en büyük avantajı oluşturmaktadır.

Oksitli Bakır Cevherlerinin Liçi: Oksitli bakır cevherlerinden bakır üretimi, asidik karakterli oksitli bakır cevherleri için sülfürik asit; bazik karakterli oksitli bakır cevherleri için amonyum hidroksit+amonyum karbonat liçi ile yapılmaktadır. Oksitli-sülfürlü bakır cevherlerinden ise flotasyon+liç işlemi ile bakır kazanılmaktadır. Örneğin; malakit, sülfürik asitte aşağıdaki tepkimeye göre çözünür:



Asit liçi uygulamalarında çözeltiye alınan bakır, sementasyon-elektroliz veya solvent ekstraksiyon-elektroliz yöntemlerinden biri ile değerlendirilir.

Çözünme Mekanizmaları

Liç işlemlerinde tepkime hızı; tepkimeye giren ya da tepkime ürünleri derişiminin zamana göre nasıl değiştiğini gösterir. Bilindiği gibi liç işlemlerinde çözünme hızı genellikle zamanla azalmaktadır. Bu durum; tepkime süresi ilerledikçe tepkimenin meydana geldiği yüzey alanının küçülmesi, çözücü derişiminin azalması veya yüzeyde koruyucu bir tabakanın oluşması (pasivasyon) nedeniyle meydana gelmektedir. Çözünme hızı aynı zamanda doğrudan aktivasyon enerjisine bağlıdır. Liç işlemlerinde aktivasyon enerjisinin büyüklüğü çözünme olayının zorluğunu gösterir. Yani zor çözünen mineral yüksek aktivasyon enerjisine sahip olmaktadır.

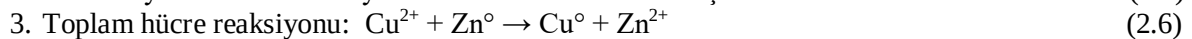
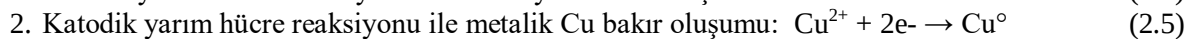
Liç işlemini Etkileyen Faktörler

Hidrometalurjik işlemlerin birçoğu heterojen reaksiyonlardan ibarettir (birden fazla faz arasındaki reaksiyon tipi). Bu reaksiyonların hızı öncelikle liç sisteminin hidrodinamiğine (karıştırma ve difüzyon gibi) ve sistemde mevcut bileşenlerin kimyasal etkileşimlerine bağlıdır. Açık bir ifade ile herhangi bir cevherin sulu bir ortamda liçi aşağıdaki faktörlerin etkisi altındadır:

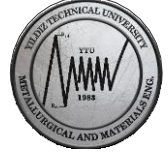
- Cevherin tane boyutu
- Cevherin bileşimi
- Çözücünün bileşimi ve derişimi
- Çözücü ile cevherin temas süresi
- Liç sıcaklığı

Sementasyon

Çözeltide bulunan herhangi bir metal iyonunun, (metallerin EMF serisinde gösterilen değerlere göre) kendisinden daha negatif elektrot potansiyeline sahip bir başka metalin (granül, levha, toz, hurda halinde) söz konusu çözeltiye ilavesi ile metalik hale redüklenmesi işlemine “sementasyon” denir. Sementasyon esasında elektrokimyasal bir yer değiştirme reaksiyonudur. Sementasyon işlemi ya bir metalin üretimi ya da bir elektrolitin emprütelerinden arındırılması amacıyla uygulanır. Cu üretimi örnek alındığında sementasyon işlemi fakir çözeltilerin değerlendirilmesinde söz konusu olur. Bakırın sementasyon işleminde oluşan reaksiyonlar:



şeklinde. Sementasyon uygulanan çözeltilerin pH değeri son derece önemlidir. Asidik ortamlarda hidrojen iyonu konsantrasyonu yüksek olduğundan: $2\text{H}^+ + 2e^- \rightarrow \text{H}_2$ (2.7) reaksiyonu uyarınca gelişmekte olan ikincil reaksiyon etkin duruma geçer. Böylece gereksiz yere sementatör tüketimi artar. Sementasyon



yapılırken çözeltiler ya karıştırılmaz ya da çözeltinin havalanmasına yol açmayacak kadar ağır devirde karıştırma yapılır. Şiddetli karıştırma nedeniyle sementasyon çözeltisinin fazla miktarda çözünmüş oksijen içermesi durumunda metalik Zn ve Cu, çözünmüş oksijenin redüklenmesi sonucu iyonik duruma geçmektedir.



Sementasyon Kimyası: Eğer bir demir parçası bakır iyonları içeren sulu bir çözeltiye daldırılırsa, metalik bakır çökmeye meylederken, demir çözeltiye geçme eğilimindedir. Bu reaksiyonun elektrokimyasal potansiyeli sürücü kuvvetidir.



$E = E_{Cu^{2+}/Cu} - E_{Fe^{2+}/Fe}$ 2.12

$E_{Cu^{2+}/Cu} = E^0_{Cu^{2+}/Cu} - \frac{RT}{2F} \ln \frac{1}{a_{Cu^{2+}}}$ 2.13

$E_{Fe^{2+}/Fe} = E^0_{Fe^{2+}/Fe} - \frac{RT}{2F} \ln \frac{1}{a_{Fe^{2+}}}$ 2.14

$E = E^0_{Cu^{2+}/Cu} - E^0_{Fe^{2+}/Fe} - \frac{RT}{2F} \ln \frac{a_{Fe^{2+}}}{a_{Cu^{2+}}}$ 2.15

T: sıcaklık (K), **F:** Faraday sabiti (96500 coulomb/g), **R:** Gaz sabiti (8,31 Joule).

Bakırın standart redüklenme potansiyeli bakır ve demir için sırası ile +0,34 ve -0,44 voltur. Bu değerleri (2.13)te yerine koyarsak

$E^0_{0,78} - \frac{RT}{2F} \ln \frac{a_{Fe^{2+}}}{a_{Cu^{2+}}}$ (2.16)

formülü elde edilir. (2.10) nolu reaksiyon E sıfıra yaklaşıncaya kadar devam edecektir. Bu şartlar iyon konsantrasyonlarının dengeye geldiği şartlar olarak belirir. İyonik denge oranı $a_{Fe^{2+}} / a_{Cu^{2+}}$ 25°C'de 1025'dir. Çok büyük olan bu oran 1 nolu reaksiyonun tamamen sağa yöneleceğini göstermektedir. 1 nolu denkleme göre 1 mol demir (55,85 gr) 1 mol bakır (63,54 gr) semente eder, bu değer 1 kg Cu başına kg demir olarak belirlidir. Endüstriyel uygulamalarda 1,5-2,5 Kg demir aşağıdaki yan reaksiyonlardan dolayı gerekmektedir.



Havanın oksijeni doğrudan +2 değerlikli demiri oksitleyerek (2.14) nolu reaksiyona göre metalik demirin harcanmasına sebep olur. Sementasyon işleminde metallerin seçimi EMF serisine göre yapılır.

2.2 DENEY MALZEMELERİ ve EKİPMANLAR

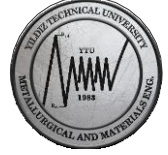
- Kalkopirit cevheri
- Bakır sülfat
- Asit
- Saf su
- Hassas terazi
- Isıtıcı Manyetik Karıştırıcı
- Pipet, piset, beher, huni, filtre kağıdı

2.3 HİDROMETALURJİ DENEYİN YAPILIŞI

10 gr/500 ml kalkopirit konsantresi ile 50°C'de liç işlemi gerçekleştirilir. Çözeltiye geçen Cu miktarı Atomik Absorbsiyon Spektrometresi ile analiz edilir. Verim değerinin yüksek ya da düşük olma gerekçesi tartışılır. Sementasyon işlemi için 5 gr/200 ml bakır sülfat (CuSO₄) çözeltisi hazırlanır pH=3 ve pH=5 olarak ayarlanır ve stokiyometrinin 1.5 katı Zn ve Fe sementatör ile sementasyon yapılır. Her bir deney grubu için bakır kazanma verimi hesaplanır. Elde edilen tüm sonuçlar yorumlanır.

Liç İşlemine Ait Hesaplamalar:

% Liç Verimi = $[\text{Çözeltiye geçen Cu miktarı (mg/L)} / \text{Numunedeki Cu miktarı (mg/L)}] \times 100$



Sementasyon İşlemine Ait Hesaplamalar:

% Sementasyon verimi= [Çöken bakır miktarı (g/l) / Çözeltide başlangıçtaki bakır miktarı (g/l)] x 100
formülünden hesaplanır.

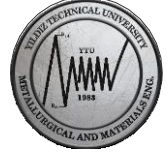
2.4 DENEY RAPORUNDA BULUNMASI GEREKEN BİLGİLER

- 5 gr/200 ml CuSO₄ içeren konsantre çözeltisi ile yapılan deney sonuçlarında elde edilen çözeltilerin Fe ve Zn tozu ile çöktürüldükten ve filtre edildikten sonraki Cu analizi sonuçlarını kullanarak çöktürülen bakır verimini hesaplayınız.
- Çökme verimleri ile pH değerleri arasındaki ilişkiyi gerekçeleriyle yorumlayarak açıklayınız.
- Hangi sementatör kullanımında sementasyon verimi daha yüksek olmuştur; gerekçeleri ile birlikte açıklayınız.
- Kalkopirit konsantresinden yapılan liç işlemi verimini hesaplayınız ve sonucu yorumlayınız.

! Ödev: Atomik Absorbsiyon Cihazının çalışma prensibini açıklayınız.

2.5 REFERANSLAR

1. POPOVK.I., DJOKIĆ S.S., GRGUR B.N., “Fundamental Aspects of Electrometallurgy”, 2002
2. YTÜ Metalurji Müh., “Demir Dışı Metal Üretimi Laboratuvar Kitapçığı”, 1997
3. EKERİM, A., Elektrometalurji Ders Notları, 2010
4. BOR,F.Y., “Ekstraktif Metalurji Prensipleri Kısım II”, Birinci Baskı, 1989
5. Arslan, F. , Arın T. , “Elektroliz Deney Föyü” KTÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Trabzon 2010
6. Alver, Ü., Sarı, A., Güler, O., Elektroliz Yöntemi İle Metal Saflaştırma ve Geri Kazanımı, KTÜ Metalurji ve Malzeme Müh. Böl. Laboratuvar Föyü, 2016
7. İncekara M. , “Elektroliz Yöntemiyle Bakır Tozu Üretilmesi” , Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, s. 69-79, 2008
8. Güzey G. , “Elektrometalurjik Yöntemlerle Metalik Bakır ve Bakır-Kalay Alaşım Tozlarının Üretimi ve Üretim Koşullarının Optimizasyonu”, İstanbul Üniversitesi FenBilimleri Enstitüsü, s. 12, 13, 14, Haziran 2009
9. <http://www.corrosion-doctors.org>
10. <http://chemed.chem.wisc.edu>
11. <http://www.drkc.n.yzi.me/copper.doc>
12. Kocaeli Üni., Kimya Müh., Genel Kimya Laboratuvar Föyü
13. Tholego P., Aubrey R., Katlego R., Nhlanhla O., Stephen S., Thapelo S., ‘Production of Copper Concentrate and 99.99 % Copper Cathode from Low-grade Copper Ore in Frank’, Environmental and Materials Engineering, University of Leeds, 2012
14. Aydoğan, S. (2000) ,”Hafif Madentepe Bakır Cürufklarının Sülfürik Asit, Asidik Ferik Sülfat ve Amonyak
15. Liçi Koşullarının Belirlenmesi”, Doktora Tezi, Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
16. Canbazoğlu, M. (1979), "Hidrometalurjide Yeni Gelişmeler", TMMOB Maden Müh. Odası, Madencilik, 17.21-38.
18. Canbazoğlu, M. (1979), "Sülfürlü Cevherlerin Hidrometalurjik Yöntemlerle Değerlendirilmesi" TMMOB.Maden Müh.Odası, Madencilik Dergisi, 9-20.
19. Canbazoğlu, M. (1986), "Hidrometalurji", TMMOB Maden Müh. Odası, Madencilik, 39-52.
20. Venkatachalam, S (1991), “Treatment of Chalcopyrite Concentrates by Hydrometallurgical
21. Techniques”, Mineral Engineering, 4(7-11), 1115-1126.
22. Bor, F.Y., 1989, “Ekstraktif Metalurji Prensipleri Kısım:II”, İTÜ Matbaası, İstanbul.
23. Habashi, F., Principle of Extractive Metallurgy, Volume 2, Science Publishers, Paris, 1980.



DENEY 6: SERAMİK DENEYİ

1. DENEYİN AMACI

- Bu deneyin amacı seramik üretiminin temellerini ve bir seramik çamurunun hazırlanmasını incelemektir. Hammadde hazırlanması, öğütme kinetikleri ve seramik çamurunun reolojik davranışı ayrıntılı olarak incelenecektir.

2. TEORİK BİLGİ

Seramik Çamurunun Hazırlanması ve Reolojisi

Bir seramik çamuru seramik hammaddeleri, su ve bağlayıcılar, deflokülan vb gibi yardımcı maddeler içerir. Optimum bir kompozisyon hazırlamak için Seger Tabloları veya Seger Oranları olarak adlandırılan özel tablolar kullanılır. Bu Seger tabloları, seramik hammaddelerinde bulunan oksitler arasındaki oranları göstermektedir. Yeni bileşimler geliştirirken oranları sabit tutmak gereklidir, çünkü her oksidin reoloji üzerinde farklı bir etkisi vardır. Seger tabloları nihai ürün ve nihai üründen istenen özelliklere göre değişir.

Reoloji akışkanlık bilimidir. Akışkanlık, viskozite ve tiksotropi olmak üzere iki ana değerle açıklanabilir. Viskozite, bir malzemenin akışkanlığının değeridir. Akışkanlık ve viskozite aralarında ters orana sahiptir. Tiksotropi, zamana bağlı olarak viskozitedeki değişim değeridir. *Newton ve Newton olmayan akışkanlar* olmak üzere iki ana akışkan grubu vardır. Newton akışkanları su gibidir, viskoziteleri zamanla değişmez. Ancak Newton olmayan akışkanlar için viskozite zamanla değişir. Newton olmayan akışkanların viskozitesi sayım süresi ile azalır. Seramik çamuru, Newton olmayan bir akışkandır ve tiksotropik özellik gösterir. Seramik bir çamurun reolojik çalışması için flokülasyon, deflokülasyon ve deflokülan gibi terimler açıklanmalıdır. Seramikler için viskozite çok düşükse, ürünlerin yüzey kalitesi düşük olacaktır ve yüzeyde çatlaklar olabilir. Viskozite çok yüksekse, bu iğne deliği kusurlarına ve çamurun taşınması (mobilité) için zorluklara neden olacaktır. Tiksotropi, viskozite kadar önemlidir. Tiksotropi çok yüksekse, ürünün kuruma süresi uzar. Tiksotropi çok düşükse, ürünün kırılma olmasına neden olur.

2.1 Flokülasyon, Deflokülasyon

Suda süspansiyon edilen killi bir malzemenin partikülleri, birbirinden tamamen farklı iki mekanizma halinde davranış gösterir. Bu duruma partiküllerin yüzeyinde bulunan hem çekmeye hem de itmeye neden olan elektrostatik yükler sebebiyet vermektedir. Düzenli olarak, bir asit ortamında, partiküller birbirlerini çekerler ve bu duruma **“flokülasyon”** denir. Alkil (temel) bir ortamda, parçacıklar birbirini iter ve bu duruma **“deflokülasyon”** denir. Deflokülasyon durumunda, partiküllerin yüzey yükleri nötralize edilmiştir, bu partiküllerin süspansiyon halinde tekli ayrı birimler olarak kalmasına yol açar. Yükler olmadan ve çekim olmadan, parçacıkları bir arada tutan kuvvet yoktur. Bu yüzden, deflokülasyon durumunda viskozitede bir azalmaya olur. Flokülasyon durumundaysa, partiküllerin aralarındaki elektrostatik çekimin neden olduğu üç boyutlu yapılar oluşmaktadır. Bundan dolayı viskozitede bir artışa yol açar.

2.2 Deflokülanlar

Deflokülan terim olarak ilave edildiğinde viskozitede bir azalmaya neden olan bir katkı maddesi anlamına gelir. Deflokülanlar, partiküller arasındaki zeta potansiyelini artmasına bir diğer deyişle partiküller arasındaki itici kuvvetlerin artmasına yol açarak flokülasyonu engeller.

Deflokülanların süspansiyon halinde hareket etmesi için çeşitli mekanizmalar vardır. Bunlar:

- Bazik ilavesi veya hidroliz ile pH'ın temel değerlere yükseltilmesi.
- Çift kat killerde alkalin katyonları ile birlikte bulunan flokülant katyonların yer değiştirmesi.
- Partiküller üzerinde negatif yük elde etmek için anyonların elektrik alanı altında adsorpsiyonu.
- Koruyucu bir koloidin eklenmesi.
- Süspansiyonda bulunabilen topaklaştırıcı iyonların çökeltme veya koordinasyon komplekslerinin oluşumu ile ortadan elimine edilmesi.

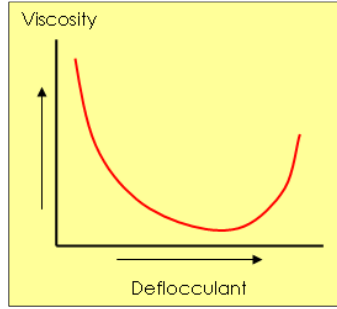
Normalde, deflokülanların etkileri yukarıda bahsedilen mekanizmalarla oluşmaktadır. Mekanizmalar, organik veya inorganik olabilen deflokülanın doğasına bağlı değildir.

3. DENEY MALZEMELERİ ve EKİPMANLARI

- Değirmen, Viskozimetre, Karıştırıcı, Piknometre, Elek (90 µm), Kurutma Fırını, Tartı Aleti.

4. DENEYİN YAPILIŞI

Öncelikle, hammaddeler kompozisyona göre tartılır ve karıştırılır. Daha sonra karışıma, gerekli miktarda su ve deflokülan eklenir. Hazırlanan çamur, bilyalı değirmenlerde öğütülür. Öğütme işleminden sonra çamurun yoğunluğu bir piknometre kullanılarak bulunur. Çamurun yoğunluk değerine ilişkin olarak, çamurdan yoğunluğa karşılık gelen ağırlık alınarak ölçüm yapılmaktadır. Daha sonra hazırlanan çamur, 700 rpm hıza sahip bir karıştırıcı ile karıştırılır ve 20 rpm dönüş hızına sahip bir analog viskozimetre kullanılarak viskozite değeri belirlenir. 4-6 Poise (yer karoları için gerekli değer) arasındaki viskozitenin olması gerekmektedir. Tiksotropiyi belirlemek için, her viskozite ölçümünden sonra çamur 5 dk. dinlendirilir. Daha sonra viskozite tekrar ölçülür, bu iki viskozite değeri arasındaki fark tiksotropiyi verir. Çamur nihai viskozitesine ulaştığı zaman, eklenen deflokülan, çamura daha fazla miktarda deflokülan ilave edilene kadar viskoziteyi etkilemez. Bu yüksek miktarda eklenen deflokülan, beklendiği gibi davranmaz ve çamurun viskozitesini artırır. Dolayısıyla, viskozitenin ulaşılan değerinin kanıtı stabilize ve takibinde eklenen deflokülan ile viskozitedeki arttırmasıdır.



Şekil 1. Viskozite-İlave edilen deflokülan diyagramı.

5. DEĞERLENDİRME

Sonuç olarak bu deneyde, hammadde hazırlama, öğütme kinetiği ve bir seramik çamurunun reolojik davranışı açıklanmış ve deneysel olarak gösterilmiştir.

6. DENEY RAPORUNDA BULUNMASI GEREKENLER

- Deneyin amacı
- Deney hakkında kısa teorik bilgi
- Deneyin uygulanışı deneydeki sıra ile özgün bir dille anlatılacak.
- Deneyde kullanılan malzemelerin, teorik ve pratikteki kullanım yüzdeleri tablo haline getirilecek. (EXCEL)

! Deney 2 sayfaı geçmeyecek ve el ile yazılacak.

! Deney raporu için kapak oluşturulması zorunludur.

7. REFERANSLAR

- [1] RAHAMAN M. N., Ceramic Processing, 2006
- [2] BARNES H. A., Handbook of Elementary Rheology, 2000
- [3] WORRAL W. E., Ceramic Raw Materials, 1982
- [4] CICEK B., Ceramic Processing Methods Lecture Notes, 2015

DENEY 7: MALZEMELERİN OPTİK ÖZELLİKLERİ

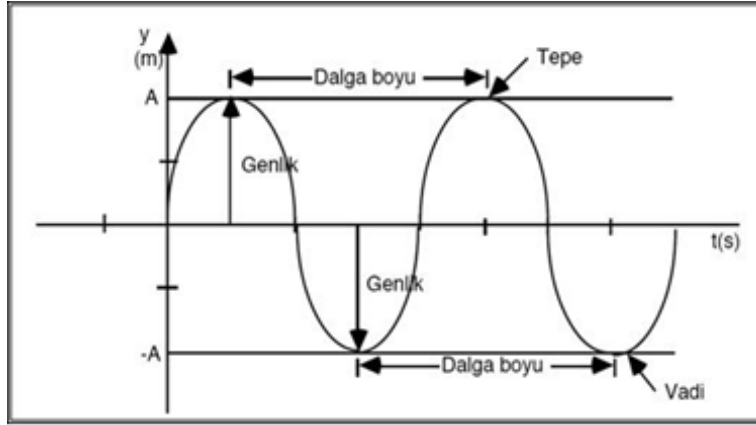
1. DENEYİN AMACI

- Standart bir optik malzemenin ultraviyole ve görünür radyasyon geçirgenliğini ölçmek,
- Bu veriden faydalanarak bloke edilen radyasyon miktarını bulmak.

2. TEORİK BİLGİLER

Işık elektromanyetik ışıma enerjisidir. Işık aynı anda hem dalga hem de parçacık özellikleri gösterir. Dalga teorisine göre elektromanyetik ışıma elektriksel ve manyetik alanların birbirlerine dik düzlemlerde bir arada salınmasından oluşur. Elektromanyetik enerji ile maddenin etkileşimi, moleküler yapı ve özellikler hakkında önemli bilgiler vermektedir. Işığın elektrik alanının maddenin elektronlarıyla etkileşimi sonucu bir malzemenin optik özellikleri ortaya çıkar. Spektroskopi, bu etkileşim sonucu objelerin tayf üzerinde yaydığı ya da yansıttığı renklere göre incelenmesidir.

Tüm dalgaların iki temel özelliği bulunur; dalga boyu ve frekans. Dalga boyu (λ , lamda) bir dalganın en tepe noktası ile bir sonraki dalganın en tepe noktası arasındaki mesafedir (Şekil 1.1). Frekans (ν , nu) ise birim zamanda bir noktadan geçen dalga sayısıdır. Frekans ve dalga boyu birbirleriyle ters orantılıdır, dalga boyu düştükçe birim zamanda bir noktadan geçen dalga sayısı artar.



Şekil 1. Dalga boyunun gösterimi.

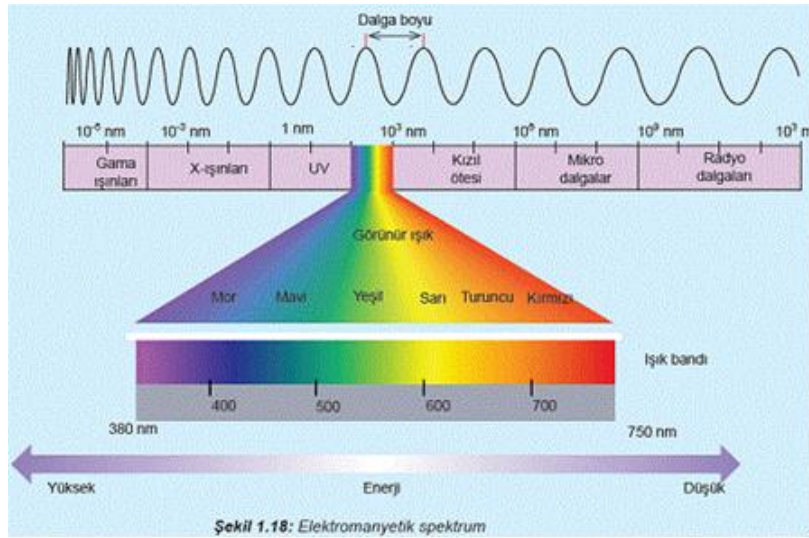
Ayrıca dalga boyu ve frekans, ışık hızı ($c = 2,998 \times 10^{10}$ cm/s) ile ilintilidir;

$$c = \lambda \cdot \nu$$

Işının enerjisi arttıkça dalga boyu düşer ve frekansı artar, enerji düştükçe dalga boyu büyür ve frekans azalır.

Güneşten gelen ışık farklı enerjilere ve dolayısıyla dalga boyu ve frekanslara sahip ancak bir araya geldiklerinde süreklilik gösteren dalgalardan oluşur. Bu ardışık dalgalar bütününe tayf adı verilir. Şekil 1.2 bant denen bölgelere ayrılmış elektromanyetik tayfı (spektrum) göstermektedir. Işık nesnelerin üstüne düştüğünde farklı davranışlar gösterir; dağılır, yansır, soğurulur veya nesnenin içinden geçer, ya da bunların birleşimi olan şekillerde davranabilir. Bunun sonucu olarak gözlerimiz, tenimiz ya da ışığı gözlemlemek üzere tasarlanmış cihazlar ışığı ısı, ışınım, fosforesans, renk gibi farklı şekillerde algılar. Elektromanyetik radyasyon tayfının büyük kısmı insanlar tarafından görülemez. Tayfın görebildiğimiz ve farklı renkler şeklinde algıladığımız kısmına görünür ışık denir. Bu bantın dalga boyu, şekilde de görüldüğü gibi 800-400 nm arasındadır. Görünür ışık dışındaki bölgeleri de farklı şekillerde algılarız. Örneğin ultraviyole (UV) bandı güneşin tenimiz için zararlı ışınlarını oluşturan bölgedir. Düşük enerjili kızılötesi bölgeyi ise ısı olarak algılarız.

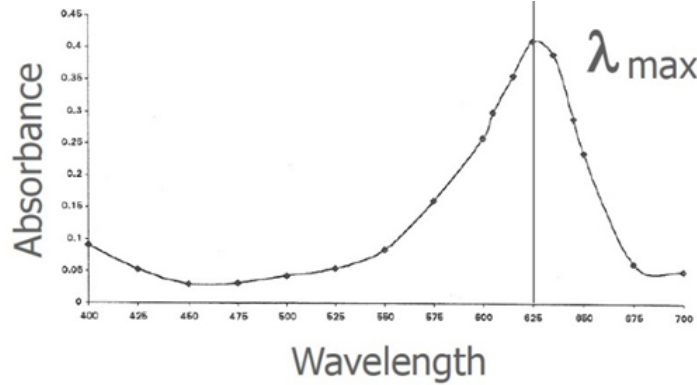
Bir cisimle etkileşen ışığın görünür bölgedeki tüm dalga boyları cisim tarafından soğurulursa bu cisim gözümüze siyah olarak görünür. Bunun tam tersi olarak, cisim görünür bölgedeki tüm dalga boylarını yansıtırsa beyaz olarak görünecektir. Görünür ışığın tamamı geçirmesi durumunda ise cisim şeffaf görünür.



Şekil 2. Elektromanyetik tayf ve görünür ışık bandı.

Bir cisim görünür bölgedeki bazı dalgaları soğuruluyorsa bu cismi yansıttığı ya da geçirdiği dalgaların birleşiminden oluşan renkte görürüz. Örneğin kot pantolonların boyandığı indigo rengi 500-650 nm arasındaki kırmızı-yeşil bölgeyi soğurur ve 400-500 nm arasındaki mavi-mor renkte görünür.

Spektroskopi ışığın madde ile etkileşimini inceleyen bir analiz tekniğidir. Spektrometre ise elektromanyetik radyasyonu dalga boylarına göre ayırarak bu dalga boylarını bir numuneden geçiren ve numuneden geçen ışık ışınlarının şiddetini ölçen cihazlardır. Yeni bir numune incelenirken önce bu numunenin soğurma (absorbans) tayfına bakılır. Soğurma tayfı soğurulan ışığın dalga boyuna göre değişimini gösteren soğurma-dalga boyu eğrisidir (Şekil 1.3). Bu eğride en belirgin özellik maksimum soğurmanın gerçekleştiği dalga boyu aralığı ve maksimum soğurmanın gerçekleştiği dalgaboyu yani eğrinin pik noktasıdır.



Şekil 3. Bir soğurma tayfı örneği.

Beer-Lambert Kanunu: Beer-Lambert Kanunu ışığın soğurulması ile malzemenin özellikleri arasındaki bağlantıyı gösteren matematiksel eşitliklerdir. Bu eşitlikler geçirgenlik (T), yüzde geçirgenlik (%T) ve soğurma (A) olmak üzere üç temel değişkeni hesaplamaya yararlar.

$$T = I / I_0$$

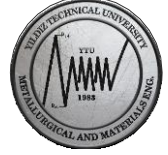
$$\%T = I / I_0 \cdot 100$$

$$A = -\log T = -\log_{10} (I / I_0)$$

Bu eşitliklere bakarak bir maddenin geçirgenlik ile soğurma özellikleri arasında logaritmik bir bağıntı olduğu anlaşılır.

3. DENEY MALZEMELERİ ve EKİPMANLAR

- UV-Vis spektrometresi, standart optik malzeme, alkol, deiyonize su, kurulama kağıdı.



4. DENEYİN YAPILIŞI

%Geçirgenlik (%Transmittance) Ölçümü

- Cihaz açılıp lambaların ısınması beklenir.
- Ölçüm parametreleri (dalga boyu aralığı, hassasiyet, lamba vs.) seçilir.
- Cihaza herhangi bir numune yerleştirilmeden önce belirlenen ölçüm koşulları için baseline çekilir.
- Ölçüm alınmak istenen numune, numune tutucuya yerleştirilir.
- Aynı ölçüm parametreleri ile ölçüm yapılır.
- Elde edilen spektrum incelenir.

5. DENEY RAPORUNDA BULUNMASI GEREKEN BİLGİLER

1-Aşağıda verilen soruların cevaplarını araştırıp, bir cümle ile cevaplayınız? (20 puan)

- Hangi ultraviyole radyasyon türü en yüksek enerjiye sahiptir? Bu radyasyon hangi dalga boyu aralıklarındadır?
- Hangi ultraviyole radyasyon türü gözlerimize en çok zararı verir?
- Güneş gözlükleri hangi radyasyon türlerini engellemelidir?
- Bir soğurma tayfında maksimum (pik) noktası 540 nm'de olan bir eğri oluşması ne anlama gelmektedir?
- Bir geçirgenlik tayfında 480-524 nm aralığında 500 nm'de pik değeri yapan ve %80 şiddetinde bir tepe oluşması ne anlama gelmektedir?

2-Spektrofotometre kullanarak yapılan ölçüm sürecini numune hazırlama aşamasından başlayarak adım adım anlatınız. (10 puan)

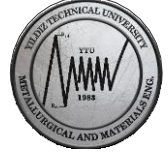
3-Deneyde ölçümü yapılarak ve sonuçları sizlerle paylaşılan numunelerin soğurma/geçirgenlik grafiklerini Excel formatında ölçeklendirmeye dikkat ederek çiziniz. (10 puan)

- Mavi renkli camın soğurma ve geçirgenlik davranışını, elektromanyetik tayf bilgilerini de içerir şekilde, yorumlayınız. (10 puan)
- Güneş gözlüğü camının soğurma ve geçirgenlik davranışını, elektromanyetik tayf bilgilerini de içerir şekilde, yorumlayınız. Gözlük camlarına ait soğurma ve geçirgenlik özelliklerini ve grafiklerini literatürden bularak bu verileri kendi ölçüm sonuçlarınızla karşılaştırınız. (25 puan)
- Pencere camının soğurma ve geçirgenlik davranışını, elektromanyetik tayf bilgilerini de içerir şekilde, yorumlayınız. Pencere camlarının soğurma ve geçirgenlik özelliklerini ve grafiklerini literatürden bularak bu verileri kendi ölçüm sonuçlarınızla karşılaştırınız. (25 puan)

***Kullandığınız kaynakları raporunuzun sonunda kaynakça kısmında belirtiniz.**

6. REFERANSLAR

- Williams, John E.; Trinklein, Frederick E.; Metcalfe, Clark H. (1984). Modern Physics (p. 287-288). New York: Holt, Rinehart, and Winston.
- Pelczar, Michael J.; Chan, E. C. S.; Kreig, Noel R. (1986). Microbiology (p. 480). New York: McGraw-Hill Book Company.
- Selinger, Ben. (1989). Chemistry in the Marketplace (p. 121). Sydney: Harcourt Brace Jovanovich.
- Questions and Answers About UV Coatings. (1992). Lenscrafters® Pamphlet.
- Pasachoff, Jay A. and Kutner, Marc L. (1978). University Astronomy (p. 630-631). Philadelphia: W.B. Saunders Company.
- 1982-83 CRC Handbook of Chemistry and Physics (p. E-201). Cleveland: CRC Press.
- Peters, Dennis G.; Hayes, John M.; Heftje, Gary M. (1974). Separations and Measurements: Theory and Practice of Analytical Chemistry (p. 616). Philadelphia, W. B. Saunders Company.



DENEY 8: PİROMETALURJİ DENEYİ

1. DENEYİN AMACI

- Bu deneyin amacı, demirli hammaddelerin karbon kullanılarak katı halde redüklenme (direkt redüksiyon) davranışlarının termodinamik ve kinetik açıdan incelenmesidir.

2. TEORİK BİLGİ

Demir çelik sektörü, demir cevherinin yüksek fırınlarda veya hurdanın ark ocaklarında ergitilmesiyle elde edilen slab ve kütüğün farklı işlemlerden geçirilerek istenilen kimyasal ve fiziksel özelliklere sahip mamuller üreten bir sektördür. Demir-çelik sektörü inşaat, altyapı, otomotiv, beyaz eşya ve makine sanayisi başta olmak üzere birçok önemli sektöre hammadde sağlamaktadır. Bu nedenle bir ülkenin sanayileşmesi, güçlü bir demir çelik sektörüne sahip olmasıyla doğrudan ilişkilidir [1-3]. Demir doğada en çok oksit formda hematit (Fe_2O_3) ve manyetit (Fe_3O_4) şeklinde bulunur. Oksitlerin, yüksek oksijen afinitesine sahip indirgeyicilerle (CO , H_2 , C) yapılarındaki oksijenin uzaklaştırılıp alt oksitlerine ve/veya metalik hale dönüştürülmesine redüksiyon (indirgenme) adı verilir. Demir oksitlerin redüksiyon işlemi teknolojik olarak iki farklı şekilde yapılmaktadır. Bunlardan ilki, sıvı ham demir üretiminin gerçekleştirildiği yüksek fırınlarda, kokun yanmasıyla oluşan CO_2 gazının Boudouard Reaksiyonu gereğince C ile reaksiyonu sonucunda oluşan CO gazı ile demir oksitlerin indirgenmesidir (indirekt redüksiyon). Yüksek fırınların tüyer bölgesinde sıcaklık 2000°C 'ye kadar çıkmakta ve sonuç ürün olarak sıvı ham demir üretilmektedir. Modern bir yüksek fırının günlük sıvı ham demir üretimi 10.000 ton üzerindedir [4-6]. Diğer redüksiyon yöntemi ise, demir oksitlerin katı veya gaz indirgeyicilerle ergime olmaksızın katı fazda metalik hale dönüştürüldüğü proseslerdir. Yüksek fırında indirgenmenin bir kısmı ise fırının alt bölgelerinde katı karbon ile gerçekleşmektedir. Direkt redüksiyon olarak bilinen bu yöntemde sonuç ürün metalizasyon oranı yüksek sünger demirdir. Sünger demir; toz, parça ya da pelet halindeki demir cevherinin gaz ya da katı redükleyici kullanılarak ergime sıcaklığının altında (950°C - 1100°C 'de) redüklenmesi sonucu elde edilir. Sünger demirin; toplam demir içeriği genellikle %85'in üzerinde olmakla birlikte, metalizasyon derecesi % 90-95 arasındadır. Sünger demirin karbon içeriği % 1-2,5, gang içeriği % 2-4 arasında değişir. Görünür yoğunluğu $\leq 4 \text{ g/cm}^3$ kadardır [9]. Sünger demir üretiminde hammadde olarak demir cevheri peleti kullanımına sıklıkla rastlanmaktadır. Peletler, aglomerasyon ve sertleştirme yoluyla demir yönünden zengin ince taneli mineraller olarak elde edilen endüstriyel şarj malzemeleridir. Peletlerin diğer şarj elemanlarından daha yüksek maliyete sahip olmasına karşın yüksek fırının vazgeçilmez girdilerinden biri olmasının nedenleri yüksek demir içerikleri (% 65-67 Fe), ufalanıp toz cevher haline dönmeme konusunda üstün dirençleri, düzgün gaz dağılımları ve iyi redüklenibilme özellikleri olarak özetlenebilir. Ayrıca yüksek fırında pelet kullanımı, kok tüketiminin azaltılması, cüruf miktarının azalması, üretim hızının artışı gibi olumlu sonuçların alınmasını sağlamaktadır [9].

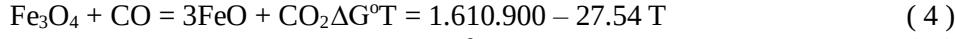
2.1 İndirgenme Reaksiyonunun Termodinamik İncelenmesi

Demir oksitlerin karbotermik redüksiyon ile metalik demire indirgenmesi demir-oksijen-karbon termodinamik dengesinin indirgenme koşuluna doğru bozularak hammaddelerin içerdiği oksijenin indirgeyicilerle uzaklaştırılması ile gerçekleşmektedir. Bu koşulda demir oksitler seri reaksiyonlar neticesinde metalik demire indirgemektedir [4-6]. Yüksek fırında demir oksitli hammaddelerin indirgenmesi büyük oranda karbonun yanmasıyla oluşan CO_2 gazının yüksek ortam sıcaklığında kararsız olması nedeni ile (bkz. Ellingham Diyagramı) karbonla tekrar reaksiyona girmesi sonucu oluşan indirgeyici CO gazıyla gerçekleştirilir.



Hematitin, CO/CO_2 gaz karışımıyla demire indirgenmesi üç kademede gerçekleşir. Bu reaksiyonlar ve reaksiyonlara ait standart serbest enerji değişiminin ($\Delta G^\circ T$) sıcaklığa bağlı ampirik ifadeleri (3), (4) ve (5) nolu bağıntılardaki gibidir.





Demir oksitlerin indirgenme koşullarının belirlenebilmesi için öncelikle aşağıdaki bağıntılar yardımı ile denge koşullarının belirlenmesi gerekir.

$$\Delta G_T = 0 \text{ (Denge Şartı)} \quad (6)$$

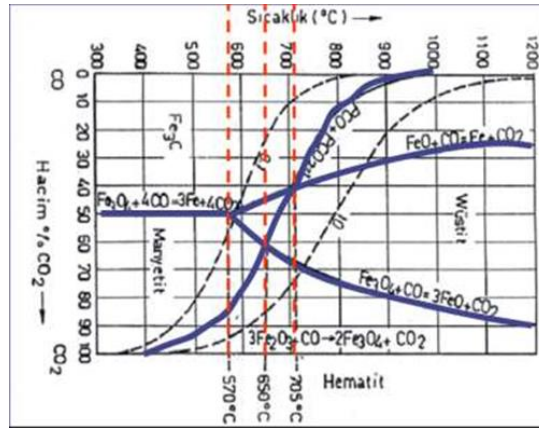
$$\Delta G_T^0 = -RT \ln K_p \quad (7)$$

$$K_p = \frac{a_{\text{Fe}_3\text{O}_4}^2 \cdot P_{\text{CO}_2}}{a_{\text{Fe}_2\text{O}_3}^3 \cdot P_{\text{CO}}} \quad (8)$$

Fe_3O_4 ve Fe_2O_3 saf kabul edildiğinde aktiviteleri “1”e eşittir. Bu durumda;

$$\Delta G_T^0 = -RT \ln \frac{P_{\text{CO}_2}}{P_{\text{CO}}} = RT \ln \frac{P_{\text{CO}}}{P_{\text{CO}_2}} \quad (9)$$

Buradan T_1 sıcaklığında indirgenme reaksiyonlarını dengede tutan $\left(\frac{P_{\text{CO}}}{P_{\text{CO}_2}}\right)$ oranı hesaplanabilir. İndirgenme için temel termodinamik şart $\Delta G_T < 0$ olması ve ortamın $\left(\frac{P_{\text{CO}}}{P_{\text{CO}_2}}\right)$ oranının denge $\left(\frac{P_{\text{CO}}}{P_{\text{CO}_2}}\right)$ oranından büyük olmasıdır. (2) ve (9) no’lu reaksiyonlardan yararlanılarak çizilen Baur-Glaessner diyagramı ve Boudouard eğrileri **Şekil 2.1**’de gösterilmektedir.



Şekil 1. Bauer-Glaessner diyagramı ve Boudouard eğrileri.

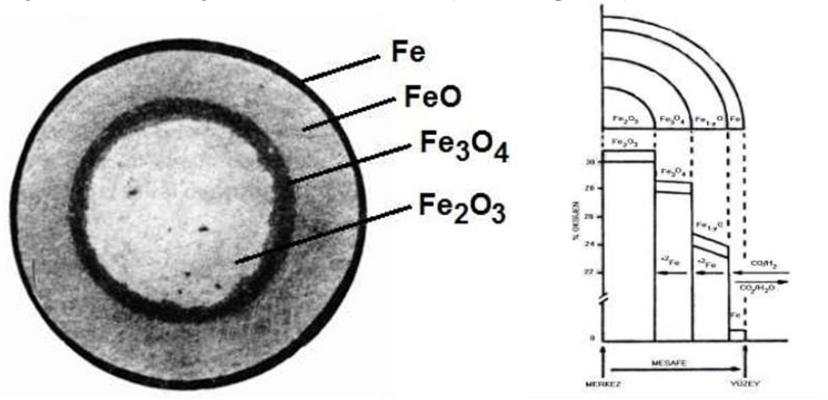
Şekil 2.1’e göre $P_{\text{CO}} + P_{\text{CO}_2} = 1$ atm toplam basıncında demir oksitlerin indirgenmesi 705 °C üzerinde mümkündür. 705 °C’nin altında Fe_2O_3 Fe_3O_4 ’e ve Fe_3O_4 FeO ’ya dönüştürülebilmektedir. Ayrıca toplam $P_{\text{CO}} + P_{\text{CO}_2}$ basıncı yükseldikçe demir oksitlerin indirgenme sıcaklığının arttığı görülmektedir [4-6].

2.2 İndirgenme Reaksiyonunun Kinetik İncelenmesi

Bir reaksiyonda reaksiyon hızı reaksiyona katılan bir maddenin miktarsal özelliklerinin zamana göre değişimi ile belirlenebilir. Reaksiyonlar bir veya birden fazla faz arasında gerçekleşmelerine göre sırasıyla homojen ve heterojen reaksiyonlar olarak adlandırılırlar. Demir oksitli hammaddelerin indirgenmesi heterojen bir reaksiyondur. Heterojen reaksiyonlar birden fazla faz arasında gerçekleşen reaksiyonlardır ve reaktanlar arasında bir arayüzey varlığı ile karakterize edilirler. Heterojen reaksiyonlar arayüzeylerine bağlı olarak katı-gaz, katı-sıvı, katı-katı, gaz-sıvı, sıvı-sıvı reaksiyonlar olmak üzere beş grupta toplanabilir [10-13]. Heterojen reaksiyonların birden fazla faz arasında gerçekleşmesi aşağıdaki şekilde olmaktadır [10,11]:

- İndirgeyici gazın reaksiyon arayüzeyine taşınması (difüzyonu)
- Arayüzey reaksiyonları.
- İndirgeyici gazın reaksiyon arayüzeyine adsorblanması.
- Arayüzeyde kimyasal reaksiyon.
- Reaksiyon sonucu oluşan reaksiyon ürünlerinin desorbsiyonu.
- Reaksiyon sonucu oluşan reaksiyon ürünlerinin arayüzeyden taşınması (difüzyonu)

Genellikle yukarıda sıralanan adımlardan birinin hız sabiti diğerlerine göre oldukça düşük olur. Bu durumda bu adımın hızı toplam reaksiyon hızını belirler. Heterojen reaksiyonlar, en yavaş adıma bağlı olarak: difüzyon kontrollü, kimyasal reaksiyon kontrollü ve bu iki adımın hız sabitlerinin eşit olması durumunda ise; karışık kontrollü olarak gelişir. Heterojen reaksiyonlarda ara yüzey alanı, reaksiyona giren maddelerin bir fazdan diğerine taşınmasında son derece önemlidir. Katı madde ile gerçekleştirilen reaksiyonlarda küçük taneli katılar büyük yüzey alanına sahip olduklarından büyük tanelilerden daha hızlı reaksiyon verirler [9-12]. Sıvı veya gaz ile reaksiyona giren katı maddenin geometrik şekli, ilgili reaksiyonların hızını belirlemede önemli rol oynar. Küresel şekilli katı maddelerle gerçekleştirilen reaksiyonlarda reaksiyon arayüzeyi oldukça belirgindir. Reaksiyonun ilerlemesi ile reaksiyon arayüzeyi parçanın dış yüzeyinden merkezine doğru ilerler ve reaksiyona girmiş ve girmemiş kısım arasında kesin bir sınır oluşur. Bu model reaksiyon topokimyasal model veya küçülen çekirdek (shrinking core) olarak isimlendirilir (**Şekil 2.2**).



Şekil 2. Hematit parçasının indirgenmesi ve indirgenmedeki topokimyasallık [5, 6, 8].

Oluşan reaksiyon ürünleri çevre fazda çözünüyorlarsa zamanla yüzey alanı azalacaktır. Bu duruma tipik örnek karbonun havayla yanması veya bir katının sıvıda çözünmesi verilebilir. Bu reaksiyon modelinde reaksiyon hızını kontrol eden adım kimyasal reaksiyon veya difüzyon olacaktır. Reaksiyon ürünleri, metallerin veya metal sülfürlerin oksidasyonu veya oksitlerin gazlarla indirgenmesinde olduğu gibi, orjinal katı madde ile reaksiyona giren gazlar arasında bir tabaka oluşturuyorlarsa reaksiyonun ilerleyebilmesi için moleküllerin bu tabakadan difüzyonla taşınması gerekir. Katılarla gerçekleşen reaksiyonlarda oluşan reaksiyon ürününün gözenekli veya gözeneksiz oluşumuna bağlı olarak reaksiyonun kinetiği de farklı olacaktır [9-12].

3. DENEY MALZEMELERİ ve EKİPMANLAR

- Demir cevheri peletleri ve kömür (kok veya linyit tozu)
- Kamara tipi fırın
- Hassas terazi
- Grafit kayıkçık şarj kabı ve çubuğu
- Pens ve maşa

4. DENEYİN YAPILIŞI

Demir cevheri konsantrelerinden üretilen peletlerden birbirine eş peletler seçilir ve tartılarak ağırlıkları tespit edilir. Toplam redüksiyon reaksiyonu kullanılarak, bu peletlerin redüksiyonu için gerekli olan karbon miktarı ve buna bağlı olarak kullanılacak kömür miktarı hesaplanır. Toplam pelet ağırlığına göre hesaplanan teorik kömür miktarından %150 fazlası kullanılacak şekilde tartım yapılır. Tüp fırın 1000°C'ye ulaştığında, peletler şarj kabında hazırlanan kok yatağının içine gömülür ve şarj çubuğu ile fırına şarj edilir. Sırasıyla 10. 20. ve 30. dakikada birer pelet fırından alınır, oda sıcaklığına soğutulur ve hassas terazide redüksiyon sonrası ağırlığı tartılır. Aşağıdaki formül yardımıyla peletlerin redüksiyon yüzdeleri hesaplanır:

$$\%Redüksiyon = \frac{\text{Giderilen Oksijen}}{\text{Giderilmesi Gereken Oksijen}} * 100$$

Deneylerde kullanılan pelet konsantrasyonu ve kok kömürünün kimyasal bileşimleri aşağıda verilmektedir.

	Fe ₃ O ₄	SiO ₂	Al ₂ O ₃	S	Mn	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	P	C
Pelet	94,60	2,20	0,75	0,40	0,10	0,60	0,58	0,07	0,04	-	-
Kok	-	8,26	4,30	0,54	-	1,24	0,35	0,29	0,08	0,14	80,30

5. DENEY RAPORUNDA BULUNMASI GEREKEN BİLGİLER

- Deneyin amacı ve yapılışını yazınız. (15 puan)
- Her bir peletin redüksiyonu için gerekli teorik kömür miktarı ve elde edilen % redüksiyon oranlarını hesaplayınız. (20 puan)
- % redüksiyon oranlarının süre ile değişim grafiğini çiziniz ve değerlendiriniz. (15 puan)
- 15. ve 45. dakikada elde edilecek redüklenme oranını hesaplayınız. (15 puan)
- Demirli hammaddelerin indirgenmesinde, indirgenme kinetiği hangi şartlarda kimyasal reaksiyon, yayınma veya karışım kontrollü olur? Kısmen redüklenmiş demir oksit parçaçığında bu farkı nasıl gözlersiniz? Şematik olarak çiziniz. (15 puan)
- (4) ve (5) numaralı reaksiyonları kullanarak toplam 1 atm CO + CO₂ içeren ortamda, 700, 800, 900 ve 1000 °C sıcaklıklar için %CO – sıcaklık grafiğini çizerek bölgeleri adlandırınız. (20 puan)

6. REFERANSLAR

- [1] www.worldsteel.org, Uluslararası Demir ve Çelik Enstitüsü (IISI)
- [2] www.dcd.org.tr, Demir Çelik Üreticileri Derneği
- [3] Doğu Akdeniz Kalkınma Ajansı Demir Çelik Sektör Raporu 2014.
- [4] BISWAS, A.K., Principles of Blast Furnace Ironmaking, Cootha Publish House, Brisbane, Australia, 1981.
- [5] ROSENQVIST, T., "Principles of Extractive Metallurgy", Mc Graw-Hill Book Co., 2nd Ed. 1983.
- [6] BOR, F.Y., "Ekstraktif Metalurji Prensipleri" Kısım I ve II, İTÜ, 1985.
- [7] www.midrex.com, Midrex Technologies, Inc.
- [8] ERSUNDU, A.E., "Yerli Demir Cevherlerinin Sünger Demir Üretimine Uygunluğunun Araştırılması", İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2007.
- [9] BİROL B., "Divriği Pelet Konsantresinden Kompozit Pelet ve Demir Tanesi Üretimi", YTÜ, Fen Bilimleri İstanbul, 2007.
- [10] HABASHI, F., Kinetics of Metallurgical Processes, Métallurgie Extractive Québec, Sainte-Foy, Québec, 1999.
- [11] AYDIN, S., Metalurji Kinetiği Ders Notu, 1994.
- [12] ŞEŞEN, K., Metalurjik Süreçlerin Kinetiği, İTÜ Kimya Metalurji Fakültesi Ofset Atölyesi, İstanbul, 1998.
- [13] RAY, H.S., Kinetics of Metallurgical Reactions, Oxford, New Delhi, 1993.

