



YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
BÖLÜMÜ**

MEM4121 ÜRETİM LABORATUVARI

DENEY FÖYÜ

2026-2027

GÜZ

İÇİNDEKİLER

ÖNEMLİ BİLGİLER	
DENEY 1: Çökelme Sertleşmesi	
DENEY 2: Alçı Kalıba Döküm ile Seramik Üretimi	
DENEY 3: Toz Metalurjisi	
DENEY 4: Sol-Jel Yöntemi	
DENEY 5: Cam Deneyi	
DENEY 6: Polimer Matris Kompozit Üretimi	
DENEY 7: Redüksiyon Elektrolizi	
DENEY 8: Cevher Hazırlama	
DENEY 9: Pirometalurji	
DENEY 10: Atık Metal Geri Dönüşümü ve Döküm Yöntemi ile Üretimi	

ÖNEMLİ BİLGİLER

1. Dönem boyunca toplam **10 adet yüz yüze deney** gerçekleştirilecektir. Deneyler, vize haftasında yapılmayacaktır.
2. Öğrenciler, bölüm web sayfasında ilan edilen laboratuvar programındaki öğrenci numaralarına göre belirlenmiş gruplara uymakla yükümlüdür.
3. Katılmayan deneyler **0 (sıfır)** olarak notlandırılacaktır.
4. 2 haftadan fazla deneye katılmayan öğrenciler doğrudan devamsız sayılacaklardır.
5. Öğrencilerin deneye katılabilmesi için kişisel koruyucu ekipmanlarını (**laboratuvar önlüğü ve maske**) yanlarında bulundurmaları zorunludur.
6. **Laboratuvar önlüğü bulunmayan öğrenciler güvenlik kuralları gereği deneye alınmayacak ve yok yazılacaktır.**
7. Deney öncesinde öğrencilerin hazır bulunuşluğunu ölçmek amacıyla **ön sınav (quiz)** yapılacaktır. Öğrencilerin deneye gelmeden önce ilgili deney föyündeki *amaç, proses, kullanılacak ekipmanlar ve kimyasallar* kısımlarını incelemeleri gerekmektedir.
8. Ön sınavdan **en az 50 puan** alamayan öğrenciler deneye kabul edilmeyecek ve ilgili hafta için yok yazılacaktır.
9. Derse ve deneylere aktif katılım, genel performans değerlendirmesinde esas alınacaktır.
10. Deney sonrasında gözlem, veri ve tartışmaları içeren bir **deney raporu** hazırlanmalıdır.
11. Raporlar, bölüm sayfasında ilan edilen şablona ve formata kesinlikle uygun olmalıdır. Formata uygun olmayan raporlar değerlendirmeye alınmayacaktır.
12. Başka bir rapordan kopyalandığı tespit edilen (benzerlik gösteren) raporlar **0 (sıfır)** olarak değerlendirilecektir.
13. Tamamlanan raporlar, bir hafta içerisinde deneyi gerçekleştiren asistan hocaya teslim edilmelidir.
14. Her öğrenci yalnızca **bir deney için telafi deneyine katılma başvurusunda bulunabilir.** Telafi deneyine katılma başvurusu için öğrenciler kaçırdıkları deneyin ismini, grup numaralarını, isim-soyisim ve öğrenci numaralarını açıkça belirttikleri dilekçelerini ekleriyle birlikte (*bir sağlık kuruluşundan alınmış onaylı sağlık raporu, üniversiteden alınmış resmi onaylı yarışmaya katılma yazısı vb.*) **bölüm sekreterliğine** teslim etmelidir.
15. Dönemin son haftası gerçekleştirilecek telafi deneyine katılan öğrenciler, **el yazısı ile hazırladıkları** raporları PDF formatında taratarak ertesi gün (**Cumartesi günü saat 17.00'ye kadar**) ilgili araştırma görevlisine e-posta ile iletmelidir.

DENEY 1: ÇÖKELME SERTLEŞMESİ

1. DENEYİN AMACI

Çökelme sertleşmesi deneyinin temel amacı, uygulanan prosesin ısıtma işlemine cevap verebilen (örneğin 2xxx, 6xxx ve 7xxx serisi alüminyum alaşımları gibi) malzemelerin mekanik özellikleri (mukavemet, sertlik vb.) üzerindeki etkisinin incelenmesi

Kimyasal kompozisyonu değiştirmeden ısıtma yolları ile malzemenin mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi

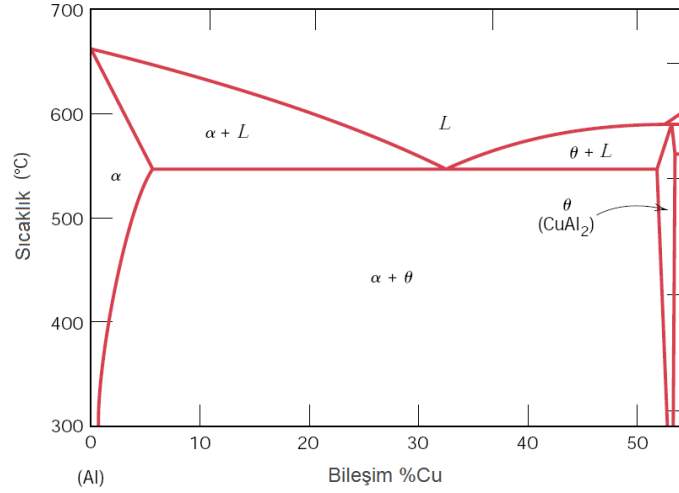
2. TEORİK BİLGİ

Malzemelerin mekanik özellikleri büyük ölçüde iç yapılarına bağlıdır. İç yapı ise kimyasal bileşim ile malzemeye uygulanan mekanik ve ısıtma 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 katılandığında, mekanik özelliklerinin çelik ile mukayese edilebilecek kadar artırılabilmesi nedeniyle özellikle otomotiv, havacılık, uzay sanayi gibi endüstriler için cazip hale gelmiştir [1].

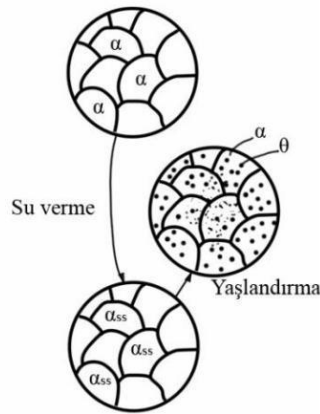
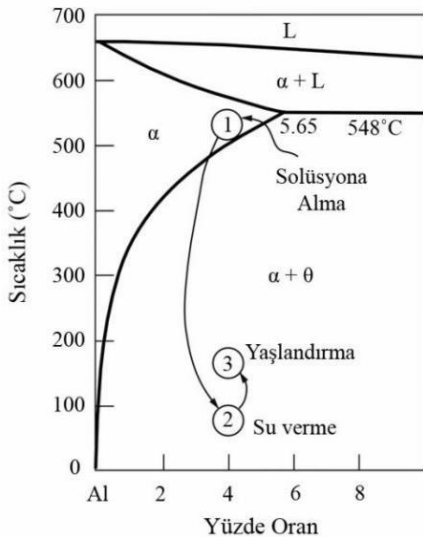
Isıtma işlemi, genel olarak mekanik özellikleri değiştirmek amacıyla metalik malzemelere uygulanan ısıtma ve soğutma proseslerini kapsamaktadır. Bu kapsamda uygun alüminyum alaşımlarına çökelme sertleşmesi /yaşlandırma ısıtma işlemi uygulanabilmektedir. Yaşlandırma ancak denge diyagramında solvus eğrisi bulunan alaşımlarda ve sadece solvus 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 ısıtma prosesi uygulanabilmektedir. Çökelme sertleşmesi ısıtma 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 alaşımlarının faz diyagramı

Al alaşımlarında ilk çökelti 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 kısaldığı 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 tavlama” 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.

$$HB = \frac{2xF}{\pi \times D \times (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (1)$$

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 -SAADI, H.I.A. ve TUNAY, R.F., (2017). "Suni Yaşlandırma İşleminin Alüminyum Alaşımının Sertliği Üzerine Etkisi", Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi, 5: 525-532.

DENEY 2: ALÇI KALIBA DÖKÜM İLE SERAMİK ÜRETİMİ

1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı seramik üretiminin temellerini ve bir seramik çamurunun hazırlanmasını incelemek ve hazırlanan seramik çamurunun alçı kalıba slip döküm yapılarak şekillendirilmesini öğrenebilmektir. Hammadde hazırlanması, öğütme kinetikleri, seramik çamurunun reolojik davranışı ve şekillendirilebilirliği ayrıntılı olarak incelenecektir.

2. TEORİK KISIM

2.1. 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 kırılgan olmasına neden olur.

2.1.1. Flokülasyon, Deflokülasyon, Deflokülan

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.

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 alkinin 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 çökme veya koordinasyon komplekslerinin oluşumu ile ortadan elimine edilmesi.

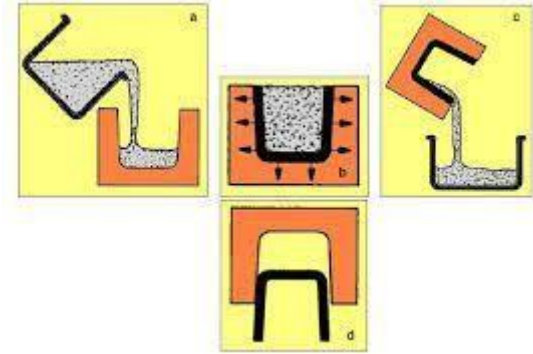
Normalde, deflokülanların etkileri yukarıda bahsedilen mekanizmalarla oluşmaktadır. Mekanizmalar, organik veya inorganik olabilen deflokülanın doğasına bağlı değildir.

İyi bir döküm çamuru şu özelliklere sahip olmalıdır:

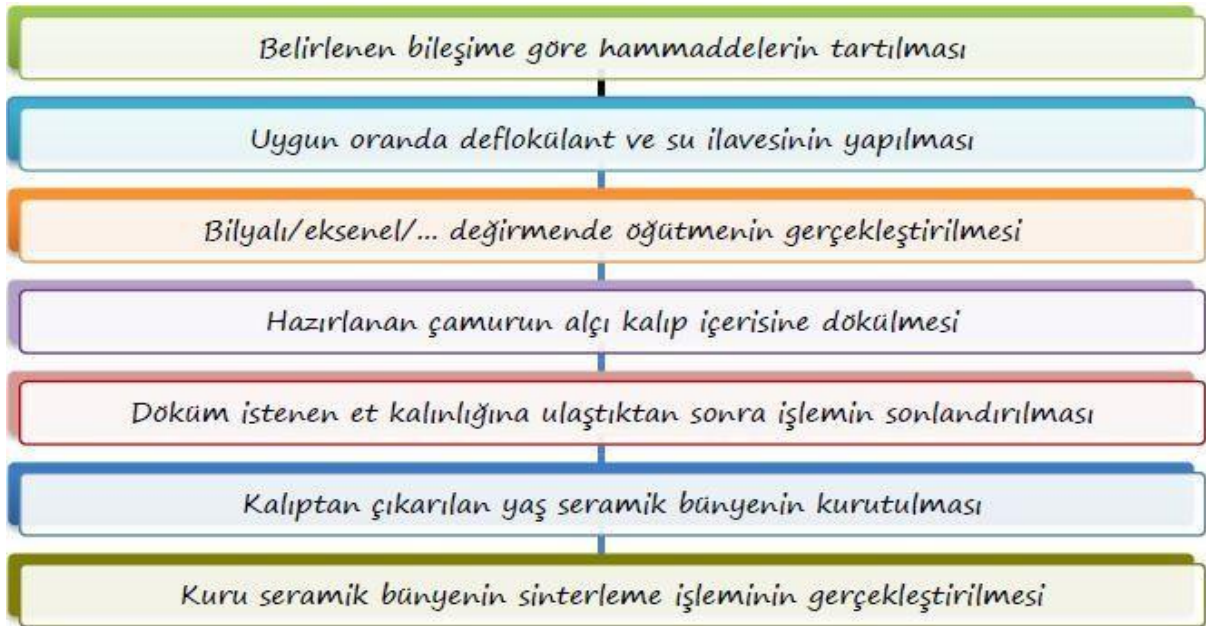
- Alçı kalıp içerisinde kolaylıkla yayılabilmesi için düşük vizkoziteli olmalı
- Katı maddeler çökmemeli
- Dökümden sonra kalıptan kolayca çıkarılabilmeli

Alçı kalıba döküm yöntemi genellikle büyük hacimli ve karmaşık şekilli ürünlerin üretiminde tercih edilen bir şekillendirme yöntemidir. Bu yöntem, simetrik olmayan ürünler, bazı özel ateş tuğlaları, sofa takımları ve lavabo, klozet, küvet gibi sağlık gereçlerinin şekillendirilmesinde ve ileri teknoloji seramiklerinin üretiminde kullanılmaktadır. Sağlık gereçlerinin üretiminde ürünlerin sahip olduğu büyük hacim ve şekillerinin karmaşık olması nedenleriyle alçı kalıba döküm tercih edilmektedir. Dökümde kullanılan kalıplar gözenekli yapıda ve su emme yeteneğine sahip alçı kalıplardır. Bununla birlikte poroz yapıda sentetik malzemelerde kullanılmaktadır. Döküm yoluyla sağlıklı bir üretim yapılabilmesi için öncelikle kalıplama tekniğine uygun yani aralıksız birleşen, açılırken takılma yapmayan alçı kalıbın, darbeye karşı dayanıklı, eşit kalınlıkta, uygun porozite ve yeterince kurutulmuş olması gerekmektedir. Ayrıca kalıp döküme hazırlanırken temiz olması, birleşme yüzeylerinin düzgün olması çok önemlidir.

Alçı kalıp suyu çok hızlı emer. Alçı kalıp içine doldurulan çamurun suyu kalıp yüzeyinden başlamak üzere kalıp tarafından hızlı bir şekilde çekilir. Aralarındaki su tabakasının azalmasıyla birbirlerine yaklaşan taneler arasındaki itme kuvvetleri tanelerin çekim kuvvetleri tarafından yenilerek etkisiz hale gelir. Böylece partiküller üst üste birikmeye ve birbirlerine yapışmaya başlarlar. Zaman ilerledikçe üst üste biriken tanelerin sayısı artar ve kalıbın iç yüzeyinden itibaren bir katı sıvı arası geçiş tabakası oluşur. Bu tabakanın kalınlığı zaman geçtikçe artar ve bu kalınlık alma hızı olarak bilinir. Bu hız zaman geçtikçe azalır.



Şekil 1: Slip döküm yöntemi ile şekillendirmenin şematik gösterimi



Şekil 2. Seramik ürünlerin döküm yöntemiyle üretimi için genel akım şeması

3. DENEYSEL BÖLÜM

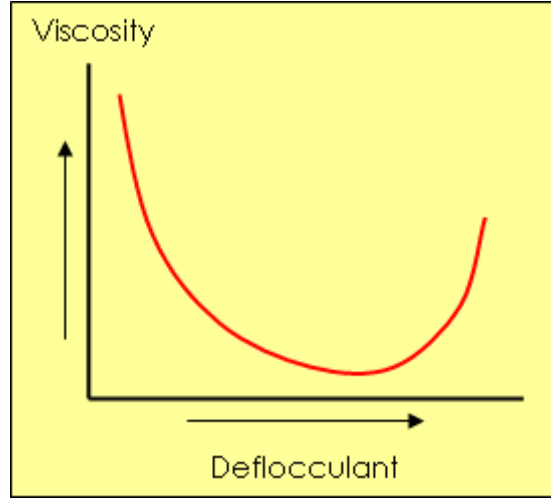
3.1. Gerekli Ekipmanlar

Değirmen, Viskozimetre, Karıştırıcı, Piknometre, Elek (90 µm), Tartı Aleti, Alçı Kalıp, Kumpas.

3.2. Deneyin Uygulanması

Öncelikle, hammaddeler kompozisyona göre tartılır ve karıştırılır. Daha sonra karışıma, gerekli miktarda su ve deflokülan eklenir. Hazırlanan çamur, gezegen tipi bilyalı değirmende 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 stabilite ve takibinde eklenen deflokülan ile viskozitedeki artırmasıdır.

Çamurun hazırlanması işlemi sonrasında alçı kalıba slip döküm yapılacaktır. Daha önceden hazırlanmış olan seramik çamurunun vizkozite değeri ve litre ağırlığı ölçülecektir. Bu analizler ile çamurun reolojik analizi yapılmış olur ve döküm için uygunluğu tespit edilir. Devamında alçı kalıplar döküme hazır hale gelecek şekilde içerisi temizlenir ve seramik çamurun kalıp içerisine dolumu sağlanır. Bu noktada deneyin verimli geçmesi ve karşılaştırma yapılabilmesi adına, ilgili deney grubu kendi içerisinde ikişerli veya üçerli gruplara ayrılarak, seramik çamurunun alçı kalıp içerisinde farklı dakikalarda beklenilmesi sağlanacaktır. Farklı dakikalar ile beklenen seramiğin kalıptan ayrıldığında farklı et kalınlığına sahip olması beklenmektedir. Bu nedenle her bir grup sırası ile 3dk-6dk-9dk kendi seramik kalıbını bekleterek kalıp içerisindeki fazla çamuru boşaltır. Kalıp ters bir şekilde masa üzerine konur ve seramiğin kalıp içerisinden rahat bir şekilde çıkabilmesi için bir süre beklenir. Sonrasında seramik kalıptan dikkatli bir şekilde çıkarılır ve ilgili ürün 10dk açık havada bekletilir.



Şekil 1. Viskozite-İlave edilen deflokülant diyagramı

4. SONUÇLAR

Sonuç olarak bu deneyde, hammadde hazırlama, öğütme kinetiği, dökülebilir bir seramik çamurunun reolojik davranışı ve alçı kalıba slip döküm yöntemi ile ürünün şekillendirilmesi açıklanmış ve deneysel olarak gösterilmiştir.

5. KAYNAKLAR

- [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
- [5] “Seramik”, TMMOB Kimya Mühendisleri Odası, 1980, Ankara
- [6] Ates Arcasoy, Seramik Teknolojisi, M.Ü. Güzel Sanatlar Fakültesi, Seramik Bölümü Yay.1983

Rapor için istenenler :

- 1) Deneyin amacı
- 2) Deney hakkında kısa teorik bilgi
- 3) Deneyin uygulandığı deneydeki sıra ile özgün bir dille anlatılacak.
- 4) Deneyde kullanılan malzemelerin, teorik ve pratikteki kullanım yüzdeleri tablo haline getirilecek. (EXCEL)
- 5) Deneyde elde edilen sonuçlar üzerinde yorum yapılarak, grafik çizilmesi. (EXCEL)

DENEY 3: TOZ METALURJİSİ

Deneyin Amacı: Metal ve metalsel alaşımların tozlarını eritmeden, basınç ve sıcaklık yardımıyla, dayanıklı cisimler haline getirilmesidir. Sinterleme denilen bu ısıtma işlemi, eritmenin yerini tutmakta ve kullanılan metal tozunun erime noktasının altındaki bir sıcaklıkta yapılmaktadır. Tek bileşenli tozların sinterlenmesinde, sinterleme sıcaklığı malzemenin erime sıcaklığının altında (yaklaşık olarak erime sıcaklığının %80'i) bir sıcaklık alınabilir. Çok bileşenli sistemlerde ise sinterleme sıcaklığı, bileşenlerden erime sıcaklığı en düşük olanın erime sıcaklığının hemen altında seçilebilir. Bu tür sinterleme işlemlerine katı faz sinterlemesi denir. Ayrıca çok bileşenli sistemlerde sinterleme sıcaklığı bileşenlerden en az birisinin erime sıcaklığının üstünde alınabilir, bu tür sinterleme işlemlerine de sıvı faz sinterlemesi denir.

Neden Toz Metalurjisi İmalat Yöntemi?

T/M ile imal edilen parçalar bu yöntemin tercih ediliş sebebine bağlı olarak iki ana grupta incelenebilirler.

1. Grup: Başka yöntemlerle de imal edilebildikleri halde T/M yönteminin daha ekonomik olduğu parçalar.
2. Grup: Başka yöntemlerle imalatı mümkün olmayıp T/M'nin tek alternatif olduğu parçalar

Toz Metalurjisi Süreçleri

Toz metalurjisi tekniği temel olarak 3 kademedir oluşmaktadır.

1. Toz üretimi,
2. Presleme (Toz partiküllerini çeşitli işlemlerle tek parça komponent haline getirilmesi),
3. Sinterleme ve gerekiyorsa ikincil işlemler ile nihai parça üretimi

BÖLÜM 1.1 GÖRÜNEN YOĞUNLUK (YAŞ YOĞUNLUK)

1.1.1 DENEYİN AMACI: Tozun gevşek, sıkıştırılmamış haldeki yoğunluğunun belirlenerek standartlara uygunluğunun tespiti.

1.1.2 KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Terazî, metal tozu, standart deney tertibatı

1.1.3 TEORİK BİLGİ VE DENEYİN YAPILIŞI:

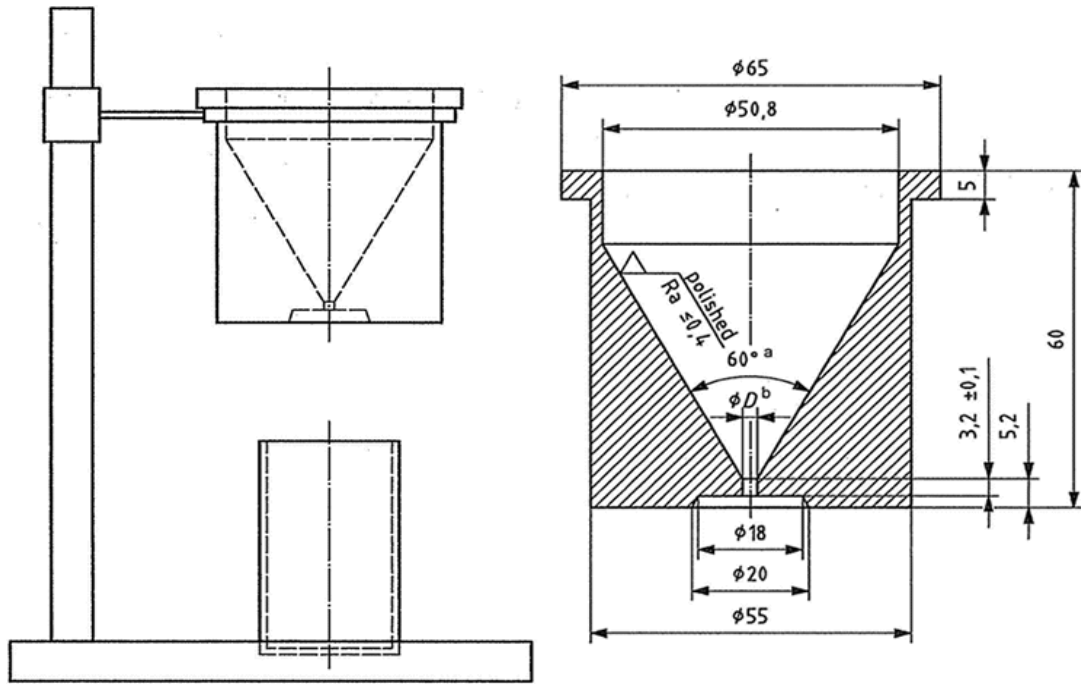
Yığılma yoğunluğu tozun gevşek (sıkıştırılmamış) haldeki yoğunluğudur (g/cm^3). Bu yoğunluğu belirlemek için tozun boyutları ve şekli standartlarla belirlenmiş bir huniden akıtılarak altındaki silindirik kabı serbest bir düşümle doldurması sağlanır. Huni çıkış ağzı ile silindirik kabın üst yüzeyi arasındaki yükseklik de sabit bir değerdir.

Taşar şekilde doldurulmuş olan silindirik kaptaki tozun fazlası dikkatlice sıyrılarak içindeki toz tartılır. Deney kabı hacmi de bilindiğinden (25 cm^3) yığma yoğunluğu kolaylıkla (g/cm^3) olarak hesaplanır. Bu deneyle ilgili bütün koşullar ve deneyin yapılışı TS EN ISO 3923-1 standardında belirlenmiştir. Şekil

1.1 'de bu deney için kullanılan donatım ölçüleri şematik olarak verilmiştir.

Su atomizasyonu ile üretilen paslanmaz çelik tozların görünen yoğunluğu $2,80\text{-}3,20 \text{ g/cm}^3$ arasında değişir. Bu değer gaz atomizasyonu ile üretilen tozlar için 5 g/cm^3 'e kadar çıkabilir. Bu değer bakır

tozları için $2,80\text{-}3,00 \text{ g/cm}^3$, bronz tozları için $3,00\text{-}3,25 \text{ g/cm}^3$ arasında değişir. Yığma yoğunluğu presleme (yoğunlaştırma) aşamasında tozun kalıbı doldurmasında çok önemli bir faktördür. Yığma yoğunluğu toz tane şekline, büyüklüğüne ve dağılımına yakından bağlıdır. Toz tane şekli küreselden uzaklaştıkça taneler arası boşluk oranı azalır.



Şekil 1.1 Yığma Yoğunluğunun Ölçülmesi

BÖLÜM 1.2: AKICILIK TESTİ

1.2.1 DENEYİN AMACI: Tozlardan istenen akış süresinin belirlenerek standartlara uygunluğunun tespiti.

1.2.2 KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Terazi, metal tozu, standart deney tertibatı, kronometre.

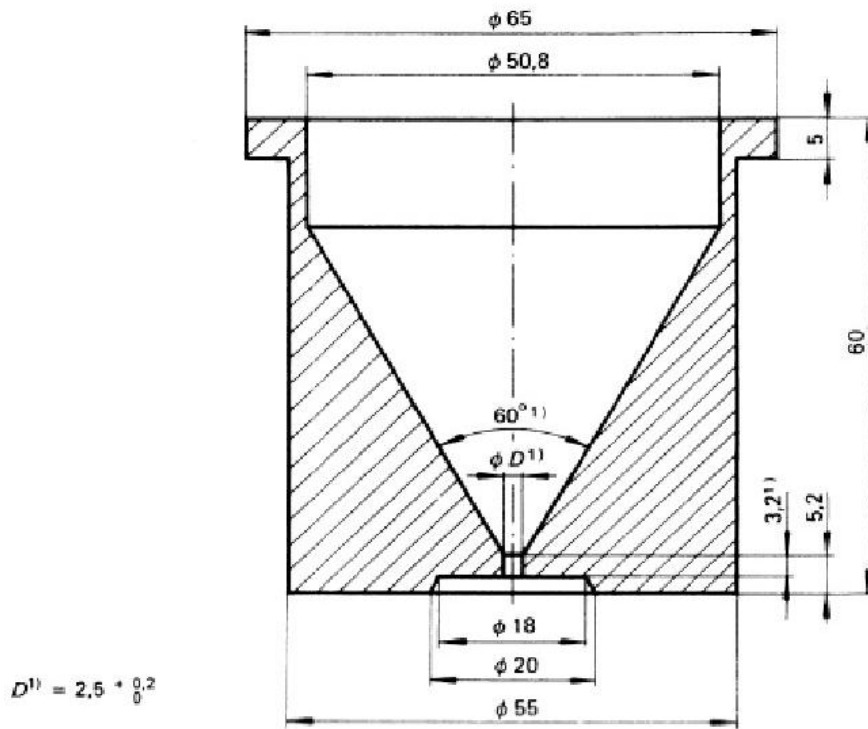
1.2.3 TEORİK BİLGİ VE DENEYİN YAPILIŞI:

Bu testin amacı toz hammaddelerden istenen akıcılık değerlerinin tespit edilmesidir.

Bu oran 50 gram tozun 2,54 mm'lik huniden geçmesi gereken süre olarak tanımlanır. Küresel şekilli paslanmaz çelik için 15 saniyelik bir akış süresine sahiptir. Bu oran düzensiz şekilli tozlar için 25-30 saniye arasında değişmektedir.

Akıcılık; bir toz türü ya da karışımının belirli bir miktarının boyut ve şekli önceden belirlenmiş bir huniden akma kabiliyetidir. Bu ölçümlerde genellikle 50 gr'lık toz örneğinin huniden akış süresi saptanır ve bu değer tozun akıcılığı olarak kabul edilir. Huni boyutları ve şekli ile akış deliği boyutları (delik çapı ve uzunluğu) standartlarda belirtilmiştir (TS EN ISO 4490). Deney genellikle üç defa tekrarlanıp ortalama değer hesaplanır.

Akıcılık özelliği de tozun bilhassa tane iriliğine, özgül yüzey büyüklüğüne, toz tane şekline bağlıdır. Toz tane boyutu düştükçe akıcılık da artar



Şekil 1.2 Akıcılığı Saptamaya Yarayan Bir Deney Hunisi Şeması

BÖLÜM 1.3: PRESLEME

1.3.1 DENEYİN AMACI: Tozların kalıplarda şekillendirilerek farklı basınçlar için basınç yoğunluk ilişkisinin belirlenmesi.

1.3.2 KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Metal tozu, kalıp, pres.

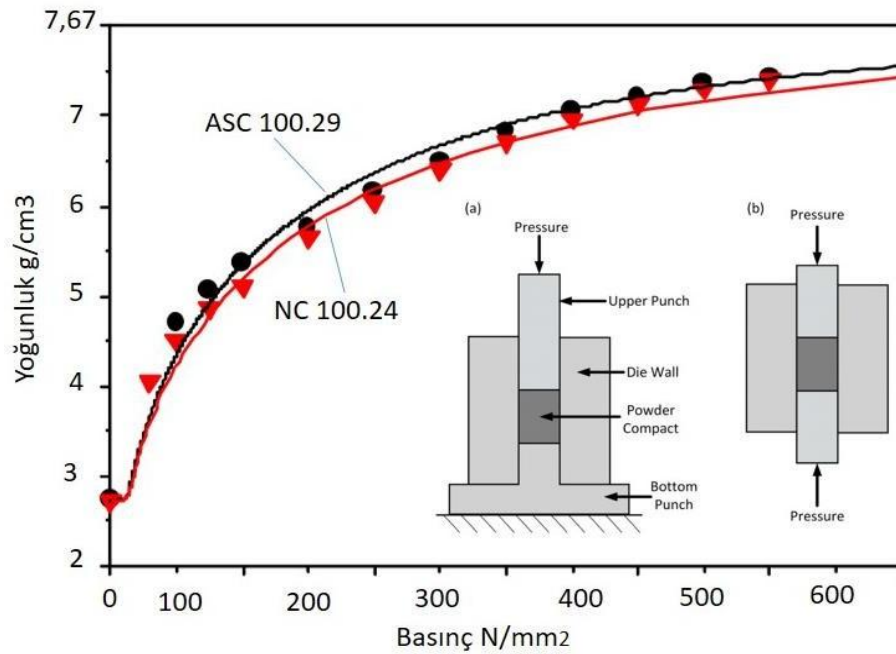
1.3.3 TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI: Toz metalurjisinde yoğunlaştırma ikinci önemli prosestir. Presleme; hazırlanmış metal tozu karışımının önceden belirlenen yoğunluğa ulaşabilmesi için uygun preslerde kalıp ve zımbalar yardımı ile sıkıştırılmasıdır. Pres kalıbı içine doldurulan metal tozunu katı cisim haline getirir. Yüksek bir presleme derecesine ulaşabilmek için iyi şekil alabilir bir toz ve yüksek presleme

basınçlarına ihtiyaç vardır. Preslemede ulaşılan yoğunluk toz metalurjisi ile imal edilen parçaların mekanik özelliklerini birinci derecede etkiler.

Presleme çoğunlukla soğuk (oda sıcaklığı) yapılmakla birlikte özel hallerde sıcak olarak da yapılır. Presleme ile metal tozuna, imal edilecek parçanın boyut ve şekline göre istenen düzeyde bir yoğunluk ve mekanik dayanım kazandırılır.

Kalıpta yoğunlaştırma işleminin üç temel aşaması vardır.

1. Kalıp boşluğuna belirlenen miktarda metal tozunun doldurulması,
2. Zımbalar yardımı ile basınçla tozun sıkıştırılması,
3. Şekillendirilmiş parçanın kalıptan çıkarılması



Şekil 1.3 İki ticari demir tozu için yoğunluk-basınç ilişkisi

- * Basınç ↑ , Yoğunluk ↑ , Gözenek ↓
- * Gözenek ↑ , Yoğunluk ↓
- * Gözenek ↑ , Dayanım ↓
- * Gözenek ↑ , Yağlama yeteneği ↑

Gözeneklilik: Sinter burç, yağ pompası rotoru, dişliler, yatak malzemesi vb. yerlerde istenmektedir. (Parça imalatı tamamlandıktan sonra gözenek içindeki tozlar vakumlanır, vakum altında yağ verilir, gözeneklerin içindeki havayı alınarak boşluklara yağ pompalanır)

BÖLÜM 1.4: PRESLENEBİLİRLİK (GREEN DENSITY)

1.4.1 DENEYİN AMACI: Tozun presleme sonrası ve teorik yoğunluğunun tespiti.

1.4.2 KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: Terazı, metal tozu, pres, kumpas, kalıp.

1.4.3 TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI: Bu özellik, toz basınç altında iken elde edilen yoğunluğa karşılık gelir. Presleme sonrası ulaşılan yoğunluktur. Östenitik paslanmaz çelik tozları, martenzit olanlara nazaran daha iyi preslenebilirliğe sahiptir. Preslenebilirlik; akma sınırı, numunenin sertliği, taneciklerin yumuşaklığı, numunenin boşluk oranı, tanelerin şekli ve boyutunun bir fonksiyonudur.

Metal tozları kalıpta şekillendirildiği takdirde tozun serbest olarak kalıp boşluğunu çok iyi ve tam olarak doldurması (yüksek akıcılık kabiliyeti) istenildiği gibi, kalıp içinde soğuk olarak preslendiğinde de (zımbalandığında) teorik yoğunluğa olduğunca yaklaşması sağlanır.

Malzeme ne kadar yumuşaksa, preslenebilirliği de o derece yüksektir. Preslenebilirlik toz tanelerinin preslemede kendi aralarındaki ve tanelerle kalıp arasındaki sürtünmeye de yakından bağlıdır.

Parçanın teorik yoğunluğu: örneğin Fe için ulaşılan green yoğunluk 6,65 gr/cm³ ise,

Fe: 7,87 gr/cm³ (6,65 : 7,87) x 100 = % 84,5 → % Teorik yoğunluğu verir.

% 84,5 Dolu

% 15,5 Gözenek

BÖLÜM 1.5: METAL TOZLARINA UYGULANAN SİNERLEME PROSESLERİ

1.5.1 DENEYİN AMACI: Sinterleme proses koşullarının yapı ve özelliklere etkisi

1.5.2 KULLANILAN ALET, CİHAZ VE MALZEMELER: T/M ile üretilmiş numune, atmosfer kontrollü fırın.

1.6.3 TEORİK BİLGİ ve DENEYİN YAPILIŞI: Sinterleme; preslenmiş toz malzemenin şeklini bozmadan yapılan ısıl işlemdir. Preste şekil verilmiş toz bu haliyle kullanılmaya elverişli değildir. Ancak sinterlemeyle gerekli dayanım artışı sağlanır. Bu işlemde belirli sıcaklık ve sürede toz taneleri arasında difüzyon meydana gelir ve zayıf mekanik bağlar, kuvvetli mekanik bağlara dönüşürler.

Sinterleme sıcaklığı ve süresi; sinterlemede parçalardan istenen özelliklere uygun bir sinterleme sıcaklığı ve süresi saptanmalıdır. Parçalardaki düşük yoğunluk ve dayanımın esas nedeni çok düşük sinterleme sıcaklığı ve süresidir. Sinterleme sıcaklığı tozun ergime sıcaklığına mümkün olduğu kadar yakın olmalıdır.

Çizelge 1.1 Bazı metal ve alaşımların sinterleme sıcaklık ve süreleri

Toz Malzemesi	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Sıcaklığında Bekleme Süresi (dk)
Bronzlar	760-871-820	10-20
Pirinçler	843-898	10-45
Bakır	843-898	12-45
Çelik, C'lu çelikler	1010-1148	8-45
Paslanmaz çelikler	1033-1287	30-60
Fe (ferrit)	1204-1482	10-600
Nikel	1010-1148	30-45
Alnico magnetler	1204-1301	120-150
Tungsten karbürler	1426-1482	20-30
Molibden	2054	120
Tungsten	2343	480

KAYNAKLAR

- [1] Toz Metalürjisi Ders Notları, Adem BAKKALOĞLU, 2015.
- [2] Toz Metalürjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Randall M. GERMAN, 2007
- [3] Höganäs Handbook For Sintered Components, 1997.
- [4] Powder Metallurgy Science, Randall M. GERMAN, 1994.
- [5] ASM Handbook Volume 7, Powder Metallurgy, 1993.
- [6] TS EN ISO 3923-1 Metal tozlar- Görünür yoğunluk tayini- Bölüm 1: Huni metodu
- [7] TS EN ISO 4490 Metalik tozlar-Kalibre edilmiş huni vasıtası ile akış süresinin tayini (hall flowmetre) ölçme metotları

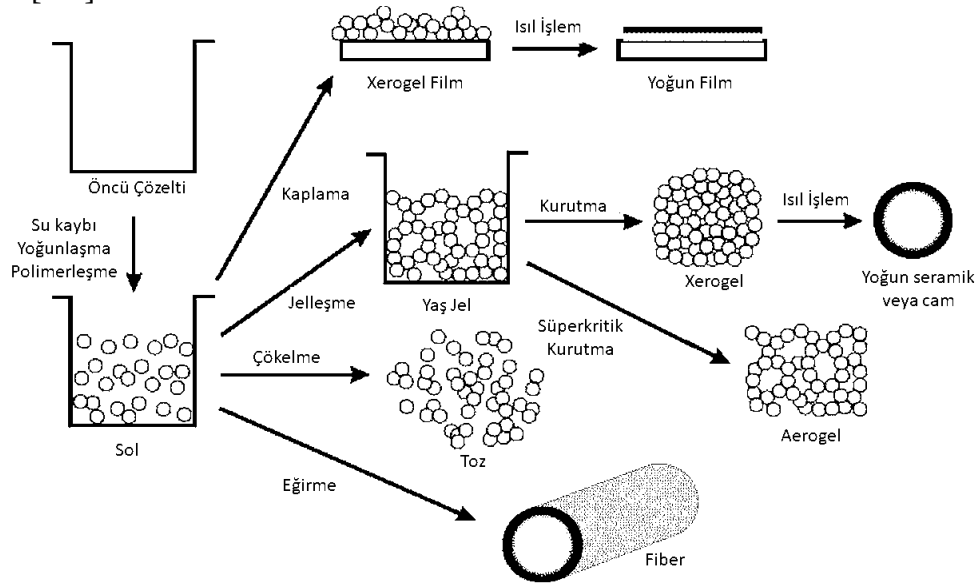
DENEY 4: SOL-JEL YÖNTEMİ

1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı, sol-jel tekniği hakkında profesyonel bilgi edinmek ve sol-jel tekniği ile malzeme imalatında uygulamalı deneyim kazanmaktır. Deney kapsamında sol jel tekniği tanıtılacak ardından sol-jel tekniği kullanılarak seramik esaslı nano toz sentezi ve ince film kaplamaların üretimi farklı tekniklerle gerçekleştirilecektir.

2. TEORİK BİLGİ

Sol jel yöntemi seramik üretiminde kullanılan kimyasal bir prosestir. İlk olarak 1800’lerde Ebelmanve Graham’ın çalışması ile keşfedilmiştir. 1930’lardan itibaren sol jel yaygın olarak çalışılmaya başlanmış ve 1938’de Almanya’da sol jel prosesi ile ilgili ilk patent alınmıştır. Sol jel yöntemi bir süspansiyonun jelleşebildiği tüm sistemleri içermektedir. Sol jel yönteminde ileri teknoloji seramik üretiminde kullanılan malzemelerin mikron altı boyutta, saf reaktif ve düşük sıcaklıklarda sinterlenebilir olması istenmektedir. Sol jel yöntemi ile nano boyutlu seramik tozu sentezi, ince film seramik kaplamalar, seramik esaslı malzemeler ve fiberler üretilir [1-3].



Şekil 1. Sol Jel teknolojisi ve ürünleri [2].

Sol-Jel Nedir?

Sol jel terimi sıvı içerisinde dağılmış nanoboyutlu katı partiküllerin (sol) aglomerasyonu sonrasında sıvı içerisinde üç boyutlu ve sürekli bir ağ yapısı oluşturması (jel) prosesini tanımlar [1- 3].

Sol Nedir?

Sol; sürekli fazı sıvıdan, disperse olmuş fazı ise katıdan oluşan yapıdır. Sıvı faz içerisinde disperse olmuş nano boyutlu katı parçacıklar eğer anında çökelmiyorsa, yapı sol olarak tanımlanır. Sol içeride disperse olmuş katı fazı santrifüj gibi dış kuvvetlerle homojen bir şekilde dağıtmak mümkündür.

Jel Nedir?

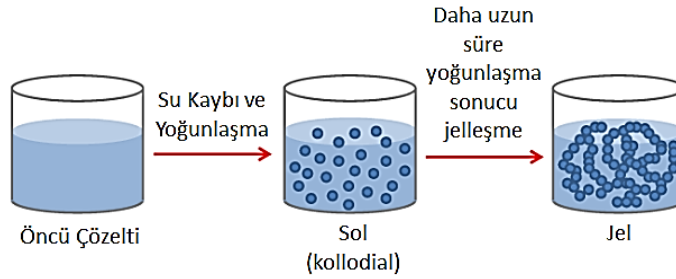
Jel, içerisinde katı ağ yapısını oluşturan nanoparçacıkların 3 boyutlu olarak yerleştiği katıya benzer ve ıslak yapıdır. Jel içerisindeki sürekli faz; nanoparçacıkların oluşturduğu katı ağ

yapısı, disperse olmuş faz ise sıvı fazdır. Jellerin hem katı hem de sıvı özellikler gösterirler. Yoğunlukları sıvılara yakinken atomlar arasında katılarda olduğu gibi belirli ilişkiler mevcuttur.

Sol Üretimi:

Solün hazırlanması genel olarak iki yöntem mevcuttur:

- Sıvı içerisinde nanopartiküllerin doğrudan oluşturulması: Sıvı içerisinde çözünmüş olan moleküller sıvıların karıştırılması sonunda daha büyük boyutlu moleküllere dönüşürler. Oluşan makromoleküller, daha sonra, nanoboyutlarda katı partikülleri haline gelirler. Örnek SiO_2 (silica) esaslı nanosol.
- Nanopartiküller (karbon nanotüpler ve kuvantum noktaları gibi) özel üretim yöntemleri kullanılarak oluşturulurlar. Daha sonra nanopartiküller, sıvı faz içerisinde çözündürülür. Homojen dağılımın sağlanması için sürfaktan adı verilen yüzey modifiye ediciler (polimerler, sabunlar vb) kullanılır.



Şekil 2. Sol ve Jelin şematik gösterimi [3].

Sol Jel Değişimi:

Solün, jele dönüşümü için, sol içerisinde dağılmış olan katı nanoparçacıkların bir araya gelerek ağ yapısı oluşturmaları gerekir. Ağ yapısının oluşabilmesi için yapıda bulunan katı parçacıkların sıvı içerisinde "*Brownian Motion*" adı verilen ve moleküllerin sıcaklık etkisiyle rastlantısal olarak hareketleri sonucunda çarpışmaları ve çarpışma sonunda yapışmaları gereklidir. Yapışma işlemi yüzeylerinde reaktif gruplar bulunan katı partiküller için çok daha kolaydır. Çünkü çarpışma sonrasında reaktif gruplar bir araya gelerek bağ oluşturabilirler. Yüzeylerinde reaktif grup bulunmayan katı parçacıklar için yapışma gerçekleşmeyeceği için bu tür nanoparçacıkların yüzeylerinin katkı malzemesiyle (Additive) veya yüzeyin soyularak reaktif hale getirilmesi işlemlerinden geçmesi gerekmektedir. Sonuç olarak reaktif olmayan parçacıklar, çarpışma sonunda oluşacak bağ yapısı veya elektrostatik kuvvetlerle bir araya gelecek (reaktif) hale getirilirler.

Sol jele dönüşürken, yapının viskozitesi artar ve jelleşme noktasında yapı akamayacak hale gelir. Jelleşme noktasında parçacıkların oluşturduğu ağı yapı sıvının tüm hacmi içerisinde yayılmış olduğundan sıvının akma kabiliyeti son bulmuştur. Solün içine jelleştiricinin karıştırılmasından sonra gel oluşumu sonuna kadar geçen süreye "*jelleşme süresi*" adı verilir [2].

Sol Jel kimyasını etkileyen Faktörler:

- **pH:** Suyun rol aldığı kolloid sistemlerde pH çok önemlidir. Silika jellerin oluşumunda, silikanın hidrolizi sonucunda silanol grupları oluşur. Silanol gruplarının oluşumu pH'dan etkilenir. Silanol grupları daha sonra silika nanoparçacıklarının oluşumunu ve ağ yapının gelişmesini sağlar.
- **Çözücü sıvı (solvent):** Yapıdaki moleküllerin biraraya gelerek nanoparçacıkları oluşturması esnasında nanoparçacıkların çökmemesi çok önemlidir. Bu sebeple

solventin nanoparçacıkları çözebilecek özellikte olması gereklidir. Ayrıca çözücü sıvı nanoparçacıkların ağ yapısını oluşturmaya da yardımcı olarak jelleşmeyi garantiler.

- **Sıcaklık:** Nanoparçacıkların oluşması ve ağ yapısını oluşturmaya süreçlerinin kinetiği sıcaklık tarafından aktive edilir. Sıcaklığın çok düşük olması jelleşme süresini artırırken çok yüksek olması nanoparçacıkların aglomere olarak aşırı büyümesine ve ağ yapısını oluşturmada çökeltmelerine sebep olur.
- **Reaksiyonun Oluşturduğu Isı:** Sol içerisinde nanoparçacıkların oluşumu ve ağ yapısının meydana gelmesi kimyasal reaksiyonları sırasında açığa çıkan ısı, reaksiyonların daha hızlanmasına sebep olur.
- **Zaman:** Üretilen jelin tipine bağlı olarak jelleşme basamakları farklı zamanlarda meydana gelir. Daha yavaş oluşan sol jel reaksiyonu sonucunda meydana gelen ürünün özellikleri daha üstündür. Özellikle jelleşme aşamasında reaksiyon ne kadar yavaş ise oluşan jelin iç yapısı daha uniformdur. Bu da daha yüksek mukavemetli ve (eğer o özellikte oluşması isteniyorsa) daha fazla ışık geçirgen (transparant) özellikte jelin eldesine imkan sağlar. Daha saydam jel yapısı daha az Rayleigh saçılmasına sebep olduğu için daha az mavimsi görünür.
- **Katalizör:** Sol jel tekniğinde asit (H^+) ve bazlar (OH^-) katalizör olarak kullanılırlar. Katalitik etki asitler ve bazlar için farklı mekanizmalar aracılığı ile sağlandığından, sol jel metodu pH'a karşı duyarlıdır. Katalizör malzeme çok az miktarda kullanılmasına karşın (mg/mL), jelleşme süresini haftalardan dakikalara çeker.
- **Karıştırma:** Sol jel tekniğinde sol'un karıştırılması, kimyasal reaksiyonun uniform bir şekilde oluşması ve sol içerisindeki her bir molekülün reaksiyon için gerekli kimyasala erişebilmesi açısından önemlidir. Bununla birlikte jelleşme aşaması başladıktan sonra karıştırmanın devam etmesi mikro ve makro seviyelerde yarı jelleşmiş ağın parçalanmasına sebep olabilir. Tüm yapının jelleşmesi sonunda gerçekleşse bile jelleşme süresi uzamış olur.

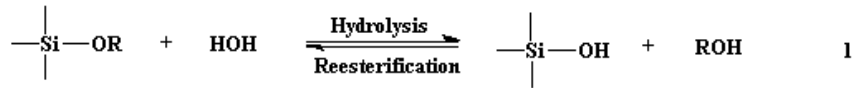
Sol jel uygulamasında; metal alkoksit çözeltileri veya metal tozları, nitrat, hidroksit, oksit gibi inorganik bileşikler belirli oranlarda su ve asitle birleştirilerek bir solüsyon meydana getirilir. Solüsyonun belirli sıcaklıklarda karıştırılması ile solüsyon içerisinde birbirini izleyen bir dizi kimyasal reaksiyon oluşur. Taneciklerin sahip olduğu yüzey yüklerinin elektrokimyasal etkileşimleri ile bir ağ meydana gelir ve bu sürece jelleşme adı verilir. Bu ağın gitgide büyüyen sistem içerisindeki bütün noktalara ulaşarak komple bir yapı meydana getirmesiyle jel elde edilir [1-5].

Sol Jel Yönteminin Basamakları: Sol jel sentezinde ilk adım çözelti oluşturmaktır. Bu adımda çeşitli başlangıç maddeleri, uygun çözücülerle karıştırılarak homojen çözeltiler hazırlanır. Çözelti hazırlandıktan sonra nihai ürüne kadar sol jel prosesi; *alkoksit hidrolizi, polimerizasyon (peptidleşme), jelleşme, ve kalsinasyon/ sinterleme* şeklindedir.

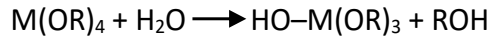
I. Alkoksit Hidrolizi

Alkoksitler, sol oluşturmak için başlangıç maddesi olarak kullanılır. $M(OR)_n$ formülü ile gösterilirler. **M**; kaplanacak metal malzemeyi, **R**; CH_3 (metil), C_2H_5 (etil) gibi alkil grubunu, **n**; metalin değerine göre değişen değerliğini gösterir. İçerdikleri yüksek elektronegatif OR grubu sebebiyle, metal alkoksitler yüksek reaktif özellik gösterir. OR'deki alkali grupları değiştirmekle fiziksel özelliklerin kontrolü sağlanır. Normal olarak alkoksitler alkolde çözünür ve asidik, bazik ya da nötr şartlarda su ile hidrolize uğrar. Asit katalizörler, polimerleri hafif bağlarla bağlarken, baz (alkali) katalizörler kuvvetli bağlarla bağlarlar. Distile su ile sıcak

ortamda ($>80^{\circ}\text{C}$) çalışıldığında daha kararlı bir kolloid yapı oluşur [1, 5]. Hidroliz reaksiyonu sırasında, sudaki OH^- iyonu ile alkoksitteki OR^- iyonu yer değiştirirler (Reaksiyon 1).

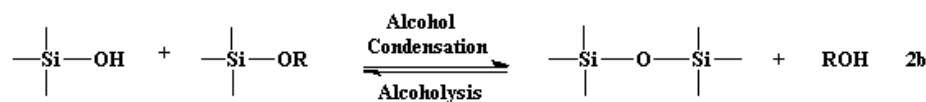
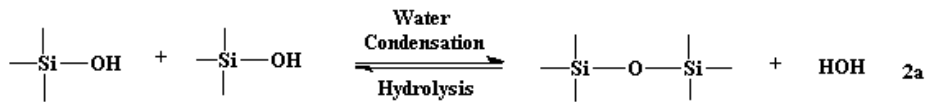


Reaksiyon 1. Alkoksitin hidrolizi [7-8]

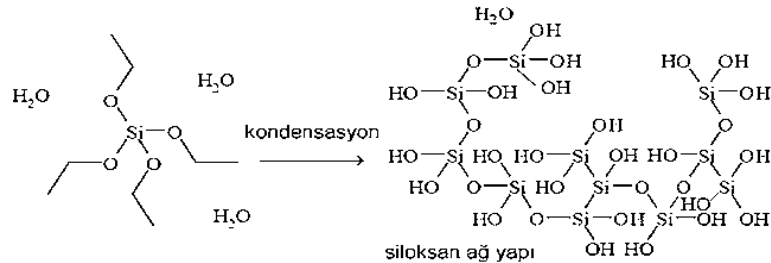
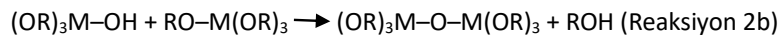
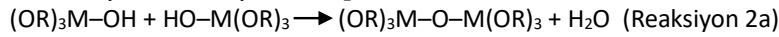


II. Polimerizasyon (peptitleşme):

Polimerizasyon aşamasında hidrolize olmuş Si—OH molekülleri iki farklı reaksiyonla Si—O—Si (siloksan monomeri) bağlarını oluşturur (Reaksiyon 2a ve 2b). Bu sırada oluşan işlem “kondenzasyon” olarak tanımlanır. Kondenzasyon işlemi, su kondenzasyonu ve alkol kondenzasyonu olmak üzere iki şekilde gerçekleşebilir. Su kondenzasyonunda Si—OH moleküllerinin, Si—O—Si moleküllerine dönüşümü sırasında su açığa çıkarken (Reaksiyon 2a), alkol kondenzasyonunda ise alkol açığa çıkar (Reaksiyon 2b). Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları ile polimerik oksit yapısı oluşur. Çözeltideki polimerler kondenzasyon reaksiyonu ile büyürler. Bu solden jele geçiş noktasıdır ve çözeltinin viskozitesindeki artış ile belli olur.



Reaksiyon 2. Kondenzasyon reaksiyonları [7-8]



Polimerizasyon işleminde çökteltelerin bir çözücü etkisiyle dağıtılması ile sol hazırlanır. Polimerleşmede kullanılan elektrolitler, taneciklere belli bir yük verir. Yüklemenin nedeni, kolloidal taneciklerin ancak yüklü oldukları zaman kararlı halde bulunmasıdır. Kullanılacak asit miktarı ise ortamın pH değeri ile ayarlanır [6]. Polimerizasyon bir dekoagülasyon olayıdır. (Koagülasyon; kolloidal taneciklerin elektrik yükünün sıfır olması sonucu büyüyerek çökmesidir.) Bir çözelti, negatif yüklü bir kolloidal çözelti oluşturuyorsa, OH^- iyonları ile (bazlarla), pozitif yüklü bir kolloidal çözelti oluşturuyorsa, H^+ iyonları ile (asitlerle) polimerleştirilir. Çözeltiye verilen elektrolit gereğinden az veya çok olursa, peptidleşme meydana gelmez. Yüksek derişimdeki elektrolit, taneleri yüksüz bırakarak peptidleşmeyi önler. Az miktarda kullanıldığında ise verdiği yük yeterli olmayacağından çökelti durumu devam eder [5-6]. Seçilen asit cinsi peptidleşmeyi etkileyen önemli faktörlerden biridir. Asit konsantrasyonu çok düşük olduğunda, elektrik yükü etkisinin sağlanamaz. Bu şart birkaç kuvvetli asidin dışında hemen hemen tüm diğer organik asitlerin sol jel prosesinde kullanımını imkansız kılar.

III. Jelleşme:

Sol içerisinde polimerizasyon ile oluşturulan monomerler bir araya gelerek nanoparçacıkları oluşturmaya başlar [6]. Jelleşme olayı, kolloidal taneciklerin şekilleri ile yakından ilgilidir. Jeli oluşturan moleküller birbirine zayıf veya kuvvetli bağlarla bağlanarak, aralarındaki boşluklarda sıvı bulunan iskelet şeklinde dokular oluştururlar. Bu dokular jel yapısını meydana getirir. Jel oluşumu, hazırlanmış olan solüsyonun için yeterli küçüklükte sol tanelerini oluşturur. Bu tanecikler yüzey yüklerinin elektrokimyasal etkileşimi ile aglomere (topaklanma) olarak ya da bir ağısı yapı meydana getirerek, çöktürülmüş katı tanecikleri jel oluşumunu teşekkül eder. Daha sonra bu ağısı yapıdaki jeller bütün yapıda gitgide yayılarak ve hacimde üç boyuta dağılarak, jel oluşumu tamamlamış olur. [5, 6].

IV. Kalsinasyon ve Sinterleme

Jel kurutulduktan sonra, yoğun seramik malzemesi eldesi için ısıtılardan geçirilir. Jelin yapısına ve oluşum şartlarına göre, ısıtılardan esnasında şu reaksiyonlar meydana gelir: *Tuzların dekompozisyonu, Karbonizasyon veya atık organik yanması, Kimyasal sıvının uzaklaşması, Mikro gözeneklerin kaybolması, Yoğunlaşma.*

Jelleşen yapı her malzeme grubuna göre ergime olmaksızın belli sıcaklıkta ısıtılarak kalsine edilir. Malzemede taneler arası boşluklar azalır. Kalsinasyon ve sinterleme ile malzemenin mekanik özellikleri de artmış olur.

Sol Jel Yönteminin Avantajları ve Dezavantajları

Avantajlar	Dezavantajlar
Yüksek yüzey alanı ve serbest enerjiye sahip katıların daha düşük sıcaklıkta sinterlenmesini sağlar.	Üretilen tozların maliyeti yüksektir.
Metal-alkoksit solüsyonlarının kullanımı ile fiber üretimi gerçekleşir.	Süreç uzundur ve işlem esnasında büzülme miktarı yüksektir.
Sıvı fazdan soğutma ile elde edilemeyen amorf yapıdaki katı cam malzemelerin üretimi gerçekleşir.	İnce gözenekler yapıda yer alabilir.
Cam üzerinde ince SiO_2 ve TiO_2 ($\leq 1\mu$) kaplamaların üretimi gerçekleşir.	Yapıda kalıntı hidroksit, kalıntı karbon oluşabilir [3].
Kontrol edilebilir şekil ve boyutlarda toz üretimi gerçekleşir.	
İkinci fazların ana faz içinde homojen dağılması sağlanır.	

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1 Kullanılan Alet, Cihaz ve Malzemeler

- Tetra Etil Ortho Silikat (TEOS, $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$)
- Amonyum Florit (NH_4F)
- Amonyum Hidroksit (Amonya, NH_4OH)
- Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)
- Saf su

- Polivinil Alkol (PVA)
- Lam ve lamel
- Spin-coating cihazı
- Huni
- Çeker ocak
- Hassas terazi
- Manyetik karıştırıcı ve Manyetik balık
- Pipet pompası, pipet, damlalık ve beherler
- Kaplama için altlık malzemeler, döner tabla ve şerit döküm için ekipmanlar
- Güç kaynağı
- Kalsinasyon ve sinterleme fırını
- Kronometre
- Lazer kaynağı

3.2 Deneyin Yapılışı

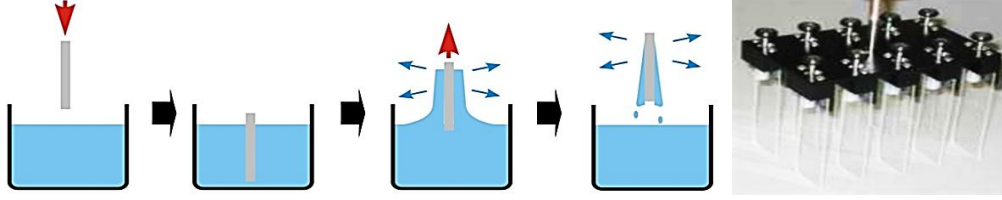
Öncelikle sol üretimi gerçekleştirilir. Solün hazırlanmasında 3 mL TEOS ile 5 mL etanol (çeker ocak içerisinde) beherde manyetik karıştırıcı ve manyetik balık kullanılarak karıştırılır (**I. Solusyon**). (Silisyum esaslı alkoksit TEOS, solunması durumunda ciğerlerde hidrolize olabildiği için karıştırma işleminin hava akımı altında yapılması tavsiye edilir.) Daha sonra 5 mL etanol içerisinde 3 mL su çözülür (**II. Solusyon**). Solün oluşturulması için iki farklı katalizörden oluşan solüsyon (Stok Solusyonu) kullanılır. Stoğun hazırlanması için 1,9 g amonyum florür tuzu (NH_4F) ve 23 mL amonyum hidroksit (NH_4OH) çözeltisi, 100 mL saf suda çözülür. Stok çözeltisinden alınacak 10 damla II. Solüsyona ilave edilir. Son olarak karışmaya devam eden I. Solüsyona, II. Solusyon yavaş bir şekilde ilave edilir. II. Solusyonun ilavesi sırasında, transparant olan I. Solusyon giderek beyazımsı ve opak bir hale gelir. Bu soldeki molekülerin polimerizasyonu sonucunda büyümesi ve nanopartiküllerin oluşması sebebiyledir. Polimerizasyon işlemi sonrasında solüsyona tutulan lazer ışığın bir kısmı nanoparçacıklar tarafından yansıtıldığı için (*Tyndall Effect*) yapı opak (sütümsü) olarak görünür. Solün hazırlanmasında kullanılan TEOS; SiO_2 (silika) kaynağıdır, su alkoksit hidrolizinin başlamasını sağlarken, etanol; TEOS ve suyun karışmasına yardımcı olan solventtir. Hidroliz reaksiyonu sırasında, baz (alkali) esaslı amonyum hidroksit (NH_4OH), katalizör olarak davranarak Si-OH bağlarının oluşumunu hızlandırır. Amonyum florit tuzu, kullanılmaması durumunda da hidroliz işlemi gerçekleşmesine karşın, amonyum floritte bulunan florit iyonu ile reaksiyon hızı daha da artırılır. Polimerizasyon miktarı arttıkça solüsyonun viskozitesi artar. Jelleşme öncesinde sole lam ile daldırılması ve çekilmesi ile daldırma kaplama (dip coating) işlemi gerçekleştirilir. Son olarak kalıba dökülen sol/jel 15 dakika sonunda tamamen jelleşir. Jelin 80°C 24 saat kurutulması (yan ürün olan su veya alkolün uzaklaştırılması) ve 500°C 1 saat kalsinasyonu ile nanoboyutlu SiO_2 tozu elde edilmiş olur. Kalsinasyon işlemi sonunda fırından alınan toz havanda öğütülerek nihai toz ürün elde edilmiş olur. Elde edilen SiO_2 toz numunesi, farklı konsantrasyonlarda homojen şekilde çözünmüş PVA solüsyonuna Triton-X 100 surfaktant ile birlikte eklenir ve iki farklı polimer süspansiyonu hazırlanır (*Süspansiyon*, katı parçacıkların bir sıvı ya da katı matris içinde çözünmeden, heterojen bir şekilde dağılmasıyla oluşan iki veya daha fazla fazlı malzeme sistemidir). Ardından farklı rpm ve sürelerde döndürme ile kaplama yapılır. Elde edilen kaplamaların temas açısı ölçümleri gerçekleştirilir.

Daldırma Kaplama (Dip Coating):

Daldırma yöntemi ile kaplama, alt malzemenin kaplanabilmesi için bir solüsyon içerisine alt malzemenin daldırılması ve *sabit hızda, kontrollü sıcaklıkta ve atmosferik koşullarda* geri çekilmesi işlemidir.

Kaplama kalınlığı; alt malzemeyi geri çekme hızına, alt malzemenin yüzey gerilimine, çözeltinin yoğunluğuna ve viskozitesine bağlıdır.

Daldırma yöntemi ile kaplamanın aşamaları; altlığın çözeltiye daldırılması, altlığın çözeltiden çıkarılması, altlığın yüzeyindeki çözeltiden çözücünün buharlaştırılması.



Şekil 3. Daldırma kaplama basamakları [9].

Döndürme Kaplama (Spin Coating):

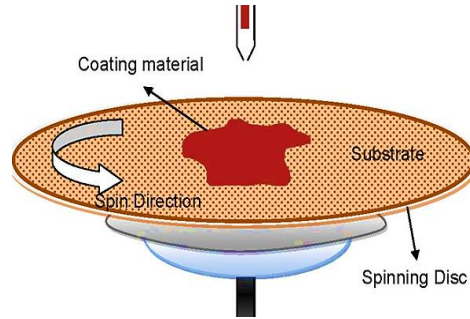
Döndürme Kaplama ince filmlerin üretiminde kullanılmaktadır. Tipik olarak proses bir çözelti damlasının bir altlığın merkezine damlatılması ve sonra altlığın yüksek dönme hızlarında (tipik olarak 3000 dev/dk) döndürülmesi esasına dayanır. Merkezi hızlandırma fazla çözeltinin uzaklaştırılmasına ve kalan çözeltinin ise altlık yüzeyine ince film şeklinde yayılmasına neden olur. Nihai film kalınlığı ve kaplamanın kalitesi:

Çözelti özellikleri: viskozitesine, kuruma hızına, katı oranına ve yüzey gerilimleri ile

İşlem şartlarına: devir, hızlandırma vb. bağlıdır.

Tipik olarak kaplama işlemi üç adımdan oluşur.

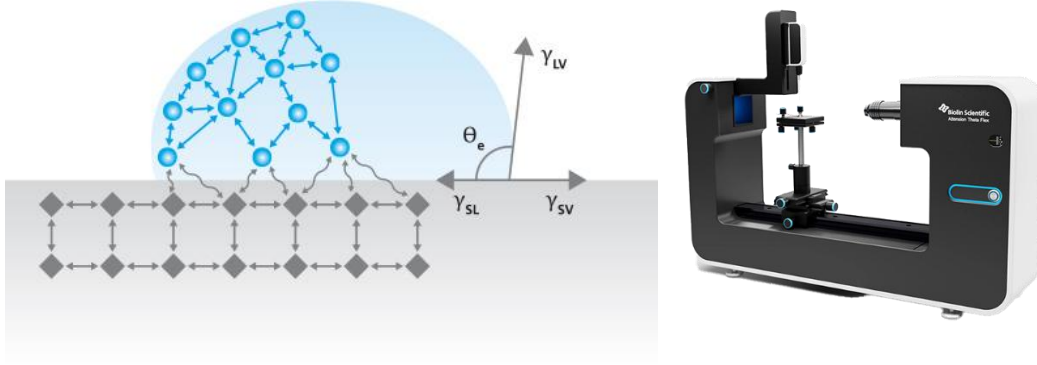
1. Hazırlanan altlık üzerine çözelti damlatılması
2. Yüksek hızlı döndürme ile fazla çözücünün uzaklaşması ve yayılması ve
3. Kurutma ile çözücünün buharlaştırılması sağlanır ve jelleştirme ile kaplama işlemi tamamlanır.



Şekil 4. Döndürme kaplama mekanizması [9].

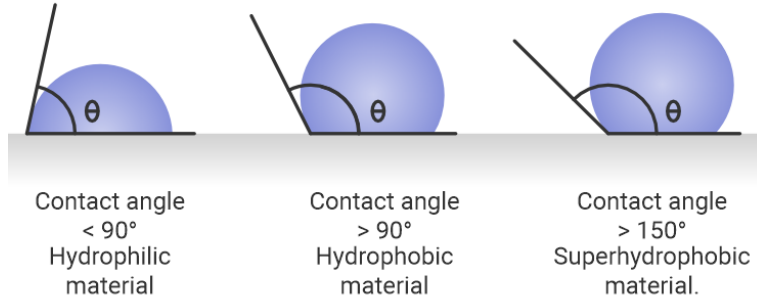
Temas Açısı Ölçümü

Temas açısı (θ), bir sıvının katı bir yüzey üzerindeki ıslanma davranışını karakterize etmek için kullanılan temel parametrelerden biridir. Bu açı, katı, sıvı ve gaz fazlarının bir araya geldiği üçlü faz temas bölgesinde, sıvı damlasının katı yüzeyle oluşturduğu geometrik açı olarak tanımlanır. Katı-sıvı-gaz sistemindeki termodinamik denge, yüzey ve arayüzey gerilimleri arasındaki ilişkiyi tanımlayan **Young denklemi** ile ifade edilmektedir. Young yaklaşımına göre denge durumundaki temas açısı; katı-gaz arayüzey gerilimi (γ_{sv}), katı-sıvı arayüzey gerilimi (γ_{sl}) ve sıvı-gaz arayüzey gerilimi (γ_{lv}) arasındaki kuvvet dengesinin bir sonucudur. Bu parametrelerin birbirleriyle olan ilişkisi, sıvı damlasının katı yüzey üzerindeki denge şeklini ve dolayısıyla Young temas açısı (θ_Y) olarak adlandırılan karakteristik açıyı belirler. Söz konusu geometrik ilişki Şekil 5'de gösterilmektedir [10].



Şekil 5. Young denklemi geometrik şekli ve temas açısı ölçüm cihazı [10].
 $\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta$ **(Young Denklemi)**

Bir yüzeyin ıslanabilirliğini değerlendirmek amacıyla kullanılan en temel deneysel yöntemlerden biri, katı yüzey üzerine bırakılan sıvı damlasının oluşturduğu statik temas açısının belirlenmesidir. Bu ölçüm genellikle optik tensiyometre, temas açısı gonyometresi veya damla şekli analizörü olarak adlandırılan cihazlar kullanılarak gerçekleştirilir [10].

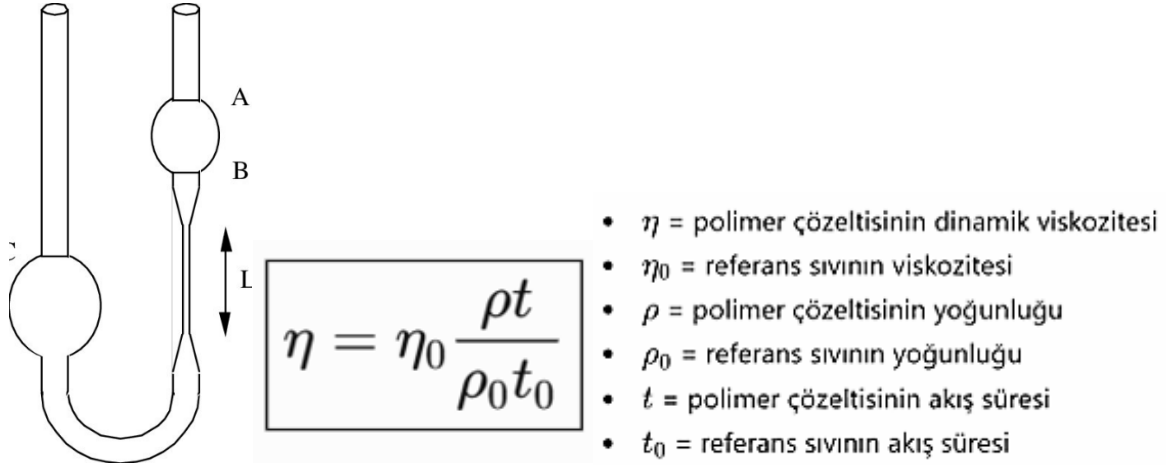


Şekil 6. Temas açısı ölçümüne göre malzemenin hidrofilik-hidrofobik olma kriterleri [11]

Bu deneysel çalışmada, SiO₂ tozlarının PVA içerisine katkılanarak döndürme ile kaplama yapılmış lamaların üzerine damlalık yardımıyla saf su damlatılacak ve temas açısı ölçümü gerçekleştirilecektir. Malzemenin hidrofobik veya hidrofilik olması temas açısına bağlı olarak Şekil 6’da gösterildiği gibi değişmektedir. Hidrofobikliğin temel kuralı mikroskobik pürüzlülüktür. Buna *lotus etkisi* denir. Lotus etkisi, bitkinin suyunun ve kiri iterek kendi kendini temizlemesi durumudur. Özellikle nanomalzemeler ile kaplamalarda su itici yüzeyler, ıslanmayan yağmurluklar, kir tutmayan kumaşlar veya kıyafetler tasarlanabilir. Bu özellikleri sağlayan süperhidrofobik yüzeylere sahip olmalarıdır.

Ostwald Viskozimetresiyle Sıvılarda Vizkozite Ölçümü

İki farklı konsantrasyonda SiO₂ partikülü içeren PVA solüsyonlarının vizkoziteleri Ostwald yöntemiyle ölçülecektir. Ostwald viskozimetresi, sıvıların viskozitesini (akmaya karşı direncini) kılcal bir borudan akış süresini ölçerek başlayan cam bir laboratuvar aletidir. Bu yöntem sayesinde basit, ucuz, az miktarda sıvı numunesi ve hassas sonuçlar elde edilebilmektedir.



Şekil 7. Ostwald vizkozimetresi. A ve B, akış süresinin hesaplandığı aralık; C ise sıvının doldurulması gereken yeri göstermektedir. Ayrıca Ostwald vizkozite formülü ve açıklamaları verilmiştir [12].

Şekil 7’de gösterildiği gibi polimer solüsyonlarının vizkozitesi ölçülürken referans numune olarak saf su kullanılacaktır. Literatürdeki bilgilere göre 25 °C ve yaklaşık atmosferik basınçta (101.325 kPa) sıvı saf su referansı için formülde kullanılacak değerler belirlenmiştir. Buna göre $\rho=997.05 \text{ kg/m}^3$, η veya $\mu=0.8909 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ve $\nu=0.8935 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ değerleri birlikte verilmektedir [12]. Referans numunenin akış süresi doldurulan miktara bağlı olduğundan polimer solüsyonuyla sabit tutulmalıdır. Tüm değerler yerine konduğunda iki farklı toz katkısına sahip polimer solüsyonun vizkoziteleri bulunabilir.

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Kurutma ve kalsinasyon öncesinde jel ürün tartılır. Kurutma ve kalsinasyon sonunda tekrar tartılır. Böylece numunede oluşan ağırlık kaybı, *% Ağırlık Kaybı* olarak hesaplanır. Deney sonunda soldan başlayarak jel üretimi sağlanmalıdır. Daha sonra elde edilen jelin kurutulması ve kalsinasyonu ile oksit esaslı nanotoz elde edilmelidir. Hazırlanan solün daldırma kaplama ve döndürme kaplama teknikleri kullanılarak altlıklar üzerinde SiO₂ film oluşturulmalıdır. Kaplama sırasında farklı yöntemler için etken parametreler (çözelti viskozitesi, kaplama hızı, kaplama süresi vb.) değiştirilerek bu parametrelerin kaplama kalitesine etkisi gözlenmelidir. Deney sonunda öğrenciler aşağıda sıralanan pratik ve teorik çıktıları öğrenmiş olacaklardır:

- Kolloidal sistemler
- Sol Jel tekniğinin temel prensipleri
- Sol Jel kaplamalar
- Kaplama tabakalarının karakterizasyonu
- Sol Jel tekniği ile nano toz sentezi
- Deney sonuç raporunun hazırlanması (teorik bilgi, deneysel çalışma, sonuçlar, referanslar)

5. KAYNAKLAR

- [1] 1.İnternet kaynağı: URL: <http://www.aerogel.org>
- [2] 2.İnternet kaynağı: URL: <http://www.psrc.usm.edu/mauritz/solgel.html>
- [3] 3.Yrd.Doc. Dr. Atilla EVCİN, Sol Jel Prosesleri Ders Notları, www2.aku.edu.tr/~evcin/
- [4] 4.James S. REED, Principles of Ceramics Processing, 2nd edition. 1995. Wiley Publishing, ISBN 978-0-471-59721-6
- [5] Pierro Alain C., 1998, Introduction to Sol Gel Processing.Springer Publishing, ISBN-978-0-7923-8121-1
- [6] John. D. Wright, Nico A. J. M. Sommerdijk, Sol Gel Materials Chemistry and Applications. Taylor and Francis Group, ISBN 978-90-5699-3269
- [7] ODTÜ Laboratuvar “MetE-215 Materials Processing Laboratory” Deney Föyü
- [8] İnternet kaynağı: URL: <https://bilsenbesergil.blogspot.com/p/sol-jel-proses-sol-gel-process.html>
- [9] İnternet kaynağı: URL: https://www.academia.edu/7626491/Sol_jel1
- [10] İnternet kaynağı: URL: <https://www.nanoscience.com/techniques/tensiometry/contact-angle-measurements-and-wettability/>
- [11] İnternet kaynağı: URL: <https://measurlabs.com/methods/contact-angle-measurement/>
- [12] Hackley, V. A., & Ferraris, C. F. (2001). Rheological nomenclature: Guide to rheological nomenclature in ceramic particle systems. National Institute of Standards and Technology.

DENEY 5: CAM DENEYİ

1. DENEYİN AMACI

Cam üretimi deneyinin amacı, cam harmanı hazırlanması, ergitme döküm yöntemi ile cam üretimi, kalıba döküm yöntemi ile camın şekillendirmesidir.

2. TEORİK BİLGİ

2.1. Cam Sektörü

Ürünleriyle inşaat, otomotiv, enerji, beyaz eşya, gıda, içki, meşrubat, ilaç, kozmetik, turizm, mobilya, boru, elektrik ve elektronik gibi birçok sektöre girdi veren cam sektörü temel sanayi alanlarından biri olup; ülke ekonomileri açısından büyük önem taşımaktadır [1]. Global ekonomiye paralel olarak yılda ortalama % 2-4 düzeyinde büyümekte olan cam sektörünün yıllık üretim miktarı yaklaşık 175 milyon ton düzeyinde olup; toplam üretimin bölgelere ve ürün tipine göre miktarsal dağılımı sırasıyla *Çizelge 1*'de görülmektedir [2].

Çizelge 1: Dünya cam üretiminin ürün tipine göre dağılımı.

	Kapasite (Milyon Ton)	Pay %
Düzcam	82	47
Cam Ambalaj	80	46
Cam Ev Eşyası	6	3
Cam Elyaf	6	4
Toplam	175	100

Dünya cam sıralamasında önde giden ülkelerin cam sektöründeki ihracat bilgilerine göre sıralaması *Çizelge 2*'te görülmektedir.

Çizelge 2: Dünya cam üreticileri.

İHRACATÇILAR	2017	2018	2019	2020	2021
DÜNYA	72.062.532	77.621.936	76.757.345	73.754.096	86.817.049
ÇİN	15.850.008	16.859.044	17.905.612	18.344.638	21.550.080
ALMANYA	6.894.165	7.784.553	7.127.434	6.622.554	7.806.736
ABD	5.829.209	5.801.333	5.545.605	4.952.161	5.634.457
FRANSA	3.306.874	3.505.072	3.366.433	3.017.999	3.500.331
HONG KONG	2.686.501	3.077.915	3.121.018	3.287.312	3.258.893
JAPONYA	3.094.292	3.274.672	3.193.822	2.975.579	3.205.925
İTALYA	2.583.372	2.799.079	2.737.149	2.512.824	3.016.349
POLONYA	1.920.084	2.291.601	2.269.277	2.154.602	2.673.887
BELÇİKA	2.137.454	2.366.771	2.307.878	1.966.395	2.514.293
KORE	1.644.706	1.795.144	1.778.227	1.979.276	2.196.190
ÇEK CUMHURİYETİ	1.882.278	1.992.954	1.886.735	1.814.433	2.134.101

Kaynak: International Trade Center, Trade Map

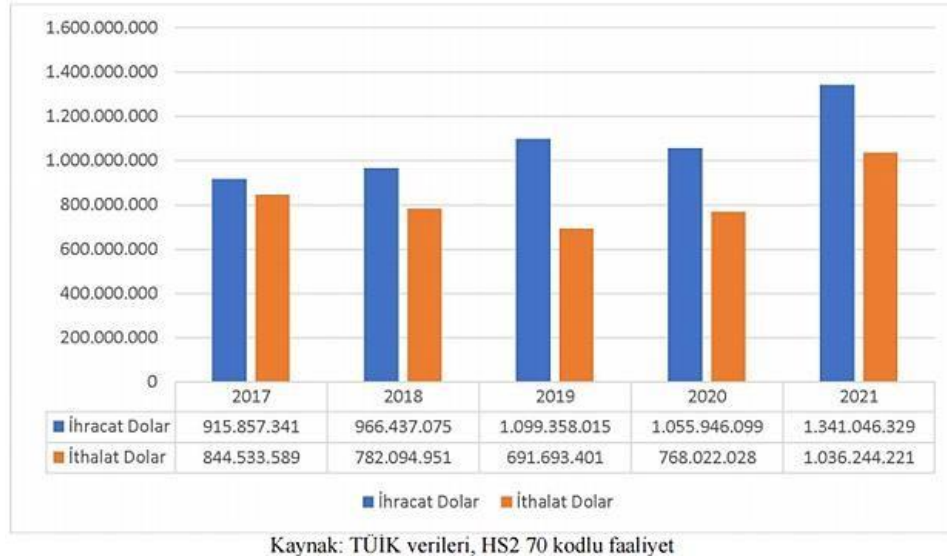
Türkiye’de ise cam sektörü, ülkenin lokomotif sektörlerine girdi veren, ülke ekonomisine

net katma değer yaratan ve sürekli bir büyüme ve gelişme gösteren önemli bir sektördür. Türkiye’de cam sanayinin ana üretim alanları:

- Düzcam (float cam, buzlu cam)
- Cam İşleme (temperli, lamine, kurşuna dayanıklı, ayna, kaplamalı ve beyaz eşya, enerji ve dekorasyona yönelik temperli)
- Cam Ev Eşyası
- Cam Ambalaj
- Cam Elyaf (cam yünü, cam keçe, fitil, iplik, kırılmış demet, vb.)
- Diğer (cam kırığı, cam bilya, cam ampuller, elektrik lambaları, katot ışın tüpleri, camdan iç gövdeler, sinyalizasyon camları ve camdan optik elemanlar, saat ve gözlük camları, cam tuğla, karo, kiremit, mozaik, camdan laboratuvar ve eczane eşyası, cam boncuk vb.) şeklinde özetlenebilir.

Türkiye Cam Sektörünün toplam üretim ve milli gelir katkısı, Türkiye Sanayi Sektörü toplam üretim değerinin yüzde 0.44’ünü oluşturmaktadır. Cam ürünlerinin dış ticaret hacmi ise 2,3 milyar dolar düzeyindedir. Ana cam ürünleri üretiminde çalışan sayısı yaklaşık 12 bin kişi olup, ikincil işlemler ve kayıt altına alınmamış faaliyet alanlarındaki istihdamla birlikte bu rakamın 50 bin düzeyinde olduğu tahmin edilmektedir. Bu da 29 milyonluk işgücünün yaklaşık binde 1’ine karşılık gelmektedir. Sektör sahip olduğu yüksek yerlilik oranıyla ise son on yılda Türkiye’de 7,6 milyar dolar yerli katma değer yaratmıştır (Çizelge 3). [2]

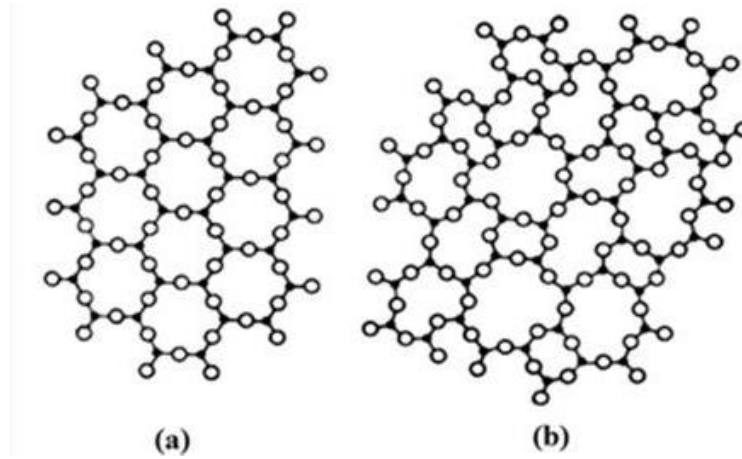
Çizelge 3: Cam ve Cam Ürünleri Dış Ticaret Değerleri [2]



Ülkemiz cam sanayinin üretim kapasitesinin %90’ı Şişecam tarafından karşılanmaktadır. Türk Cam Sanayi, Atatürk’ün İş Bankası’na Türkiye’de cam sanayini kurma ve geliştirme talimatları doğrultusunda, 1935 yılında 3 bin ton kapasiteli ilk cam tesisi olan Paşabahçe Fabrikası’nın kurulması ile başlamıştır. 80 yıllık bir geçmişe sahip olan Türk Cam Sanayi bu sürede gelişmesini ve büyümesini sürdürmüştür. Türkiye’de Şişecam dışındaki başlıca büyük üreticiler: Gural Cam, Marmara Cam, İzocam, Toprak Cam, Schott Orim, Yıldız Cam, Star Grup, Kutaş, Hatipoğlu Cam, Gürsan Cam, Olimpia, Başkent ve Dora Cam’dır [1].

2.2. Cam Malzeme Hakkında Teorik Bilgiler

Camlar; termodinamik olarak kararlılık göstermeyen, yüksek viskoziteye sahip, rijit yapılı, kristalizasyon olmaksızın soğutulmuş amorf malzemelerdir. Camın karakteristik özellikleri: saydamlık, sertlik, kırılgenlik ve kimyasal kararlılık olarak özetlenebilir [4,5]. Kristalin malzemelerin aksine, camların periyodik olarak tekrarlanan düzenli bir yapıları yoktur ve kısa mesafeli düzene sahiptirler (Şekil 1) [3-6].



Şekil 1. a) Kristalin, b) Cam yapının atomal dizilişinin iki boyutlu gösterimi.

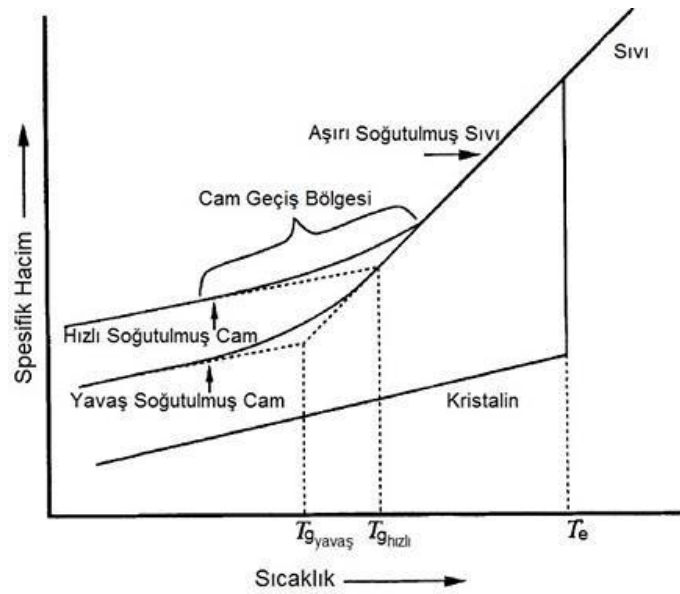
Birçok inorganik element ve bileşikler, uygun sıcaklığa ısıtıldıklarında, viskoziteleri suya yakın olan sıvılar oluştururlar (yaklaşık 10^{-4} – 10^{-3} Pa.s) [7]. Bu sıvılar, donma noktalarına kadar soğutulduklarında hızla kristallenerek katılaşır. Eğer kristallenme hızı yeterince yavaşsa, eriyiği donma noktasının altına kadar kristallenmeden soğutmak mümkün olabilir. Soğudukça viskozitesi artan bu malzemenin mekanik özellikleri elastik bir katınıninkine benzer ve malzeme cam adını alır. Yani, camsı yapının oluşabilmesi için malzemenin ergime sıcaklığının altına hızlı bir şekilde soğutulup aşırı soğumuş sıvının kristalizasyonunun önlenmesi gerekir. Kristalizasyon hızı cam oluşumunu kontrol eden faktördür Camın mekanik özellikleri elastik bir katıya benzerken; yapısal özellikleri viskoz bir sıvınıninki gibidir [3,8].

Cam yapıcılarının Şekil 2’de görülen spesifik hacim- sıcaklık ilişkisi grafiğinde, sıvı eriyiğin soğuma hızına bağlı olarak oluşturduğu cam ve kristalin yapılar gösterilmektedir. Şekil 2’de görüldüğü gibi, soğuma süresince sıvının hacminde düzenli bir azalış meydana gelmektedir. Soğutma hızının az olduğu durumlarda, T_e olarak gösterilen donma noktasında sıvı kristallenir ve hacminde hızlı bir azalış meydana gelir. Yavaş soğutulmuş kristalin hale gelen malzemenin hacmi azalan sıcaklıkla azalmaya devam eder. Soğutma hızının yeterince yüksek olduğu durumda ise, ergime sıcaklığında (T_e) kristalizasyon gerçekleşmez ve cam geçiş sıcaklığına (T_g) ulaşıldığında aşırı soğumuş sıvının spesifik hacim-sıcaklık eğrisinin eğiminde bir değişim meydana gelerek eğim kristalin malzemenin eğimine paralel hale gelir. Cam geçiş ve donma sıcaklıkları arasındaki bölgede aşırı soğutulmuş sıvı olarak adlandırılan malzeme, cam geçiş sıcaklığının altında yaklaşık 10^{12} Pa.s viskozite değerlerine ulaşır ve cam olarak tanımlanır. Kristalin olmayan malzemelerin toplam spesifik hacmi, V , ile işgal ettikleri spesifik hacim, V_O , arasındaki fark olan serbest hacim, V_F , camın düzenli paket yapısına geçebilmesi için

gerekli olan boşluğu ifade eder ve soğutma hızına bağlı olarak değişiklik gösterir [4,5,9].

Cam geçiş sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta bekletilen bir camın hacminde azalma meydana gelmektedir. Camdaki serbest molekül hareketinin durduğu ve camın stabilizasyonunun gerçekleştiği bu bölge cam geçiş bölgesi olarak adlandırılır. Camın daha kararlı hale geçmeye çalıştığı cam geçiş bölgesi boyunca, camların özellikleri belli bir oranda soğutma hızına bağlıdır. Cam geçiş sıcaklığı da soğutma hızı ile orantılı olup; düşük soğutma hızlarında düşüktür [7,10].

Uzun mesafeli düzene sahip olmayan, kararsız yapılar olan camların serbest enerji değerleri düzenli kristalin yapılarınkine göre daha yüksektir. Düzenli ve düzensiz yapı arasındaki serbest enerji farkı camların kristalizasyon reaksiyonlarının itici gücünü oluşturmaktadır. Kristalizasyon hızı cam oluşumunu kontrol eden en önemli faktördür. Bir malzemenin cam geçiş sıcaklığından ilk kristalizasyon sıcaklığına kadar olan bölgeyi kapsayan aralık, cam kararlılık bölgesi olarak adlandırılır ve ΔT ile gösterilir ve soğutma koşullarına bağlı olarak değişim gösterir. Cam malzemenin kullanım alanlarının belirlenmesinde, cam geçiş sıcaklığı ve cam kararlılık bölgesi genişliği önem taşımaktadır [9-11].



Şekil 2. Cam ve kristalin katıların spesifik hacim - sıcaklık değişimi.

Cam üretim adımları şu şekildedir: hammadde seçimi, harman hazırlama (bileşim hesaplama, hassas tartım ve karıştırma), eritme, rafinasyon (ergimeyen kalıntıların ve habbelerin giderilmesi), şartlandırma, şekillendirme (üfleme, float teknolojisi, merdane ile şekillendirme, kalıba döküm, cam çekme, presleme), son işlemler (stres gidermek için ısıtma işlemi, termal temperleme).

Cam üretimi, yüksek saflıkta kimyasallar ya da düşük safiyette mineraller kullanılarak gerçekleştirilebilir. Çok düşük miktarlarda, AR-GE faaliyetleri ve ileri teknoloji optik uygulamalar için üretilen camlar, yüksek safiyetli kimyasallar ile üretilirken; kitlesel üretimi gerçekleştirilen ticari ürünlerin üretiminde mineraller kullanılır. Cam harmanını oluşturan bileşenler görevleri açısından, cam yapıcı, eritici, özellik değiştirici, renklendirici ve saflaştırıcılar şeklinde gruplanabilir.

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1 KULLANILAN CİHAZ VE MALZEMELER

- Kuvars kumu (SiO_2)
- Soda (Na_2CO_3)
- Kireç taşı (CaCO_3)
- Agat Havan
- Spatül
- Maşa
- Yüksek Sıcaklık Eldiveni
- Platin/Kuvars/Alsint Pota
- Hassas Terazî
- Etüv
- Cam Döküm Kalıbı
- Cam Ergitme Fırını
- Tavlama Fırını

3.2 DENEYİN YAPILIŞI

Deneysel çalışmalarda, soda kireç silikat cam üretimi amacıyla teknik kalitede kuvars kumu (SiO_2), soda (Na_2CO_3) ve kireç taşı (CaCO_3) kullanılmaktadır. Na_2O ve CaO hammaddesi olarak kullanılan karbonat bileşenler, ergitme sırasında kalsinasyona uğrayarak oksit hale dönüşmektedir. Çizelge 4'te deneysel çalışmalarda kullanılan oksit bileşenlerin genel özellikleri özetlenmiştir.

Çizelge 4: Deneysel çalışmalarda kullanılan oksit bileşenlerin genel özellikleri

	Molekül Ağırlığı (g)	Yoğunlu k (g/cm^3)	Ergime Sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)
SiO_2	60,08	2,648	1713
Na_2O	61,98	2,27	1132
CaO	56,07	3,34	2613

50g'lık 75SiO_2 - $15\text{Na}_2\text{O}$ - 10CaO % mol bileşimine sahip camın harmanın hazırlanması amacıyla tozlar hassas terazide (10^{-4} g hassasiyette) tartılarak, agat havan içerisinde homojen olarak karıştırıldıktan sonra, pota içerisinde 1400°C sıcaklıktaki fırında 30 dakika bekletilir. Fırından çıkarılan cam eriyik, önceden etüvde ısıtılmış (200°C - 30 dakika) paslanmaz çelik kalıba dökülerek cam üretimi gerçekleştir. Homojenizasyon için bu ergitme/döküm adımı cam kompozisyonuna bağlı olarak iki ya da üç kez tekrar edilebilir. Üretilen camın çatlamasına neden olabilecek iç gerilmelerin giderilmesi amacıyla paslanmaz çelik kalıba dökülen cam, önceden 450°C 'ye ısıtılmış tavlama fırınında 30 dakika bekletildikten sonra fırın içerisinde kontrollü olarak oda sıcaklığına soğutulur.

4. DENEY RAPORUNDA İSTENİLENLER

- Hammadde olarak SiO_2 , Na_2CO_3 ve CaCO_3 kullanılarak 50g'lık 75SiO_2 - $15\text{Na}_2\text{O}$ -

10CaO % mol bileşimine sahip soda kireç cam harmanının hazırlanması amacıyla kullanılması gereken hammadde ağırlıklarını hesaplayınız (MW CO₂: 44,01 g).

- Aşağıda belirtilen ticari soda kireç camın bileşenlerinin cam yapıdaki görevlerini yazınız. SiO₂, Na₂O, Li₂O, K₂O, CaO, MgO, PbO, Al₂O₃, B₂O₃, ZnO, Fe₂O₃, CaF₂, Sb₂O₃, SnO
- Öğretim elemanının belirteceği cam tipinin temel özellikleri ve kullanım alanları hakkında bilgi veriniz.
- Soğutma hızına bağlı olarak amorf ve kristalin yapı oluşumunu açıklayınız.

5. KAYNAKLAR

- [1] T.C. Bilim, Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı, Cam Sektörü Raporu (2012/2).
- [2] T.C. Bilim, Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı, Cam Sektörü Raporu (2021).
- [3] Doremus, R. H. (1973). *Glass science*. New York: Wiley.
- [4] Vogel, W. (1994). *Glass Chemistry*. Berlin: Springer-Verlag.
- [5] Carter, C. B. ve Norton, M. G. (2007). *Ceramic Materials Science and Engineering*. New York: Springer.
- [6] Çelikbilek, M., Ersundu, A. E. ve Aydın, S. (2012). Crystallization kinetics in amorphous materials. In Yitzhak Mastai (Ed.), *Advances in Crystallization Processes*, (Chapter 6, pp. 127-162). Croatia: Intech.
- [7] Shelby J. E. ve Stryland E. W. V. (2005). *Introduction to Glass Science and Technology*. United Kingdom: The Royal Society of Chemistry.
- [8] Rawson, H. (1967). *Inorganic glass-forming systems*, London: Academic Press Inc.
- [9] Allen, S. M. ve Thomas, E. L. (1998). *The Structure of Materials*. Cambridge: MIT Series.
- [10] Jackson, K.A. (2004). *Kinetic Processes: Crystal Growth, Diffusion, and Phase Transitions in Materials*. Weinheim:Wiley-VCH.
- [11] Schmelzer, J. W. P. ve Gutzow, I. S. (2011). *Glasses and the Glass Transition*. Weinheim:Wiley-VCH.

DENEY 6: POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ

1. DENEYİN AMACI

Termoset polimer matrisli ve E-Camı fiber takviyeli kompozit plakaların el yatırması yöntemiyle üretilmesi.

2. TEORİK BİLGİ

2.1. Teorik Ön Bilgiler

Polimerler; karbon, hidrojen, oksijen, azot ve diğer organik ya da inorganik elementler ile oluşturduğu monomer adı verilen, basit yapıdaki moleküllü gruplardaki zayıf bağın kopararak, polimer adı verilen uzun ve zincirli bir yapıya dönüştürülmesi ile elde edilen malzemelerdir.

Polimerler, ısı ve çözücülere karşı gösterdikleri davranış bakımından ana olarak 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 çözünebilirler 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, vinil ester reçineler ve doymamış polyester reçineler en yaygın kullanılan termoset polimerlere örnek gösterilebilir.

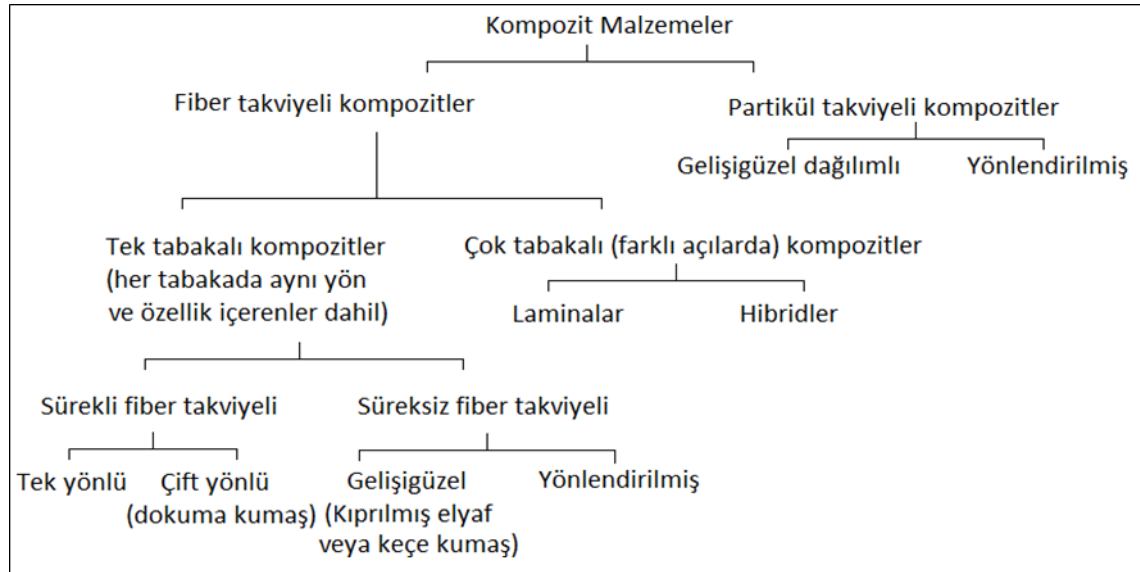
2.2. Deney Prensibi

Birbirinden farklı en az iki malzemenin aralarında bir ara yüzey oluşturarak, kimyasal bağ yapmaksızın oluşturdukları yeni malzeme grubuna kompozit denir. Temel olarak kompozit malzemelerin iki ana bileşeni vardır.

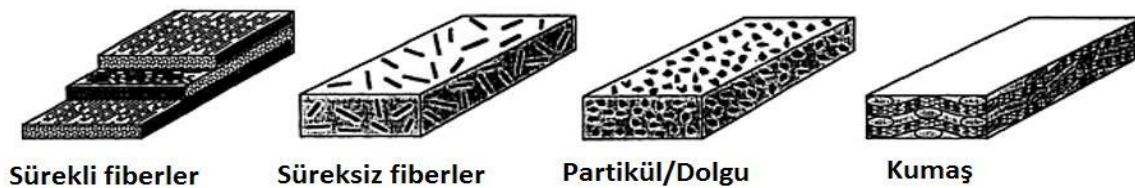
Matris fazı kompozit malzemenin ana bileşenini oluşturur. Temel görevi takviye (fiber) bileşeninin etrafını sararak yapıyı kararlı bir şekilde bir arada tutmaktır. Bir diğer görevi ise, uygulanan herhangi bir kuvveti, tahribata uğramadan, ara yüzey bağı vasıtası ile takviye

fazına iletmek ve dağıtmaktır. İdeal bir matris malzemesi, elyafları uygun şekilde çevreleyerek çok iyi kaplayabilmelidir.

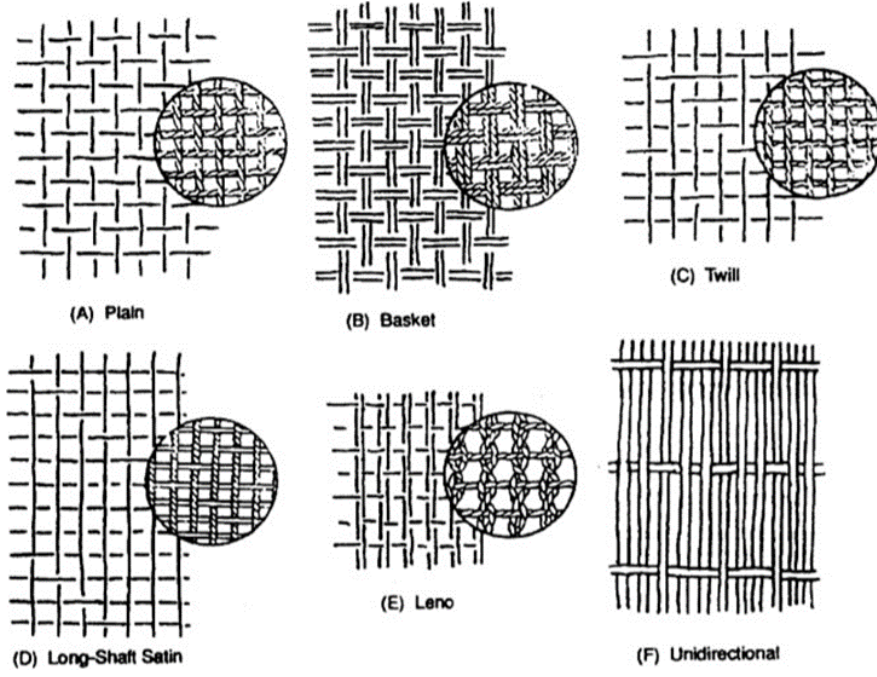
Kompozitlerde yük taşıyıcı ana eleman takviye fiberlerdir. En yaygın kullanılan ve maliyeti en ucuz olan takviye türü cam elyaflardır. Aramid ve karbon elyaflar ise hem mekanik özellikleri hem de maliyeti yüksek olan takviye türleridir. Takviyeler farklı şekillerde de bulunmaktadır. Şekil 1’de kompozitlerin takviye şekil ve dağılımlarına göre sınıflandırılması görülmektedir. Şekil 2’de ise bu türlerin yapı içerisindeki durumları örneklendirilmiştir. Son olarak Şekil 3’te de farklı dokuma türleri gösterilmiştir.



Şekil 1. Kompozitlerin takviye şekil ve dağılımlarına göre sınıflandırılması



Şekil 2. Farklı takviye türleri



Sekil 3. Çeşitli dokuma kumaş türleri

2.2. Kompozit Malzemelerin Matrislerine Göre Gruplandırılması

- **Polimer Matrisli Kompozitler (PMCs):** Günümüzde en yaygın olarak kullanılan kompozit türüdür. Tüm kompozitlerin içinde yaklaşık % 97 kullanım oranına sahiptir. Sürekli veya süreksiz tarzda fiberlerle desteklenebildiği gibi partikül ile de takviyelendirilebilirler.
- **Metal Matrisli Kompozitler (MMCs):** Plastik matrisli kompozitlerinden sonra en çok kullanım alanına sahip gruptur. Genellikle partikül takviyeli olarak kullanılan metal matrisler aşınma dayanımı gerektiren yerlerde kullanılmaktadır. Ayrıca alüminyumdan üretilen bal peteği yapısı da bu grupta yer almaktadır.
- **Seramik Matrisli Kompozitler (CMCs):** Çok yaygın bir kullanıma sahip değildir. Diğer grupların aksine gevrek bir matrise sahiptir. Bu gruptaki kompozitler sünek liflerle takviye edilerek gevrek matrisin tokluğu artırılmaktadır.

2.3. Polimer Matrisli Kompozitler

Polimer matris, sağladığı pek çok avantaj nedeniyle en çok kullanılan kompozit türüdür. Bu yüzden kompozitin özelliklerini öğrenmek için plastiği tanımak önemlidir.

Polimer matris genel olarak iki gruba ayrılır:

a) Termosetler: Epoksi, polyester, vinilester, fenolik reçineler

b) Termoplastikler: PE (polietilen), PP (polipropilen), PS (polistiren), PET (polietilen tereftalat), PBT (polibütilen tereftalat), PA (poliamid), PPS (polifenilen sülfid), PEEK (polieter eter keton)...

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 elyafı ile 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.

İçerdikleri takviyeye göre ise aşağıdaki gibi bir sınıflandırma yapılabilir:

- Plastik-Plastik Kompozitler
- Plastik-Metal Kompozitler
- Plastik-Seramik Kompozitler
- Plastik-Köpük Kompozitler

2.4. Polimer Matrisli Kompozitlerin Üretim Yöntemleri

El Yatırması Metodu: Geniş yüzeyli termoset matrisli kompozit üretimi için en çok kullanılan metottur. Kalıp ayırıcı uygulandıktan sonra jelkot uygulanır. Jelkot tabakasının sertleşmesinden sonra keçe veya dokuma elyaf kumaşlar ve termoset reçine, fırça veya rulo ile uygulanır. Düşük sabit sermaye yatırımı gerektiren bir kalıplama yöntemi olan el yatırması ile %25-35 oranında takviyeli plastik ürün elde edilebilir. Emek-yoğun bir üretim metodu olduğundan kapasite, emek ve kalıp adedine bağlıdır. Bir kalıptan günde ortalama 2 ürün alınabilir.

Püskürtme Metodu: El yatırması metodunun daha seri olarak uygulanmasını sağlayan bir kalıplama metodudur. Üretim sırasında kalıp üzerine reçine ve elyafı özel bir makine yardımı ile püskürtülür. Püskürtme metodunda devamlı elyaf demeti, püskürtme işlemi sırasında 17-50 mm uzunluğunda kırpılarak kullanılır. Geniş yüzeyli ürünlerde seri üretim olanağı ve işçilikten tasarruf sağlar.

Vakum Torbalama ve Otoklav: El yatırması veya püskürtme işleminden sonra kompozitin özelliklerini artırmak için uygulanan yöntemlerdir. Vakum torbalamada kürlenmesi tamamlanmamış reçineli kompozit ürünlerin üzerine çeşitli ayırma kumaşlarının üzerine fazla reçineyi emecek vakum battaniyesi yerleştirilir. En üstte vakum torbası denilen ısıya dayanıklı bir film vakum ağzı takılarak konur ve sızdırmazlık sağlanması için özel macun ile kapatılır. Sistem vakuma alınır ve kürlenme işlemi tamamlanana kadar vakum uygulanmaya devam eder. Fazla reçine üründen geçilerek fiber hacim oranının yükselmesi, kesitin inceliği ağırlığın azalması, boşlukların giderilmesi ve bunların sonucunda mekanik özelliklerin artışı sağlanır. Otoklavda da benzer şekilde kürlenmemiş ürünler vakum torbalama sistemine alınarak vakumlanır. Ardından otoklav fırınlarında ısı ve basınç verilerek kürlenme sağlanır.

Vakum İnfüzyon: Keçe veya dokuma elyaf kumaşlarının üst üste yerleştirilip vakum torbalama sistemine alınır. Ancak vakum torbasında vakum ağzının yanı sıra

reçinenin giriş yapacağı ağızlar açılır. Sistem vakuma alındığından reçine torbanın içine dolmaya başlar ve elyafı ıslatarak kompoziti oluşturur.

Reçine Enjeksiyonu (RTM): Bu üretim metodunda dişi ve erkek olmak üzere iki kalıp kullanılarak iki yüzü düzgün ürün elde edilir. Elyaf kumaşları kalıp üzerine yerleştirilir ve kalıplar kapatılır. Önceden hazırlanmış olan bir reçine enjeksiyon noktasından, basınç altında termoset reçine kalıp içine enjekte edilir. Reçine enjeksiyonu metodu ile daha seri ve ekonomik olarak el yatırmasına oranla daha kaliteli ürün elde edilir.

Hazır Pestil/Hamur Kalıplama (SMC/BMC): Elyaf, reçine ve dolgu malzemesi karışımlarının sıcak pres kalıplarında 150 - 170°C'de, 50 - 120 kgf/cm² basınçta şekillendirilmesi metodudur. Karmaşık şekilli ürünler elde edilebilir. 3-6 dakikalık hızlı ve seri bir metodudur. SMC'de uzun kırpılmış (25 - 50 mm) elyafların dolgu ve reçine ile önceden birleştirilmesiyle oluşan pestil kullanılırken, BMC' de kısa kırpılmış (3 - 12 mm) elyaf, dolgu ve reçine birleşiminin oluşturduğu hamur kullanılmaktadır.

Elyaf Sarma: Özellikle boru ve tank üretimi için kullanılan kalıplama metodudur. Sürekli elyaf demetlerinin termoset reçine banyosundan ıslatıldıktan sonra dönen bir kalıp üzerine belirli açılarda sarılması şeklindedir.

Savurma Döküm: Boru, depo, direk gibi silindirik ürünlerin yapımında kullanılır. Döner bir kalıp içine kırpılmış elyafı ve termoset reçine birlikte püskürtülür. Kalıbın dönmesinden meydana gelen merkezkaç kuvvet laminatın kalıp yüzeyine yapışmasını ve her iki yüzü düzgün ürün elde edilmesini sağlar.

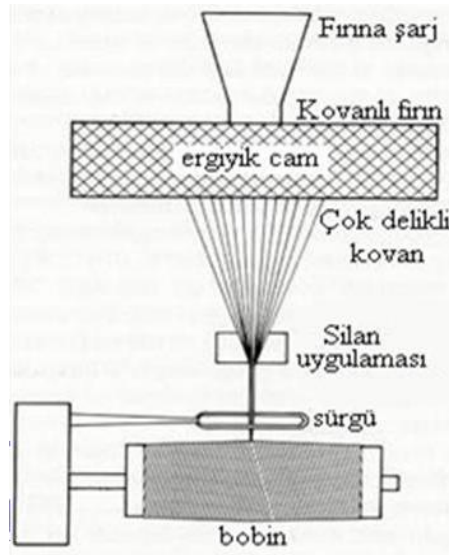
Pultrüzyon: Sürekli elyaf demetlerinin termoset reçine banyosundan geçirildikten sonra istenilen profile bir sıcak kalıp içinden çekilirken sertleştirilmesi prensibine dayanır. Elyaf takviyesi yönünde çok dayanıklı ve cam elyafı oranı çok yüksek profil ürünler elde edilir.

Termoplastik Enjeksiyon/Ekstrüzyon Metodu: Profil türü ürünlerin kalıplanmasında ekstrüzyon makineleri kullanılırken, karmaşık şekilli ürünlerin kalıplanmasında enjeksiyon makineleri kullanılmaktadır. Benzer prensiple çalışan enjeksiyon ve ekstrüzyon makinelerinde, besleme haznesinden verilen granül halindeki termoplastik hammadde ısıtma bölgesinde ısıtılarak akışkan hale getirilmekte ve bir taraftan da kısa kırpılmış elyaf beslenmektedir. Ardından burgu yivleri ile bir taraftan homojen karışım sağlanırken, diğer taraftan çıkış ucuna doğru taşınmaktadır. Ekstrüderlerde, çıkış ucuna yerleştirilen kalıp içinden basınç etkisi ve çekme aparatları yardımı ile kalıp şekline uygun şekilde profiller çekilirken, enjeksiyon makinelerinde çıkış memesinin hemen yanında bulunan kapalı kalıp içine akışkan hale getirilmiş termoplastik ile karıştırılmış kısa kırpılmış elyaf enjekte edilir ve kapalı kalıp içinde soğuması ve sertleşmesi sağlanır.

2.5. Cam Elyaf Üretimi

Cam elyafı, silika, kolemanit, alüminyum oksit, soda, magnezyum oksit gibi geleneksel cam üretim hammaddelerinden üretilmektedir. Hammadde çok ince öğütülerek, homojen bir karışım elde etmek üzere karıştırılır ve yaklaşık 1600°C sıcaklıkta çalışan bir ergitme fırınına beslenir. Burada karışım yavaşça sıvı hale geçer. Prosese uygun olarak yerleştirilmiş bir sarma sistemi ile 50-70 m/sn gibi yüksek bir hız ile daha sonraki uygulama türüne bağlı olarak 5-20 mikron çapında çekilen cam lifleri mandrel üzerine sarılarak bir bobin üzerinde toplanır.

Cam lifleri, demet haline getirilmeden önce, bağlayıcı adı verilen bir kimyasal bileşim ile kaplanır. Bağlayıcı cinsi, kompozit malzeme içinde cam elyafının performansını etkileyen en önemli faktörlerden birisidir. Kompozitin mukavemeti, reçine-cam bağının kuvveti ile orantılıdır. Bu bağın kuvveti, kullanılan bağlayıcı içindeki bağlama gruplarının cinsine bağlıdır. Bağlayıcı, "film oluşturucu", "bağlama grupları", "antistatik katkı", "plastifiyan" "lübrikant" malzemelerin karışımından oluşmaktadır.



Şekil 4. Cam elyaf üretimi

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Kullanılan Malzemeler

- Takviye elemanı: E-camı dokuma ve keçe kumaşı
- Matris malzemesi: Ortofitalik bazlı doymamış polyester reçine
- Reçine hızlandırıcı ajanı (Katalizör): Kobalt oktoat
- Reçine başlatıcı ajanı (Dondurucu): Metil Etil Keton (MEK) Peroksit
- Dozajlama pipetleri (Pasteur Pipetleri)
- Reçine karıştırma kabı

- Karıştırıcı çubuk
- Kalıp
- Katı ve sıvı kalıp ayırıcılar
- Fırça
- Aseton veya tiner
- Plastik eldiven

3.2. Deneyin Yapılışı

1. Kalıba kalıp ayırıcı sürülerek kurumaya bırakılır.
2. Kullanılacak takviye malzemesi kalıba uygun boyutlarda kesilir ve ağırlığı ölçülür.
3. Ölçülen takviye malzemesinin dört katı kadar reçine bir kap içinde gerekli oranlarda önce hızlandırıcı ajanla ardından başlatıcı ajanla karıştırarak hazırlanır. (Hızlandırıcı ve başlatıcıyı birbirleri ile şiddetli kimyasal tepkime verdiğiinden aynı anda konulmamalıdır!)
4. Kuruyan kalıp ayırıcı üzerine bir miktar reçine fırça ile sürülür.
5. Üzerine bir kat takviye kumaş yerleştirilir.
6. Reçine, fırça ile takviye kumaşın üzerine hafif baskı uygulayarak yedirilir.
7. İkinci tabaka takviye kumaş yerleştirilip, işlemler istenilen kalınlığa ulaşınca kadar devam eder.
8. Reçine kürleninceye kadar beklenir.
9. Aseton ile fırça, kap ve pipetler temizlenir.

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

4.1. Deneysel Sonuçlar ve Tartışma(Deney Raporunda İstenilen Bilgiler)

1. Deney öncesinde size anlatılan teorik kısım ile ilgili genel bilgiler veriniz (Kompozit malzemelerin tanımı, sınıflandırılması, çeşitleri ve örnekleri, matris malzemesi olarak kullanılan polimer malzemeler hakkında genel bilgi, çeşitleri, örnekleri, fiber malzemesi olarak kullanılan cam fiberler hakkında genel bilgi, vb.). **[10 Puan]**
2. Deneyde kullanılan malzemeler (Doymamış polyester reçine, kobalt oktoat ve MEK (MetilEtilKeton) Peroksit, E-Camı) ile ilgili detaylı bilgiler veriniz. **[10 Puan]**
3. Deneyin yapılışını detaylı olarak (kronolojik sırayla ve her yapılan işlemin gerçekleştiriliş nedenini açıklayarak) anlatınız. **[40 Puan]**
4. El Yatırması yönteminin ideal uygulanaşı ile deneysel uygulama arasında gözlemlediğiniz fark veya farkları yazınız. Gözlemlediğiniz bu farklılıkların üretilen kompozit malzemede ne gibi olumsuzluklara yol açabileceğini tartışınız. **[30 Puan]**

5. Bu deneyden neler öğrendiğinizi ve deneyin size neler kattığını, deney formatına uygun olarak yazınız. **[10 Puan]**

5. KAYNAKÇA

- [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.
- [5] Autar K. Kaw, Mechanics of Composite Materials, Taylor & Francis Group, 2006.
- [6] Robert M. Jones, Mechanics of Composite Materials (2. Edition), Taylor & Francis, 1999.
- [7] Sanjay K. Mazumdar, Composites Manufacturing: Materials, Product, and Process Engineering, CRC PRESS, 2001.
- [8] Alan Baker, Stuart Dutton, and Donald Kelly, Composite Materials for Aircraft. Structures Second Edition, American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2004.
- [9] Peters, S.T., Handbook of Composites (2nd Edition), Kluwer Academic Publishers, 1998.
- [10] A.R. Horrocks & S.C. Anand, Handbook of Technical Textiles, Woodhead Publishing Limited, 2000.
- [11] Hull, Derek, An Introduction to Composite Materials, The Press Syndicate of the University of Cambridge, 1981
- [12] www.camelyaf.com.

DENEY 7: REDÜKSİYON ELEKTROLİZİ

1. DENEYİN AMACI

Bu deneyde; elektroliz olayının öğrenilmesi, bakırın rafinasyon (saflaştırma) ve redüksiyon (geri kazanım) işlemlerinin öğrenilmesi ve çözeltiye alınmış bakır kullanılarak elektrolitik bakır elde edilmesi amaçlanmaktadır.

2. TEORİK BİLGİLER

Elektrometalurji

Cevher veya metal içeren her çeşit ham madde içindeki metalleri elektrik enerjisinden faydalanmak suretiyle üretmeye “Elektrometalürji” 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.

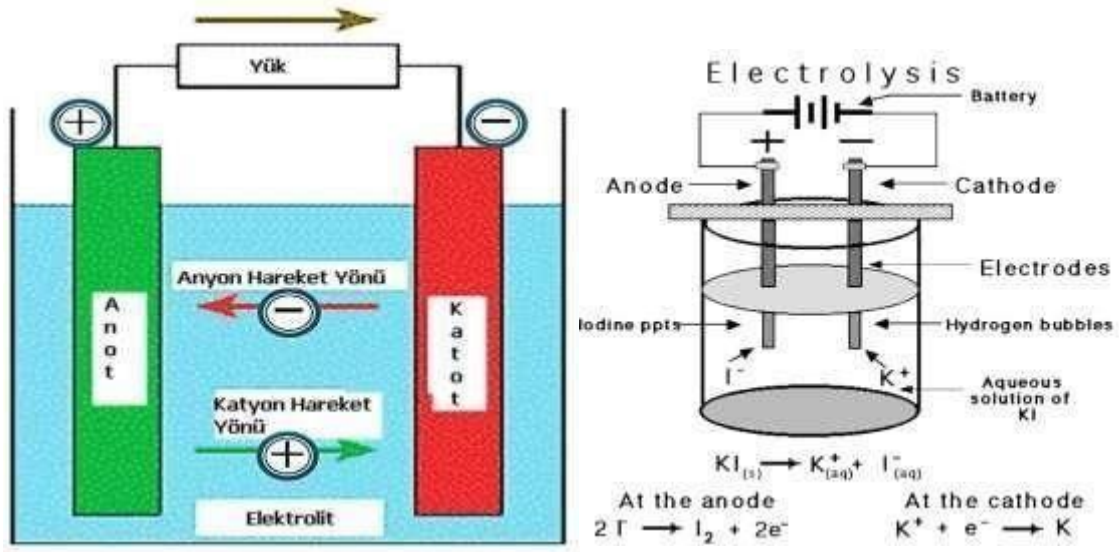
Elektroliz hücresi: Dışarıdan gerilim uygulanarak, elektriksel işin kimyasal işe dönüştürüldüğü hücrelerdir.

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. Aktifliği az olan anyon öncelikle anotta, aktifliği 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 kaynağın 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 çökelir 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 diğer 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)

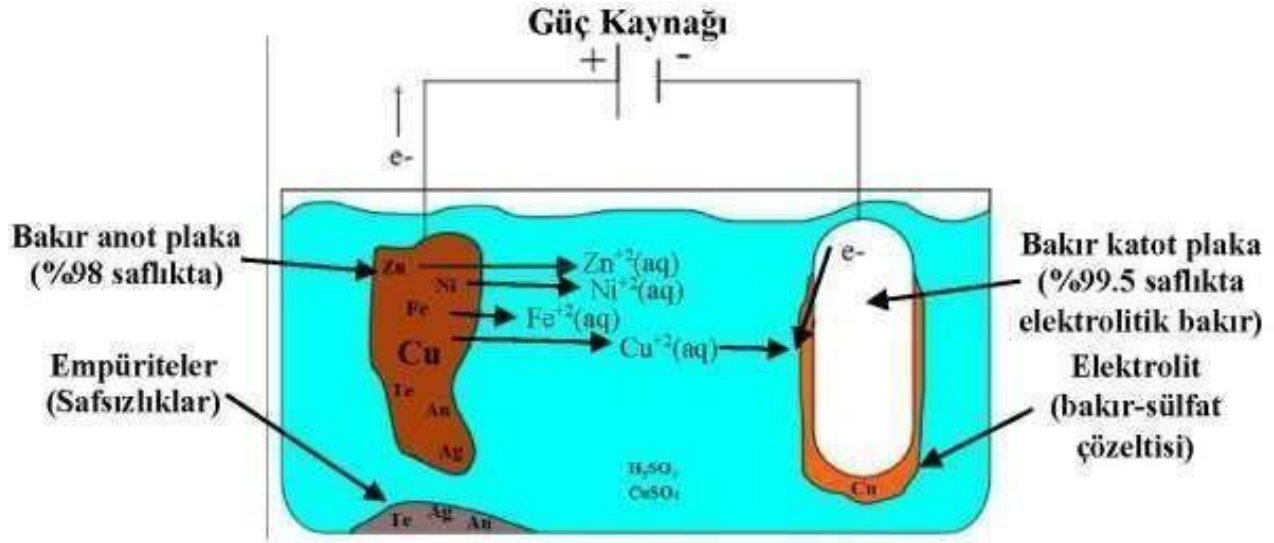
Bakırın saflaştırılması elektrolizinde meydana gelen reaksiyonlar;

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.)



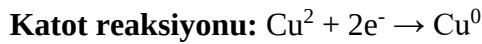
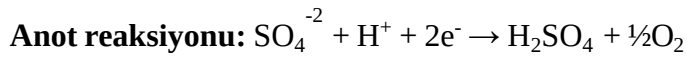
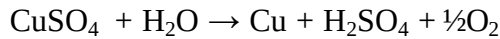
Şekil 9.2 Bakırın saflaştırma elektrolizi

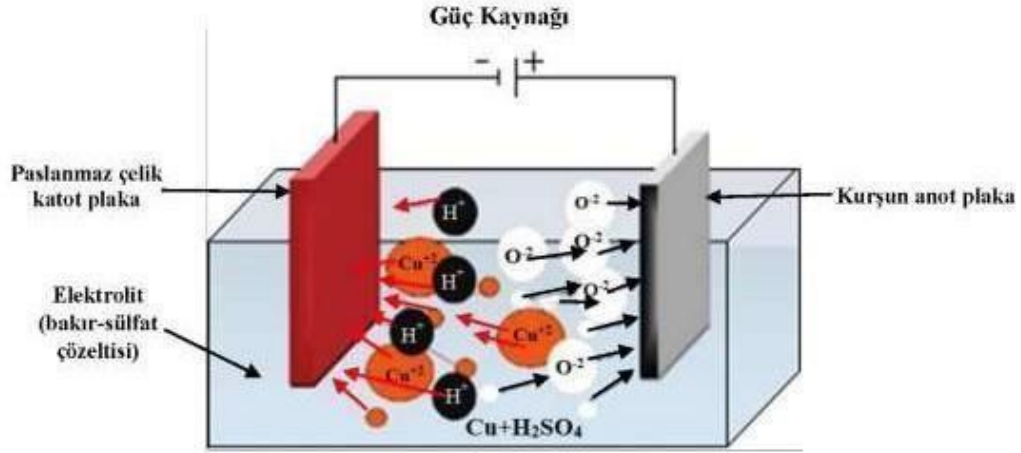
Bu seçeneklerden bakır rafinasyon elektrolizinde enerji tüketimi olmadığı görülür. Ancak anodik ve katodik reaksiyonlar kinetik engelli olduğundan fazla voltajların uygulanması gerekir ve bağlantı yerlerindeki dirençlerden dolayı voltaj düşüşü de göz önüne alınmalıdır.

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;





Şekil 9.3 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 9.1 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 /dk.
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.

3. HESAPLAMALAR

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

$$M_T = (I \cdot t \cdot M_a) / (Z \cdot F) *$$

Bu eşitlikte,

M_T = Elde edilen (katotta biriken) ürün miktarını,

I = Devreden geçirilen akım şiddetini (A),

t = Zamanı (sn),

M_a = 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 (M_T) oranının 100 ile çarpılması sonucunda ise **** β = [(MG / M_T) $\times$ 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, **[(M_T -MG)/ M_T] $\times$ 100] işleminin sonucunda çıkan değere **deneysel % hata payını** vermektedir.**

Örnek Çalışma;

a-Rafinasyon Elektrolizi

Deneye başlamadan önce Tablo 1'deki verileri kullanarak elektrolit sıvısı hazırlandı. Hazırlanan elektrolit behere konuldu. Daha sonra katot levhası alkolle temizlenip kurutuldu ve hassas terazide ağırlığı ölçüldü. Hazırlanan elektrolitin sıcaklığı 65 °C'ye çıkartıldı ve bu sırada manyetik karıştırıcı çalıştırıldı. Katot levhasının elektrolit içindeki

yüzey alanı ölçülerek akım yoğunluğu hesaplandı. Hazırlanan anot ve katot levhalar güç kaynağına bağlanarak hesaplanan akım yoğunluğuna uygun akım verildi. Elektroliz işlemi 15 dakika sürdükten sonra güç kaynağı tam zamanında kapatıldı. Katot plakası elektrolitten çıkartılarak alkolle temizlenip kurulandı ve son ağırlığı hassas terazide ölçüldü. Daha sonra deney süresince elde edilecek teorik bakır miktarı (*) denklemi kullanılarak hesaplandı. Elektroliz verimi hesaplamak için (**) denklemi kullanılarak akım randımanı hesaplandı.

Katot levhanın ilk ağırlığı	61,7583 g
Katot levhanın son ağırlığı	62,0671 g
Biriken bakır miktarı	0,3088 g
Bakırın atom ağırlığı (A)	63,54 g/mol
Bakırın valans sayısı (z)	2
Faraday sabiti (F)	96500
Elektroliz süresi (t)	900 sn

$$Katot alanı = 80 \times 65 = 5200 \text{ mm}^2 = 0,0052 \text{ m}^2$$

$$Katot akım yoğunluğu = \frac{1,05}{0,0052} = 201,92 \text{ A.m}^{-2}$$

$$M_T = \frac{63,54 \cdot 1,05 \cdot 900}{2 \cdot 96500} = 0,3111 \text{ g}$$

$$\beta = \frac{0,3088}{0,3111} \times 100 = \% 99,20$$

b- Redüksiyon Elektrolizi

Rafinasyon elektrolizinde kullanılan elektrolit redüksiyon elektrolizinde kullanıldı. Anot plakası olarak kurşun, katot plakası olarak da çelik levha kullanıldı. Katot plakası alkolle temizlenip kurulandıktan sonra hassas terazide ağırlığı ölçüldü. Daha sonra elektrolit içinde kalacak kısmın yüzey boyutları ölçüldü ve anot pozitif, katot negatif olacak şekilde güç kaynağına bağlandı. Rafinasyon elektrolizine uygulanan akım sabit tutularak voltaj artırıldı. Elektroliz işlemi 15 dakika sürdükten sonra güç kaynağı tam zamanında kapatıldı. Katot plakası çıkartılarak yine alkolle temizlenip kurutulduktan sonra son ağırlığı tartıldı. Daha sonra elektroliz süresince toplanması gereken bakır miktarı (*) denkleminde göre hesaplandı. Elektroliz verimi hesaplamak için (**) denklemi kullanılarak akım randımanı hesaplandı.

Katot levhanın ilk ağırlığı	92,59316 g
Katot levhanın son ağırlığı	92,9137 g
Biriken bakır miktarı	0,3205 g
Bakırın atom ağırlığı (A)	63,54 g/mol
Bakırın valans sayısı (z)	2
Faraday sabiti (F)	96500
Elektroliz süresi (t)	900 sn

$$Katot alanı = 80 \times 65 = 5200 \text{ mm}^2 = 0,0052 \text{ m}^2$$

$$Katot akım yoğunluğu = \frac{1,05}{0,0052} = 201,92 \text{ A.m}^{-2}$$

$$M_T = \frac{63,54 \cdot 1,05 \cdot 900}{2 \cdot 96500} = 0,3111 \text{ g}$$

$$\beta = \frac{0,3205}{0,3111} \times 100 = \% 103,02$$

c-Örnek Yorumlama

Rafinasyon elektrolizi sonucu elde ettiğimiz verim (%99,2) deneyin doğru bir şekilde yapıldığını gösterdi. Ancak redüksiyon elektrolizinde teorik olarak toplanması gereken miktardan daha fazla miktar bakır toplanmıştır. Bunun nedenleri: akım yoğunluğunun tam ayarlanamaması ya da anot ve katot plakalarının birbirine olması gerenden daha yakın olmasından kaynaklanıyor olabilir.

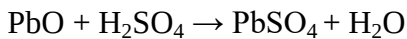
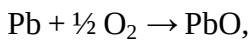
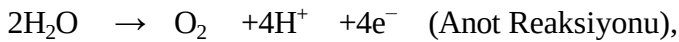
Rafinasyon elektrolizinde kazılan bakır, ateşle rafine edilmiş %98-99 saflıktaki anot plakanın çözünmesiyle elde edilmiştir. Buna karşılık indirgenme yani redüksiyon elektrolizinde ise elektrolit içindeki bakır kazanılmıştır. Rafinasyon elektrolizi ile redüksiyon elektrolizi arasındaki farklardan biri, kullanılan anot plakasıdır. Redüksiyon elektrolizinde kurşun plaka kullanıldı ve kullanılan plakada herhangi bir çözünme olmadı.

Kurşun plaka kullanılmasının nedeni, kurşun direkt olarak çözünmeyen $PbSO_4$ oluşturarak anot yüzeyinde kalır. Anot bakırı fazla miktarda kurşun içerirse oluşan $PbSO_4$ yüzeyi tamamen kaplayarak anodun pasifleşmesine neden olur.

Diğer bir fark, oluşan anot reaksiyonlarıdır. Rafinasyon elektrolizinde anottan çözünen metal iyonları katotta redüklenirken, redüksiyon elektrolizinde çözünmeyen anotlar (genellikle %4 – 6 Sb içeren kurşun alaşımları) kullanıldığından, anot reaksiyonu elektrolitte bulunan bir anyonveya molekülün oksidasyonu ile sağlanmalıdır. Oksidasyon işlemi, sulu çözeltilerde suyun disosiyasyonu sonucu oluşan OH^- iyonunun üstlendiği bir görevdir. Aşağıda rafinasyon ve redüksiyon elektrolizi anot reaksiyonları verilmiştir.

Kurşun bazik bir metal olmasına rağmen; bakır redüksiyon elektrolizinde anot malzemesi olarak kullanılmasının neden ve/veya nedenlerini ilgili reaksiyonlar eşliğinde açıklayınız.

EMF serisine baktığımızda kurşunun hidrojenden daha bazik olduğunu, bakırın ise daha soy olduğunu görebiliriz. Bu basit yaklaşımla da kurşunun bakır redüksiyon elektrolizi esnasında anot olarak kullanıldığı takdirde çözüneceğini söyleyebiliriz. Fakat kurşun, bakır redüksiyon elektrolizinde, suyun parçalanmasıyla ortaya çıkan O_2 ile de PbO ve bu PbO , H_2SO_4 çözeltisiyle $PbSO_4$ bileşimini yapar. Bu bileşikler kurşun anot yüzeyini kaplar ve kararlı bir anot yüzeyi meydana getirir. Bunun sonucunda kurşun çözünmez ve bu sebeple anot malzemesi olarak kullanılır.



4. DENEYDE KULLANILAN MALZEME VE CİHAZLAR

- Elektroliz hücresi,
- Doğru akım güç kaynağı (voltmetre, ampermetre ve bağlantı kabloları),
- Bakır-sülfat ve sülfürik asit çözeltisi
- Nikel sülfat ve nikel klorür
- İnhibitörler
- 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),
- Isıtıcı, 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.

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

5. DENEYİN 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 yapılışı aynı şekilde yürütülür.

6. KAYNAKLAR

- [1] POPOV K.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 Fen Bilimleri Enstitüsü, s. 12, 13, 14, Haziran 2009
- [9] <http://www.corrosion-doctors.org>
- [10] <http://chemed.chem.wisc.edu>
- [11] <http://www.drkcnyzi.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

DENEY 8: CEVHER HAZIRLAMA

1. DENEYİN AMACI

Bu deney kapsamında kırma, öğütme ve boyuta göre ayırma kademelerinin incelenmesi, proses parametrelerinin saptanması ve cevher zenginleştirme işlemlerinden biri olan flotasyon işleminin incelenmesi amaçlanmaktadır.

2. TEORİK BİLGİLER

2.1 CEVHER HAZIRLAMADA GENEL TERİMLER

Cevher: Doğrudan doğruya veya bazı işlemler sonucu zenginleştirilerek endüstride tüketim yeri bulunabilen ve ekonomik değeri olan bir veya birkaç mineralden oluşmuş kayadır. Cevher, metal üretiminin hammaddesini teşkil eder.

Mineral: Mineral doğal şekilde oluşan homojen, belirli kimyasal bileşime sahip ve belirli bir kristal öz yapıları olan inorganik kristalleşmiş katı bir cisimdir.

Konsantre: Cevher hazırlama veya zenginleştirme işlemleri sonucunda oluşan ve ham cevherden ayrıştırılması hedeflenen minerallerin zenginleştirilmesi yöntemiyle elde edilen ürüne denir.

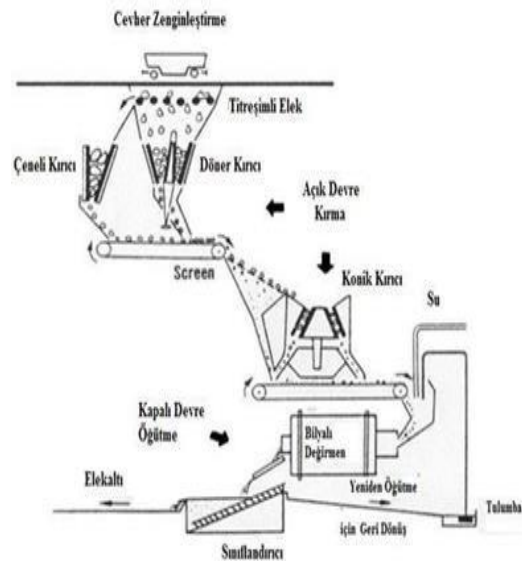
Tenör: Bir cevher içerisindeki metal yüzdesidir.

2.2 CEVHER HAZIRLAMA VE ZENGİNLEŞTİRME

Doğada düşük tenörlü olarak bulunan cevherlerdeki ana metal mineralinin oranının artırılması, cevher hazırlama ya da zenginleştirme işlemleriyle sağlanır. Bu işlemde, ana metal minerali ile gang minerallerinin farklı fiziksel veya kimyasal özelliklerinden yararlanılarak mineraller kısmen birbirinden ayrılır (Şekil 1). Cevher hazırlama, ekonomik ve teknolojik gerekçelerle uygulanan bir süreçtir.

a) Cevher Hazırlamayı Gerektiren Teknolojik Nedenler

Bazı cevherlerin teknolojik olarak üretime uygun hâle gelebilmesi için belirli koşulları (tane boyutu, tenör ve element içeriği) sağlaması gerekir. Örneğin, pik demir üretiminde kullanılacak demir cevherinin tane boyutu 10–100 mm arasında olmalıdır. Bu boyutun elde edilmesi için kırma, öğütme ve sinterleme/peletleme işlemleri uygulanır. Ayrıca, fosfor içeriğinin (%P) ve alkali oksitlerin toplamının (%Na₂O + %K₂O) %0,1'in altında olması gereklidir.



Şekil 1. Cevher zenginleştirme işlemleri

b) Cevher Hazırlamayı Gerektiren Ekonomik Nedenler

Maden ocaklarından çıkarıldığı şekliyle ekonomik olmayan bir cevher, cevher hazırlama işlemleriyle ekonomik hâle getirilebilir. Örneğin, %5 Pb içeren bir cevherden doğrudan kurşun metali üretmek hiçbir zaman ekonomik değildir; ancak cevher hazırlama yöntemleriyle kurşun tenörü %60'a çıkarılarak üretim ekonomik hâle getirilebilir. Benzer şekilde, maden ocaklarından üretildiğinde zaten ekonomik olan bir cevherin de uygun işlemlerle tenör ve

içerik bakımından zenginleştirilmesi, böylece ekonomikliğinin daha da artırılması mümkündür.

2.2.1 CEVHER HAZIRLAMA İŞLEMLERİ

Kırma: Kırıcılar yardımı ile yapılan kaba boyut küçültmedir. Kaba kırma (ortalama 100 mm tane boyutu) ve ince kırma (1-10 mm tane boyutu) olmak üzere iki aşamada uygulanır.

Öğütme: Öğütücüler yardımı ile yapılan ince boyut küçültmedir (0,1 mm tane boyutu altı).

Boyuta Göre Sınıflandırma: Kırma ve öğütme ile serbest hale getirilen cevher tanelerinin boyutlarına veya çökelme hızlarına göre fraksiyonlara ayrıldığı aşamadır.

Zenginleştirme: Minerallerin yoğunluk, manyetik, elektriksel ve yüzey özelliklerinden yararlanılarak kısmen birbirinden ayrıştırılmasıdır.

2.2.1. 1 Kırma

Kırma, boyut küçültme işleminin ilk aşamasıdır. Cevherin içerdiği farklı minerallerin birini diğerinden serbest hale getirerek, prosese veya kullanım amacına uygun boyut ve yüzey alanı sağlamak amacı ile gerçekleştirilir.

Kırmada uygulanan kuvvetler; darbe, sıkıştırma veya ezme, kesme ve sürtünme kuvvetleridir. Kırma işlemi için kullanılan cihazlar kırıcı olarak adlandırılır. Çok çeşitli şekil, yapı ve boyutlarda makineler cevher hazırlama işlemlerinde kullanılmaktadır. Kırma 200-0,5 cm arasındaki tane boyutlarına uygulanmaktadır. 200-10 cm arasında yapılan kırmaya iri kırma; 10-0,5 cm arasında yapılan kırmaya ise ince kırma adı verilmektedir. Çeneli, konili ve çekiçli kırıcılar cevher hazırlama tesislerinde en yaygın olarak kullanılan kırıcı tipleridir.

İstenilen boyuta kırılmış malzemenin kırma devrelerinden alınması ya da malzemenin boyuta göre sınıflandırılmasında; uygulanan prosese, cevherin yapısına, boyutuna, fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre değişik elekler kullanılır. Bunlar; elek yüzeyinin yapısına göre saç, tel örgülü ve paralel çubuklu elekler; çalışma şekline göre hareketsiz (sabit ızgara ve sabit kavisli elek) ve hareketli (hareketli ızgara, döner elekler, sallantılı elekler ve titreşimli elekler) olarak sınıflandırılmaktadır.

2.2.1.2 Öğütme

Öğütme, kırma sonrası boyut küçültme işleminin son aşamasıdır. Cevherin içerdiği farklı minerallerin birini diğerinden serbest hale getirmek, prosese uygun boyut ya da yüzey alanı veya kullanım amacına uygun boyut sağlamak amacı ile yapılmaktadır. Öğütmede uygulanan kuvvetler; darbe, sıkıştırma veya ezme, kesme ve sürtünme kuvvetleridir.

Öğütme işlemi için kullanılan cihazlar değirmen olarak adlandırılır. Değirmenler, öğütülecek cevhere ve öğütme sonrası istenilen ürünün boyutuna göre seçilir. Bilyalı ve çubuklu değirmenler cevher hazırlama tesislerinde en yaygın olarak kullanılanlarıdır. Öğütme, prosesin akışına ve cevherin durumuna göre yaş ya da kuru olarak yapılır. Öğütme şekline göre, sistemdeki sınıflandırıcı ve diğer proses makineleri seçilir. Kuru öğütme, yaş öğütme ile karşılaştırıldığında yaklaşık 1,3 kat daha fazla güç gerektirir.

2.2.1.3 Boyuta Göre Sınıflandırma

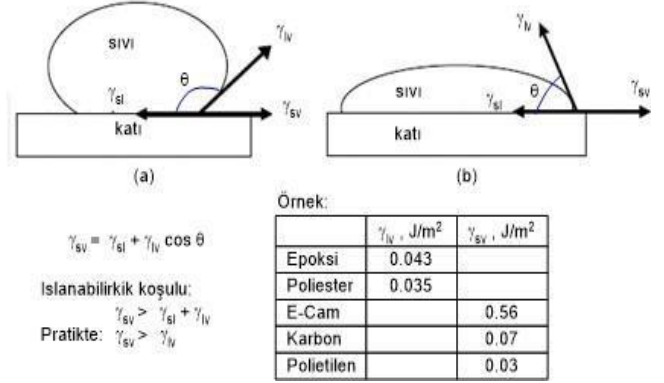
İstenilen boyuta öğütülmüş malzemenin öğütme devrelerinden alınması ya da malzemenin boyutuna göre sınıflandırılmasında eleklerin yanı sıra; uygulanan prosese, cevherin yapısına, boyutuna, fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre değişik sınıflandırıcılar kullanılır. Bunlar; hidrosiklonlar, mekanik sınıflandırıcılar (spiral sınıflandırıcılar, taraklı sınıflandırıcılar, katı merkezkaç sınıflandırıcılar), havalı sınıflandırıcılar olarak bilinmektedirler. Eleme katı bir malzeme karışımını elekler kullanarak farklı boyutlardaki bileşenlerine ayırma işlemidir. Eleme işleminde kullanılan elekler büyüklüklerine göre sınıflandırılırken "mesh numarası" kavramı kullanılır. Mesh numarası bir elekte birim alan (in^2 veya mm^2) başına düşen delik sayısını göstermektedir. Eleme ile elek altı ve elek üstü olmak üzere iki ürün elde edilir. Endüstriyel elekler elemanın yapıldığı yüzeyin sabit veya hareketli olmasına göre "sabit elekler" ve "hareketli elekler" olmak üzere iki ana bölüme ayrılır. Sabit eleklerin en basit şekli ızgaralardır. ızgaralar büyük boyutlu malzemelere en uygun olan tiptir. Genellikle eğik olarak yapılırlar ve üzerlerindeki malzemenin aşağı doğru inerken ızgara aralıklarından düşen parçaların ızgara üstünde kalandan ayrılmasını sağlarlar. Hareketli eleklerde tıkanmayı azaltmak amacıyla ızgaralara çeşitli hareketler verilmektedir. Bu hareketler ile malzeme hem bir yöne doğru itilir hem de eleme kolaylaştırılmış olur.

2.2.2 FLOTASYON

Flotasyonun kelime anlamı yüzdürmektir. Cevher hazırlamada ise flotasyon, bir cevherin içindeki çeşitli minerallerden bazılarını su yüzüne çıkararak suyun dibinde kalan diğer minerallerden ayırma yöntemidir. Bu işlemde minerallerin yüzey özelliklerindeki farklılıklardan yararlanılarak ayırma yapılır.

Partiküllerin ıslanabilmesi, flotasyon, aglomerasyon, katı-sıvı ayırımı ve tozun bastırılması gibi pek çok teknolojik prosesi etkileyen önemli parametrelerden biri olduğu bilinmektedir. Katı, sıvı ve gaz fazlarından oluşan flotasyon sisteminde katı faz, sıvıya göre gaz fazını tercih ediyorsa, katıya sıvıyı sevmeyen (hidrofobik), gazı göre sıvı fazı tercih ediyorsa, sıvıyı seven (hidrofilik) denir. Hidrofobik mineraller düşük yüzey enerjili minerallerdir (kömür, grafit, kükürt, talk vb.). Katıların ıslanabilirliği/hidrofobluğu ve yüzebilirliği katı-su ve katı-su buharı ara yüzeyleri, kimyasal bağlar, bulk özellikleri, katıların kristal yapısı ve katının su ile reaksiyona girebilmesi gibi özellikler açısından incelenmiştir. Katı, sıvı ve hava üçlü sisteminde yüksek temas açısı (θ) katının sıvı tarafından ıslatılmasının minimum olduğu anlamına gelir. Katı, sıvı, hava üçlü sistemindeki kuvvetler **Şekil 2**'de görüldüğü gibidir. Üçlü fazın dengede olduğu durum Young Eşitliği ile ifade edilmektedir. Minerallerin veya katıların ıslanma ve yüzebilme karakterlerini deneysel ve ampirik olmak üzere pek çok yöntemle tayin etmek mümkündür. Bu tekniklerden elde edilen sayısal değere sahip parametre "kritik ıslanma yüzey gerilimi, γ_c 'dir. Bu γ_c değerinden düşük sıvı yüzeygerilimlerinde mineral bu çözelti tarafından tamamıyla ıslanmak suretiyle hidrofobluk veya yüzebilirlik özelliğini kaybeder. İyi bir temas açısının (katı-sıvı-hava ara yüzeyleri arasında), yani $\theta > 0$ olması için kullanılan sıvının yüzey geriliminin (γ_{SH}) mineralin γ_c değerinden büyük olması gerekmektedir. Bu da flotasyonun başarılı olmasını gerektiren koşullardan birincisidir.

Düşük yüzey enerjili mineraller ($\gamma_c < 72$ din/cm), Kritik Islanma Yüzey Enerjilerinden (γ_c) daha düşük yüzey enerjili sıvılar tarafından ıslatılırlar. Flotasyon sisteminde iki katının selektif olarak ayrılması katılardan birinin flotasyon çözeltisi tarafından kısmen ıslatılırken veya hiç ıslanmazken diğer katının çözelti tarafından tamamen ıslatılmasına dayanır ($\theta=0$ hali). Kısmen ıslanan katı, hava kabarcığına tutunarak yüzer. Minerallerin veya katıların hidrofobluğunu, dolayısı ile ıslanmadığını ve iyi flotasyonu tayin eden γ_c değerinin eldesi için kullanılan birçok teknikten en çok kullanılan iki tanesi "temas açısı ölçümü yöntemi" ve "flotasyon yöntemidir". Flotasyonun cevher hazırlamada uygulama alanları; Metalik cevherlerin flotasyonu, Metalik olmayan cevherlerin flotasyonu, Katı yakıtların temizlenmesidir.



Şekil 2. Katı, sıvı, hava üçlü sistemindeki kuvvetler ve Young Eşitliği.

Flotasyonun avantajları; çok ince taneli cevherlerin zenginleştirilebilmesi, kompleks cevherlerin zenginleştirilmesi, sonuç ürün tenörünün istenildiği gibi kontrol edilmesi ve minerallerin yoğunluk farkının önemli olmamasıdır. Flotasyonun dezavantajları ise; gravite ve manyetik ayırma yöntemlerine göre pahalı olması, bazen cevheri aşırı öğütmek gerektiği için şlamda metal kaybının fazla olması nedeniyle öğütme giderlerinin artması ve çevre kirliliğine neden olmasıdır.

2.2.2.1. Flotasyonda Kullanılan Reaktifler

Flotasyonda istenilen minerali veya minerallerin yüzdürülmesi veya bastırılması amacıyla flotasyon ortamına çeşitli reaktifler eklenir. Bu reaktifleri aşağıdaki gibi sıralamak mümkündür.

Kollektörler (Toplayıcılar): Yüzdürülmesi istenen mineral veya minerallerin yüzeylerine adsorplanmak suretiyle yüzey özelliklerini değiştirerek onlara hidrofobik (suyu sevmeyen) özellik kazandıran kimyasal maddelerdir.

Köpürtücüler: Flotasyon devrelerinde özel olarak köpük meydana getiren kimyasal maddelerdir. Köpükleştiricilerin temel hedefi yeterli hacim ve dayanıklılıkta bir köpük oluşturabilmektir. Flotasyon hücresinden çıktıktan sonra ise kolayca patlayabilmelidir.

Kontrol Reaktifleri: Flotasyon şartlarını ayarlamakta kullanılan reaktiflerdir.

i) Bastırıcı Reaktifler: Flotasyonda yüzmesi istenmeyen mineral veya minerallerin bastırılması amacıyla kullanılan reaktiflerdir. Bu reaktifler mineral yüzeyine kollektör adsorpsiyonunu azaltırlar.

ii) Aktifleştirici (Canlandırıcı) Reaktifler: Mineral veya minerallerin yüzeylerine kollektör adsorpsiyonunu arttıran reaktiflerdir.

iii) Diğer Kontrol Reaktifleri: Bu gruptaki reaktifler; suyun sertliğini gideren, flotasyona zararlı iyonları bağlayan, pülp içinde bazı minerallerin flokülasyonunu ve bazı minerallerin de dispersiyonunu sağlayan reaktiflerdir.

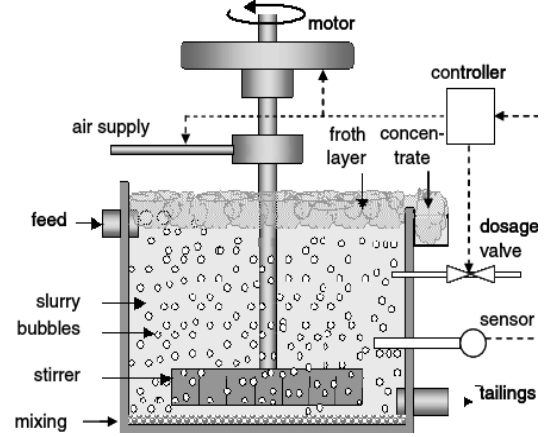
2.2.2.2. Flotasyon Makineleri

Flotasyon makineleri genellikle seri halinde birbirini takip eden hücrelerden (selül) oluşmuştur. Her hücre bir evvelki hücrenin artığını alarak flotasyon işlemine tabi tutar. Her hücre arasında

artığın geçebilmesi için bir bağlantı veya ara yerlerinde de artık akış plakası bulunur. Hücre içindeki pülpe hava girişi ve pülpün karıştırılması için üç şekilde gerçekleşir;

- Kendi kendine havalandırılmalı mekanik hücre (Ajitasyon)
- Hava üfleli mekanik karıştırılmalı hücre (Sub-aerasyon)
- Hava üfleli, hava ile karıştırılmalı hücre (Pnömatik)

Bu özellikler, değişik tipteki hücrelerin yapımında esas alınmaktadır. Günümüzde endüstride en çok kullanılan hücre tipleri Denver (Şekil 3), Fagergren, Humbold, Massco gibi firmaların imal ettiği kendi kendine havalandırılmalı mekanik hücre tipleridir.



Şekil 3. Denver flotasyon makinesi

3. DENEYDE KULLANILAN MALZEME VE CİHAZLAR

- Çeşitli Kırıcı ve Öğütücüler
- Elekler ve Eleme Cihazı
- Denver Flotasyon Makinesi
- Pipet, Piset, Emaye Kaplar
- Hassas Terazî
- Reaktifler (Toplayıcı, Köpürtücü)
- Galen Cevheri

4. DENEYİN YAPILIŞI

4.1 Cevher Hazırlama Deneyi

- Parçacık boyut dağılımı incelenecek galen cevheri tartılır ve ağırlığı kaydedilir. Tartılan karışım gezegen tipi öğütücü cihaza yerleştirilir ve 10 dakika süreyle yüksek enerjili öğütme işlemi gerçekleştirilir. Öğütülen parçacıklar öğütücüden çıkarıldıktan sonra tekrar tartılır ve ağırlıkları kaydedilir.
- Elekler, mesh numaralarına göre büyükten küçüğe doğru üst üste sıralanır ve eleme cihazına yerleştirilir. Ardından elek setinin en üstündeki eleğe öğütülmüş olan cevher beslenir.
- Elek setinin vidaları sıkıştırılır ve cihaz on dakika süreyle çalıştırarak, eleme işlemi gerçekleştirilir.
- Elek seti makinadan alınarak, her elekte kalan malzeme miktarı ve toplam elenmiş madde miktarı **Tablo 1**'e kaydedilir.

4.2 Flotasyon Deneyi

- 200 µm tane boyutundaki 200 g galen cevheri tartılıp, flotasyon selülünün

hacmine bağı olarak %20 katı oranı olacak şekilde ayarlanır. Selül, flotasyon makinesine yerleştirilerek makine çalıştırılır ve 5 dakika boyunca karıştırma işlemi gerçekleştirilir.

- Galen cevheri için kullanılan uygun kollektör, pülpe 1-2 damla eklenir ve karıştırma işlemine 5 dakika daha devam edilir.
- Yüzeyleri hidrofobik hale gelmiş minerallerin yüzdürülmesi için ortama köpük oluşumunu sağlayan köpük yapıcı, 1 damla eklenir. Köpük yapıcı eklendikten sonra 1-2 dakika daha karıştırılır.
- Yüzeyi hidrofobik hale gelmiş olan mineraller köpük halinde yüzeyde toplanırlar. Köpükler yüzeyden sıyrılarak ayrı bir kaba aktarılır ve konsantre elde edilir.
- Elde edilen konsantreye etüvde 105 °C’de kurutma işlemi uygulanır. Kurutulan konsantrenin ağırlığı hassas terazi ile belirlenir.

5. İSTENENLER VE ÖDEVLER

1. Deneyin amacı ve yapılışını yazınız **(10 puan)**.
2. Her bir elek analizinin sonuçlarını **Tablo 1’e** kaydediniz **(25 puan)**.
3. Yapılan elek analizlerinden faydalanarak giriş ve çıkış ürünlerinin elek analizi çizelgelerini oluşturunuz, toplam elek altı ile toplam elek üstü eğrilerini çizin ve doğruların kesişim noktasından ortalama tane boyutunu tespit ediniz **(25 puan)**.
4. Teorik ortalama tane boyutunu **Denklem 1** ile hesaplayıp, doğruların kesişim noktasından bulunan ve teorik olarak hesaplanan ortalama tane boyutlarını kıyaslayınız **(20 puan)**.
5. Flotasyon öncesi öğütülmüş cevher ile flotasyon sonrası konsantre ve artık ağırlıklarını belirleyerek zenginleştirme oranını (Z) hesaplayınız (Z=Beslenen Cevher/Konsantre) **(20 puan)**.

$$\frac{\sum(X.M)}{100} \quad (X=\text{Elek açıklığı veya çapı, } M = \% \text{ tane sınıf ağırlığı}) \quad (1)$$

Tablo 1: Elek analizi verileri ve hesaplamaları.

Elek çapı (mm)	Ağırlık		Kümülatif Elek üstü (%)	Kümülatif Elek altı (%)
	g	%		
Toplam				

6. KAYNAKLAR

- [1]** Yiğit E., Cevher Hazırlama I, II ders notları, ZKÜ Yayını
- [2]** KAYTAZ Y., “Cevher Hazırlama”, İTÜ Maden Fakültesi, 1990
- [3]** ERGUNALP F. “Cevher hazırlama prensipleri” , İTÜ Yayınları, 1959
- [4]** Zeki ÇİZMECİOĞLU, Üretim Metalürjisi Prensipleri Ders Notları, YTÜ, 2008.

DENEY 9: 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

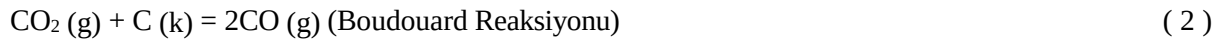
Demir çelik sektörü, demir cevherinin yüksek fırınlarda veya hurdanın ark ocaklarında ergitilmesiyle elde edilen slab ve kütüğün farklı işlemlerden geçirilerek istenilen kimyasal ve fiziksel özelliklere sahip mamuller üreten bir sektördür. Demir-çelik sektörü inşaat, altyapı, otomotiv, beyaz eşya ve 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].

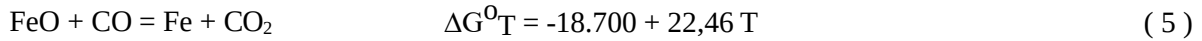
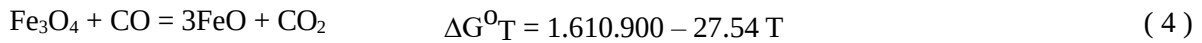
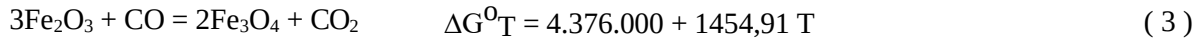
Sünger demir üretiminde hammadde olarak demir cevheri peleti kullanımına sıkça rastlanmaktadır. Peletler, aglomerasyon ve sertleştirme yoluyla demir yönünden zengin ince taneli mineraller olarak elde edilen endüstriyel şarj malzemeleridir. Peletlerin diğer şarj elemanlarından daha yüksek maliyete sahip 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 redüklenbilme özellikleri olarak özetlenebilir. Ayrıca yüksek fırında pelet kullanımı, kok tüketiminin azaltılması, cüruf miktarının azalması, üretim hızının artışı gibi olumlu sonuçların alınmasını sağlamaktadır [9].

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 CO₂ gazının yüksek ortam sıcaklığında kararsız olması nedeni ile (bkz. Ellingham Diyagramı) karbonla tekrar reaksiyona girmesi sonucu oluşan indirgeyici CO gazıyla gerçekleştirilir.



Hematitin, CO/CO₂ gaz karışımıyla demire indirgenme reaksiyonları ve ve reaksiyonlara ait standart serbest enerji değişiminin 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.

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

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

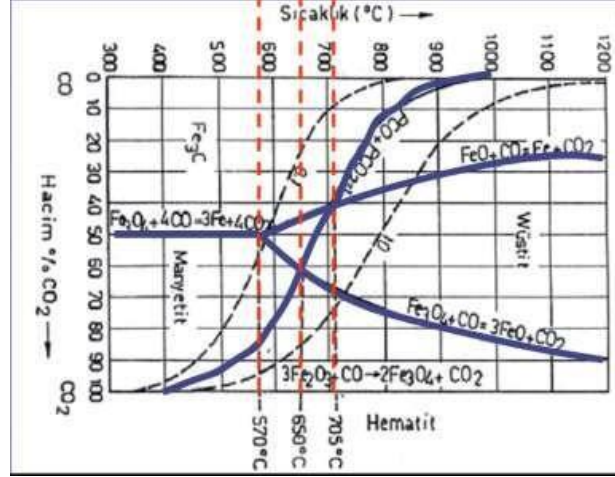
$$K_p = \frac{a_{Fe_3O_4}^2 \cdot P_{CO_2}}{a_{Fe_2O_3}^3 \cdot P_{CO}} \quad (8)$$

Fe₃O₄ ve Fe₂O₃ saf kabul edildiğinde aktiviteleri “1”e eşittir. Bu durumda;

$$\Delta G^0 = -RT \ln \frac{P_{CO_2}}{P_{CO}} = RT \ln \frac{P_{CO}}{P_{CO_2}} \quad (9)$$

Buradan T₁ sıcaklığında indirgenme reaksiyonlarını dengede tutan $\left(\frac{P_{CO}}{P_{CO_2}}\right)$ oranı hesaplanabilir. İndirgenme için temel termodinamik şart $\Delta G_T < 0$ olması ve ortamın $\left(\frac{P_{CO}}{P_{CO_2}}\right)$ oranının denge $\left(\frac{P_{CO}}{P_{CO_2}}\right)$

oranından büyük olmasıdır. (2) ve (9) no'lu reaksiyonlardan yararlanılarak çizilen Baur-Glaessner diyagramı ve Boudouard eğrileri **Şekil 2.1**'de gösterilmektedir.



Şekil 2.1 Bauer-Glaessner diyagramı ve Boudouard eğrileri.

Şekil 2.1'e göre $P_{CO} + P_{CO_2} = 1$ 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 $P_{CO} + P_{CO_2}$ basıncı yükseldikçe demir oksitlerin indirgenme sıcaklığının arttığı görülmektedir [4-6].

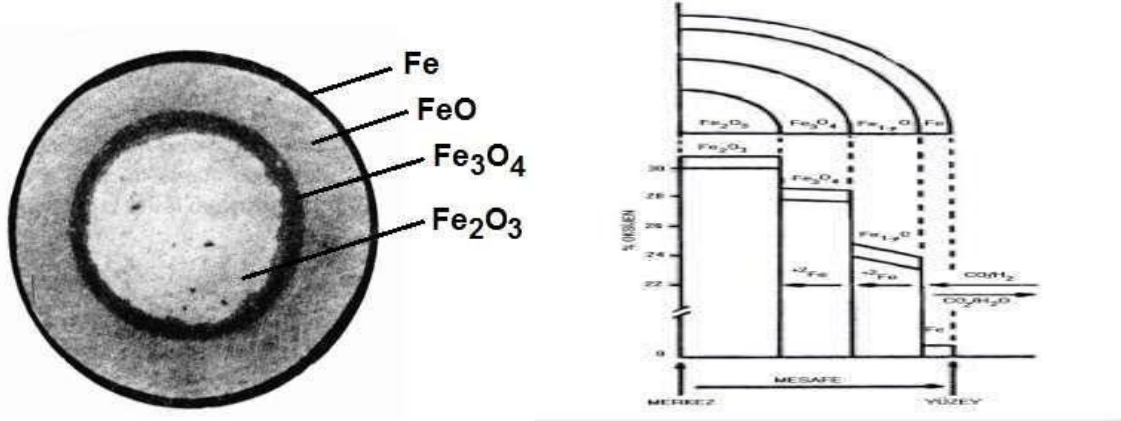
İndirgenme Reaksiyonunun Kinetik İncelenmesi

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 [9-12]. Heterojen reaksiyonların birden fazla faz arasında gerçekleşmesi aşağıdaki şekilde olmaktadır [9,10]:

1. İndirgeyici gazın reaksiyon arayüzeyine taşınması (difüzyonu)
2. Arayüzey reaksiyonları.
3. İndirgeyici gazın reaksiyon arayüzeyine adsorblanması.
4. Arayüzeyde kimyasal reaksiyon.
5. Reaksiyon sonucu oluşan reaksiyon ürünlerinin desorbsiyonu.
6. 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 2.2 Hematit parçacığının indirgenmesinin şematik gösterilişi ve indirgenmedeki topokimyasallık [5-7].

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. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Kullanılan Alet, Cihaz ve Malzemeler

1. Demir cevheri peletleri ve kömür (kok veya linyit tozu)
2. Kamara tipi fırın
3. Hassas terazi
4. Grafit kayıkçık şarj kabı ve çubuğu
5. Pens ve maşa

Deneyin Yapılışı

- 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.

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

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

4. İSTENENLER

- 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 çizin ve değerlendiriniz. (15 puan)
- 15. ve 45. dakikada elde edilecek redüklenme oranını hesaplayınız. (15 puan)
- Demirli hammaddelerin indirgenmesinde, indirgenme kinetiği hangi şartlarda reaksiyon, difüzyon ya da karışık kontrollü olur? Kısmen redüklenmiş demir oksit parçaçığında bu farkı nasıl gözlenir? Şematik olarak gösteriniz. (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 ilgili bölgeleri adlandırınız. (20 puan)

5. KAYNAKLAR

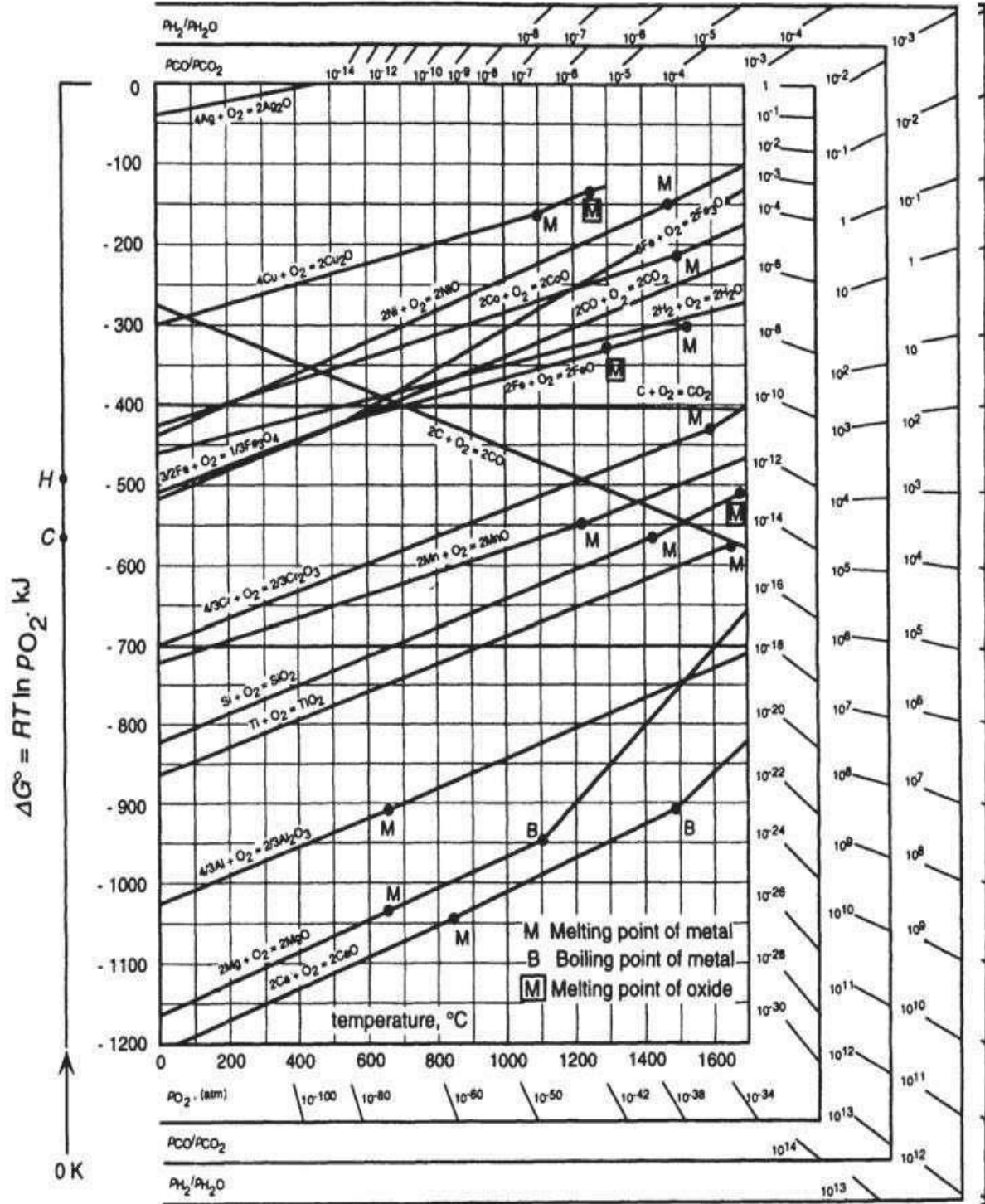
- [1] www.worldsteel.org, Uluslararası Demir ve Çelik Enstitüsü (IISI)
- [2] www.dcad.org.tr, Demir Çelik Üreticileri Derneği
- [3] Doğu Akdeniz Kalkınma Ajansı Demir Çelik Sektör Raporu 2014.
- [4] BISWAS, A.K., Principles of Blast Furnace Ironmaking, Cootha Publish House, Brisbane, Australia, 1981.
- [5] ROSENQVİST, 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] ERSUNDU, A.E., "Yerli Demir Cevherlerinin Sünger Demir Üretimine Uygunluğunun Araştırılması", İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2007.
- [8] BİROL B., "Divriği Pelet Konsantresinden Kompozit Pelet ve Demir Tanesi Üretimi", YTÜ, Fen Bilimleri İstanbul, 2007.
- [9] HABASHI, F., Kinetics of Metallurgical Processes, Métallurgie Extractive Québec, Sainte-Foy, Québec, 1999.

[10] AYDIN, S., Metalurji Kinetiği Ders Notu, 1994.

[11] ŞEŞEN, K., Metalurjik Süreçlerin Kinetiği, ITU Kimya Metalurji Fakültesi Ofset Atölyesi, İstanbul, 1998.

[12] RAY, H.S., Kinetics of Metallurgical Reactions, Oxford, New Delhi, 1993.

EK: Ellingham Diyagramı



DENEY 10: ATIK METAL GERİ DÖNÜŞÜMÜ VE DÖKÜM YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ

1. DENEYİN AMACI

Kum kalıba döküm yöntemi ile parça imalat ve alüminyum atık metal geri dönüşüm süreçlerinin incelenmesi.

2. TEORİK BİLGİ

Metal parçaların imalatında döküm, plastik şekillendirme, talaşlı imalat, kaynak ve toz metalurjisi gibi temel yöntemler kullanılır. Döküm, metal veya alaşımların eritilip bir kalıba dökülerek katılaşmaya bırakılması işlemidir. Bu süreç, parçaya şekil vermekle kalmaz, aynı zamanda malzemenin iç yapısını ve mekanik özelliklerini de belirler. Sıvı metalin son ürüne yakın bir formda kalıplanabilmesi sayesinde döküm, özellikle karmaşık parçaların üretiminde yüksek verimlilik sunar.

Döküm, otomotivde (motor blokları, pistonlar), havacılıkta (türbin kanatları), makine imalatında (pompa gövdeleri, dişliler) ve enerji sektöründe (jeneratör, türbin parçaları) yaygın olarak kullanılır. Bunların yanı sıra inşaat, tıp ve tarım gibi birçok alanda da döküm parçalar geniş bir kullanım alanına sahiptir. Bu çeşitlilik nedeniyle döküm, modern endüstrinin temel direklerinden biri olarak kabul edilir.

Tüm döküm süreçleri temel olarak beş ana adımı içerir:

- **Ergitme:** Katı haldeki metal veya alaşım, döküm için uygun akışkanlığı sağlayacak şekilde, erime sıcaklığının üzerinde bir sıcaklığa kadar endüksiyon, ark veya pota fırınları gibi çeşitli fırınlarda ısıtılır.
- **Kalıplama:** Üretilecek parçanın geometrisi, katılaşma sonrası büzülme ve sonraki işlemler (örneğin talaşlı imalat) için gerekli paylar dikkate alınarak tasarlanmış bir modelle, parçanın negatif formunu oluşturan bir kalıp hazırlanır.
- **Dökme:** Ergitilmiş sıvı metal, pota veya kepçeler yardımıyla kalıba dikkatlice dökülür. Bu aşamada metalin sıcaklığı, akış hızı ve türbülansın kontrolü büyük önem taşır.
- **Katılaşma ve Soğuma:** Kalıba dökülen sıvı metal, ısı kaybederek katılaşmaya başlar ve nihai şeklini alır. Bu aşama, malzemenin mikroyapısını ve mekanik özelliklerini doğrudan etkileyen en kritik süreçtir.
- **Bitirme (Son İşlemler):** Soğuyan parça kalıptan çıkarılır. Yolluk, besleyici ve çıkıcı gibi döküm sistemi elemanları parçadan ayrılır. Yüzeydeki pürüzler kumlama veya tamburlama gibi yöntemlerle temizlenir. Gerekirse, mekanik özellikleri geliştirmek için ısıl işlem veya boyutsal hassasiyet sağlamak için talaşlı imalat gibi ek işlemler uygulanır.

2.1 Genel Avantajlar ve Sınırlılıklar

Avantajlar:

- **Tasarım Esnekliği:** Neredeyse sınırsız bir geometrik karmaşıklıkta parça üretimine olanak tanır.

- **Malzeme Çeşitliliği:** Dökme demir, çelik, alüminyum, bakır alaşımları gibi hemen hemen tüm metal ve alaşımlar dökülebilir (cam, seramik ve polimer malzemelerde de döküm yaygın bir üretim yöntemidir).
- **Boyut Aralığı:** Birkaç gramlık küçük mücevher parçalarından, yüzlerce tonluk gemi motoru bloklarına kadar çok geniş bir boyut ve ağırlık aralığında üretim mümkündür.
- **Maliyet Etkinliği:** Özellikle seri üretimde ve karmaşık parçalarda diğer yöntemlere göre daha ekonomiktir.
- **İzotropik Özellikler:** Döküm parçalar genellikle yönlenmemiş (izotropik) mekanik özellikler sergiler, bu da parçanın her yönde benzer dayanım göstermesini sağlar.

Sınırlılıklar:

- **Boyutsal Hassasiyet ve Yüzey Kalitesi:** Özellikle kum döküm gibi yöntemlerde, boyutsal toleranslar daha geniştir ve yüzey kalitesi daha düşüktür. Bu durum genellikle ek talaşlı imalat gerektirir.
- **Döküm Hataları:** Katılaşma sürecinin doğası gereği pek çok kusur meydana gelebilir. Basit prensiplere dayanmasına rağmen yoğun tecrübe ve süreç kontrolü gerektirir.
- **Kalıp Maliyeti:** Özellikle kalıcı metal kalıpların ilk yatırım maliyeti yüksektir, bu nedenle az adetli üretimler için ekonomik olmayabilir.
- **İnce Kesitler:** Bazı döküm yöntemlerinde çok ince kesitlerin hatasız bir şekilde doldurulması zor olabilir.

2.1.1 Kum Kalıba Döküm Süreci ve Prensipleri

Döküm işlemi, kullanılan kalıbın yapısına göre iki ana gruba ayrılır: **harcanan kalıplar** ve **kalıcı kalıplar**.

- **Harcanan Kalıplar:** Bu kalıplar, tek kullanımlıktır ve her döküm işleminden sonra ürünün kalıptan çıkarılması için kırılarak parçalanır. Kum kalıba döküm, kabuk kalıba döküm, seramik kalıba döküm, alçı kalıba döküm ve hassas döküm bu kategoriye giren yöntemlerdir.
- **Kalıcı Kalıplar:** Adından da anlaşılacağı gibi, bu kalıplar tekrar tekrar kullanılabilir. Genellikle metalden yapılan bu kalıplar, yüksek hacimli üretimler için idealdir. Metal kalıba döküm, basınçlı döküm, merkezkaç döküm ve sürekli döküm bu gruba örnek verilebilir.

Kum kalıba döküm süreci, bir dizi hassas ve birbiriyle ilişkili adımdan oluşur:

Adım 1: Model ve Maça Tasarımı ve Hazırlığı

- **Model:** Üretilcek parçanın pozitif bir kopyasıdır. Tasarımı yapılırken, metalin katılaşma sırasında hacimsel olarak küçülmesini telafi etmek için "çekme payı" ve yüzeylerin daha sonra işlenmesi gerekebileceği için "işleme payı" gibi toleranslar eklenir. Model, genellikle ahşap, mum, plastik veya metal gibi malzemelerden imal edilir.
- **Maça:** Parçanın içinde bulunacak delik, kanal gibi iç boşlukları veya karmaşık dış girintileri oluşturmak için kullanılır. Maçalar genellikle reçine gibi bağlayıcılarla

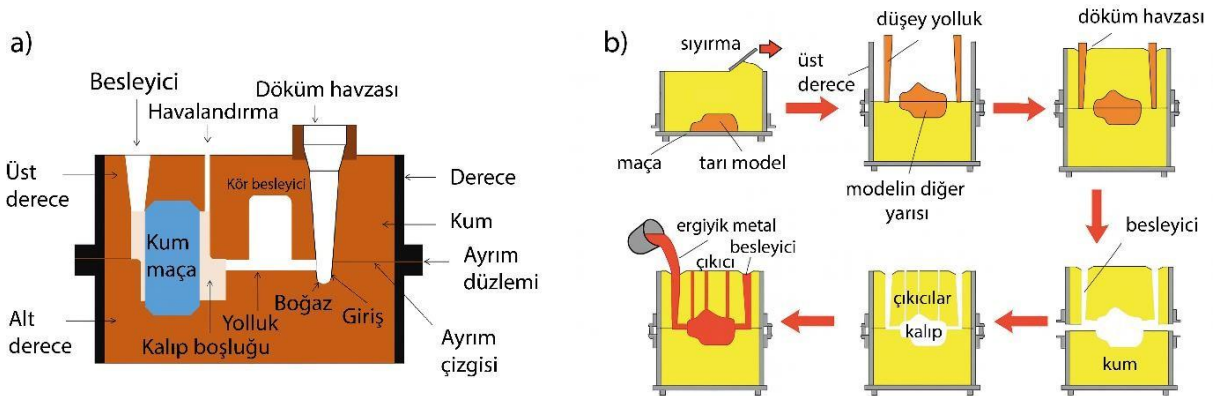
güçlendirilmiş özel kumlardan yapılır. Bir maçanın sahip olması gereken temel özellikler şunlardır: yeterli termal ve mekanik dayanım, döküm sırasında oluşan gazları dışarı atabilmek için yüksek gaz geçirgenliği ve döküm tamamlandıktan sonra parça içinden kolayca temizlenebilmek için dağılılabilme (ufalanma) kabiliyeti.

Adım 2: Kalıplama

- Kalıplama işlemi, "**derece**" adı verilen, genellikle iki parçalı metal bir çerçeve içinde gerçekleştirilir.
- Modelin bir yarısı alt dereceye yerleştirilir ve etrafı özel olarak hazırlanmış kalıp kumu ile doldurularak sıkıştırılır. Aynı işlem modelin diğer yarısı için üst derecede tekrarlanır.
- Model dikkatlice kumdan çıkarıldığında, parçanın negatif geometrisini içeren kalıp boşluğu oluşur. Bu aşamada ayrıca, sıvı metalin kalıba girmesini sağlayan "**yolluk**", metalin büzülmesini karşılamak için bir rezervuar görevi gören "**besleyici**" ve gazların tahliyesini sağlayan "**çıkıcı**" gibi kanallar da kum içinde şekillendirilir.
- Eğer parçada iç boşluklar varsa, hazırlanan maçalar bu aşamada kalıp boşluğu içindeki özel yuvalarına yerleştirilir. Son olarak, alt ve üst dereceler birleştirilerek kalıp döküme hazır hale getirilir.
- **Şekil 1**'de burada anlatılanlar şematik olarak gösterilmiştir.

Adım 3: Döküm ve Kalıp Bozma

- Ergitilmiş metal, hazırlanan kalıbın yolluk ağzından içeri dökülür.
- Metal, kalıp içinde katılaşır ve oda sıcaklığına yakın bir sıcaklığa kadar soğuduktan sonra, kum kalıp genellikle titreşimli sarsaklarda kırılarak parça dışarı çıkarılır. Bu işleme "**kalıp bozma**" denir. Kum kalıplar tek kullanımlıdır, ancak içindeki kumun büyük bir kısmı elenip yeni bağlayıcılar eklenerek tekrar kullanılabilir.



Figür 1 a) Basit bir kum kalıp şeması. b) Kum kalıp oluşturma süreci.

Kalıp temelde üç bileşenden oluşur:

- **Kum (Agrega):** Kalıbın ana iskeletini oluşturur ve yüksek sıcaklığa dayanıklı olmalıdır.
 - **Silis Kumu (SiO₂):** Dökümhanelerde en yaygın kullanılan kum türüdür. Kolay bulunması, düşük maliyeti ve yüksek erime sıcaklığı (refrakterlik) en önemli

avantajlarıdır. Ancak yüksek sıcaklıkta önemli ölçüde genleşmesi, boyutsal hassasiyeti olumsuz etkileyebilir.

- **Diğer Kumlar:** Zirkon kumu gibi özel kumlar, daha yüksek ısı iletkenlik ve daha düşük termal genleşme gibi üstün özellikler sunar, ancak maliyetleri daha yüksektir ve özel uygulamalarda tercih edilirler.
- **Bağlayıcılar:** Kum taneciklerini birbirine bağlayarak kalıba şeklini ve mukavemetini veren malzemelerdir.
 - **Kil (Genellikle Bentonit):** Su ile aktive olduğunda kum tanelerini saran ve onlara plastik şekil verilebilirlik ile yaş mukavemet kazandıran en geleneksel ve ekonomik bağlayıcıdır.
 - **Kimyasal Bağlayıcılar:** Reçineler (furan, fenolik) veya sodyum silikat gibi malzemeler, kimyasal reaksiyonlarla sertleşerek çok daha yüksek mukavemetli ve boyutsal olarak kararlı kalıplar oluşturur.
- **Katkı Maddeleri:** Kalıp kumunun özelliklerini iyileştirmek amacıyla küçük miktarlarda eklenen malzemelerdir. Örneğin, kömür tozu döküm yüzey kalitesini artırırken, grafit tozu sıvı metalin kuma yapışmasını önler.

Kum kalıpların en önemli özelliklerinden biri, diğer adıyla gaz geçirgenliği olan "**nefes alabilme**" yeteneğidir. Bu özellik, döküm işlemi sırasında oluşan gazların kalıptan kolayca dışarı atılmasını sağlar. Sıvı metalin yüksek sıcaklığı, kalıptaki nemi buharlaştırarak ve organik bağlayıcıları yakarak önemli miktarda gaz oluşumuna neden olur. Eğer bu gazlar kum taneleri arasındaki boşluklardan geçip dışarı çıkamazsa, sıvı metal içinde hapsolür. Bu durum, döküm parçasında "**gaz boşluğu**" veya "**gözeneklilik**" gibi ciddi hatalara yol açar. Gaz geçirgenliği yüksek olan iri taneli kumlar, gazların kolayca kaçmasını sağlarken, daha pürüzlü bir yüzey elde edilmesine neden olur. Aksine, daha pürüzsüz bir yüzey kalitesi için kullanılan ince taneli kumların gaz geçirgenliği düşüktür. Bu **mühendislik ödünleşmesi**, üretilecek parçanın özel gereksinimlerine göre en uygun kum kalıp formülasyonunun belirlenmesini gerektirir.

Kum kalıba döküm, kalıplama işleminde kullanılan bağlayıcıya ve işleme göre farklı yöntemlere ayrılır. En yaygın olanları:

- **Yaş kum kalıplama:** Bu yöntemde **su ve kil (bentonit)** karışımı kullanılarak hazırlanan kalıp kumu, herhangi bir kurutma işlemi yapılmadan doğrudan döküm için kullanılır. En ekonomik ve hızlı yöntemdir. Ancak, kalıptaki nem buharlaşarak gaz hatalarına yol açma riskini artırır ve kalıp mukavemeti diğer yöntemlere göre daha düşüktür.
- **Kuru kum kalıplama:** Yaş kum kalıplama ile hazırlanan kalıplar, dökümden önce yaklaşık 150-350 °C sıcaklıktaki bir fırında kurutulur. Bu işlem, buhar kaynaklı gaz hatalarını ortadan kaldırır. Kuru kalıplar, daha yüksek mukavemete ve erozyon direncine sahip olduğu için daha iyi bir yüzey kalitesi sunar. Dezavantajı ise, ek kurutma işlemi nedeniyle maliyetin ve üretim süresinin artmasıdır.
- **CO₂ yöntemi (kimyasal bağlayıcı):** Bu yöntemde, bağlayıcı olarak sodyum silikat içeren kum karışımının içerisinde karbondioksit (CO₂) gazı geçirilerek kalıp anında sertleştirilir. Fırında kurutmaya gerek kalmadığı için bu yöntemle çok yüksek mukavemetli ve boyutsal olarak hassas kalıplar elde edilir. Öte yandan, hazırlanan kumun kullanım ömrü kısadır ve döküm sonrası kalıbın temizlenmesi diğer yöntemlere göre daha zordur.

Kum kalıba döküm yönteminin avantaj-dezavantaj analizi yapılacak olursa:

Avantajları:

- **Düşük Maliyet:** Kalıp malzemeleri olan kum ve kil ucuzdur ve kumun kendisi tekrar tekrar kullanılabilir, bu da onu en ekonomik döküm yöntemlerinden biri yapar.
- **Malzeme ve Boyut Esnekliği:** Çelik, dökme demir, alüminyum gibi neredeyse tüm dökülebilir alaşımlar için uygundur. Birkaç gramdan yüzlerce ton ağırlığa kadar çok geniş bir boyut aralığında parça üretimine imkân tanır.
- **Karmaşık Geometriler:** Karmaşık şekilli ve iç boşluklu parçaların üretimi, maça kullanımı sayesinde mümkündür.

Dezavantajları:

- **Düşük Yüzey Kalitesi ve Boyutsal Hassasiyet:** Kum tanelerinin boyutu nedeniyle yüzey pürüzlülüğü diğer yöntemlere göre daha fazladır. Boyutsal toleranslar daha geniştir, bu nedenle hassas ölçüler için genellikle çok iyi bir tasarım süreci ve/veya ek talaşlı imalat gerekir.
- **Düşük Üretim Hızı:** Kalıplama, döküm ve soğuma süreçleri zaman alıcıdır, bu nedenle yüksek adetli seri üretimler için basınçlı döküm gibi yöntemler kadar verimli değildir.
- **İnce Kesit Sınırlaması:** Sıvı metalin akışkanlığı ve kalıbın soğutma etkisi nedeniyle çok ince kesitlerin (genellikle 3 mm'den ince) dökümü zordur.

2.1.2 Sıvı-Katı Faz Dönüşümleri ve Döküm İlişkisi

Döküm özünde bir sıvı-katı faz dönüşümüdür. Bu dönüşüm nihai parçanın mikroyapı, dolayısıyla mukavemet, süneklik, tokluk, sertlik gibi mekanik özelliklerini belirler. Dolayısıyla katılaşma prensiplerini anlamak, döküm sürecini kontrol etme ve olası hataları tespit etmenin temelini oluşturur.

Sıvı haldeki metalde, atomlar amorf yapıda ve rastgele hareket halindedir. Metal, sıcaklık kaybettiğinde, bu düzensiz yapıdaki atomlar, enerji bakımından daha kararlı olabilecekleri, düzenli ve tekrarlı bir yapıya, yani kristal yapıya geçmeye başlar. Bu geçiş, döküm parçasının tane yapısını oluşturan iki temel aşamada gerçekleşir: (1) çekirdeklenme ve (2) büyüme.

Döküm işleminde katılaşmanın ilk adımı olan **çekirdeklenme**, sıvı metal içerisinde çok küçük ve kararlı katı parçacıkların oluşmasıdır. Bu süreç iki temel mekanizma ile gerçekleşir. **Homojen çekirdeklenme**, tamamen saf ve homojen sıvı metallerde atomların rastgele bir araya gelerek kararlı çekirdekler oluşturmasıdır. Ancak bu oldukça nadir görülen bir durumdur ve yalnızca sıvının katılaşma sıcaklığının önemli ölçüde altına soğutulması (**aşırı soğuma**) ile mümkün olur. Bu nedenle daha çok laboratuvar ortamlarında gözlemlenir. Endüstriyel döküm uygulamalarında ise neredeyse her zaman **heterojen çekirdeklenme** gerçekleşir. Burada kalıp duvarı, cüruf parçacıkları veya özel olarak eklenen aşılama malzemeleri gibi yabancı yüzeyler çekirdek oluşumu için bir başlangıç noktası sağlar. Bu yüzeyler, atomların doğrudan kendi aralarında çekirdek oluşturması yerine mevcut yüzeyi kullanmasına imkân vererek enerji bariyerini düşürür ve daha az aşırı soğuma gerektirir.

Metal parçaların mekanik özelliklerini iyileştirmek için genellikle ince ve homojen bir tane yapısı tercih edilir. Bunun için sıvı metale Al-Ti-B gibi çekirdeklenme oranını artırıcı parçacıklar eklenir. **Aşılama** adı verilen bu işlem, yoğun çekirdeklenmeyi teşvik ederek döküm parçalarının kalitesini belirgin şekilde artırır.

Kararlı çekirdekler oluştuktan sonra katılaşma süreci, bu çekirdeklerin **büyümesiyle** devam eder. Kristal büyüme hızı, ısı transferinin yönüne ve alaşımın kimyasal bileşimine bağlı olarak değişir. Özellikle alaşımlarda büyüme hızı her yönde eşit değildir; belirli kristalografik yönlerde daha hızlı büyüyen yapılar, ağaç dallarını andıran dallanmış kristaller oluşturur. “**Dendrit**” olarak adlandırılan bu yapılar birleşerek döküm parçasının temel tane yapısını meydana getirir. Dendrit kolları arasındaki bölgeler, alaşım elementlerince zengin sıvının en son katılaştığı alanlardır ve mikro-çekinti gibi kusurların oluşumuna zemin hazırlar.

Katılaşma sırasında oluşan tane yapıları, ısı akışına bağlı olarak iki ana şekilde gözlemlenir:

- **Eş Eksenli Taneler:** Bu taneler, sıvının her yönden eşit oranda soğuduğu, ısı transferinin belirli bir yönde olmadığı durumlarda (genellikle dökümün merkezi gibi bölgelerde) oluşur. Kabaca küresel veya çok yüzlü bir yapıya sahiptirler.
- **Sütunsal Taneler:** Isının tek bir yönde (örneğin, soğuk kalıp duvarından merkeze doğru) çekildiği durumlarda oluşan, ısı akışının tersi yönde uzayan, uzun ve ince tanelerdir. Genellikle kalıp duvarına yakın bölgelerde görülürler.

Soğuma hızı, katılaşma kinetiğini ve sonuçta oluşan mikroyapıyı kontrol eden en önemli parametredir. Katılaşma süreci, aslında "çekirdeklenme hızı" ile "büyüme hızı" arasında bir rekabet olarak düşünülebilir. Soğuma hızı, bu rekabetin dengesini değiştirerek nihai tane boyutunu belirler.

- **Hızlı Soğuma** (örn. Metal Kalıp / Kokil Döküm): Yüksek soğuma hızı, sistemde büyük bir aşırı soğuma yaratır. Bu durum, çok sayıda kararlı çekirdeğin aynı anda oluşmasını tetikler (çekirdeklenme hızı artar). Ancak, sistem hızla katılaştığı için bu çok sayıdaki çekirdeğin büyüyecek zamanı olmaz (büyüme hızı sınırlanır). Sonuç olarak, "ince taneli" bir mikroyapı elde edilir. İnce taneli yapılar, tane sınırlarının dislokasyon hareketini engellemesi nedeniyle genellikle daha yüksek mukavemet, tokluk, yorulma dayanımı gibi üstün mekanik özellikler sunar.
- **Yavaş Soğuma** (örn. Kum Kalıp): Düşük soğuma hızı, sistemde sadece küçük bir aşırı soğumaya neden olur. Bu da daha az sayıda çekirdeğin oluşmasına yol açar (çekirdeklenme hızı düşüktür). Bu az sayıdaki çekirdeğin, yavaş soğuma süresince çevrelerindeki sıvıdan atom toplayarak büyümek için bolca zamanı vardır (büyüme hızı baskındır). Sonuçta, "kaba taneli" bir mikroyapı oluşur. Kaba taneli yapı sürünme davranışı iyileştirdiğinden havacılık ve enerji uygulamalarında kritik öneme sahiptir.

Bu ilişki, döküm mühendisinin, kalıp malzemesi (ısıyı yavaş çeken kum veya hızlı çeken metal), parça kesit kalınlığı ve döküm sıcaklığı gibi parametreleri ayarlayarak soğuma hızını kontrol etmesini ve bu sayede istenen mikroyapıyı ve mekanik özellikleri elde etmesini sağlar. Bu, malzeme biliminin temel "proses-yapı-özellik" ilişkisinin dökümdeki en somut ve önemli örneklerinden biridir.

Chvorinov Kuralı, bir döküm parçasının toplam katılma süresinin (t_s), dökümün hacminin (V) yüzey alanına (A) oranının karesiyle orantılı olduğunu ifade eden ampirik bir bağıntıdır: $t_s = B(V/A)^2$. Burada B kalıp sabitidir. Bu kural, aynı hacme sahip parçalardan yüzey alanı daha küçük olanların (daha kompakt, küresel şekilli) daha yavaş soğuyacağını ve katılacağını gösterir. Bu prensip, çekinti hatalarını önlemek için kullanılan besleyicilerin tasarımında temel bir rol oynar.

2.2 Yaygın Döküm Hataları ve Önleme Stratejileri (Alüminyum özelinde)

İdeal olmayan döküm koşulları, döküm parçalarında performans, sızdırmazlık ve estetik açıdan sorunlara yol açan çeşitli kusurların oluşmasına neden olur. Bu bölümde, özellikle alüminyum dökümünde sıkça karşılaşılan bazı hataların oluşum mekanizmaları ve bu hataları önleme yöntemleri ele alınacaktır (**Figür 2**'yi inceleyiniz). Burada sunulan temel prensipler, diğer hataların anlaşılması ve diğer metallerin dökümünde karşılaşılan hataları anlamak için de faydalı olacaktır.

Gaz Gözenekliliği (Porozite)

Sıvı haldeki alüminyum metal, yüksek oranda hidrojen çözme özelliğine sahiptir. Bu hidrojen, genellikle su buharı, yanma ürünleri veya şarj malzemelerindeki yağlardan kaynaklanır. Alüminyum katılaşmaya başladığında, içindeki hidrojen çözünürlüğü yaklaşık 20 kat azalır. Bu ani düşüş, dendritler tarafından itilen hidrojen gazının sıvı içinde sıkışmasına ve kritik bir konsantrasyona ulaştığında baloncuklar oluşturmaya yol açar. Bu baloncuklar katılaşan metalin içinde hapsolarak, döküm parçasında genellikle küresel şekilli gaz gözenekleri olarak bilinen hataları meydana getirir. Bunu önlemek için başvuru başlıca yöntemler:

- **Gaz giderme (degassing):** Bu, erimiş metaldeki hidrojeni uzaklaştırmanın en etkili yoludur. Genellikle bir grafit rotor kullanılarak inert gazlar (örneğin, Argon veya Azot) sıvı metale enjekte edilir. Dönen rotor, inert gazı binlerce küçük kabarcığa ayırır. Bu küçük kabarcıklar, sıvı metal içinde yüzeye doğru yükselirken, çözünmüş hidrojeni kendilerine çekerek yüzeye taşır. Böylece hidrojen atmosferde serbest bırakılır ve metalin içindeki gaz içeriği güvenli seviyelere düşürülür.
- **Hammadde kontrolü:** Gaz hatalarını kaynağında önlemek için kullanılan ham maddelerin kalitesine dikkat etmek şarttır. Hurda ve ingotlar gibi şarj malzemeleri temiz, kuru ve yağsız olmalıdır. Çünkü bu maddelerin yüzeyindeki nem veya yağlar erime sırasında buharlaşarak hidrojene dönüşür. Malzemeler, fırına atılmadan önce ön ısıtma işlemine tabi tutularak üzerindeki nem tamamen giderilebilir.
- **Ergitme Pratiği:** Hidrojenin sıvı metaldeki çözünürlüğü sıcaklıkla doğru orantılıdır. Bu nedenle, metalin ergitme ve bekletme sıcaklıkları gereksiz yere yükseltilmemelidir. Mümkün olduğunca düşük ve kontrol altında tutulan sıcaklıklar, hidrojen emilimini azaltır. Ayrıca, metalin atmosferle temasını ve döküm sırasında oluşabilecek türbülanslı hareketi en aza indirmek, hidrojenin sıvıya karışmasını önlemeye yardımcı olur.

Çekinti Boşlukları (Shrinkage Porosity)

Neredeyse tüm metaller gibi alüminyum da sıvı halden katı hale geçerken yoğunluğu arttığı için hacimsel olarak küçülür (çekir). Bu hacimsel küçülme üç aşamada gerçekleşir: sıvının

soğuması sırasındaki çekme, katılaşma sırasındaki çekme ve katının oda sıcaklığına soğuması sırasındaki büzülme. Katılaşma sırasında meydana gelen hacim kaybı, eğer katılaştıran bölgeye ek sıvı metal takviyesi yapılamazsa, o bölgede bir boşluk oluşmasına neden olur. Bu boşluklar, genellikle en son katılaştıran kalın kesitlerde veya "sıcak noktalarda" (hot spots) meydana gelir ve pürüzlü, dendritik iç yüzeylere sahip olmalarıyla karakterize edilirler. Bunu önlemek adına başvurulan başlıca yöntemler:

- **Besleyici (Riser) Tasarımı ve Kullanımı:** Besleyiciler, döküm parçasının üzerine veya yanına yerleştirilen ekstra sıvı metal rezervuarlarıdır. Chvorinov kuralına göre, besleyici beslediği parça kesitinden daha geç katılaşacak şekilde tasarlanmalıdır. Böylece, parça katılaşırken oluşan hacim kaybı, besleyicideki sıvı metal tarafından telafi edilir ve çekinti boşluğunun parça yerine besleyici içinde oluşması sağlanır.
- **Yönlendirilmiş Katılaşma:** Döküm parçasının tasarımını ve yolluk/besleyici sistemini, katılaşmanın besleyiciden en uzak noktadan başlayıp kademeli olarak besleyiciye doğru ilerleyeceği şekilde optimize etmektir. Bu, katılaşma cephesinin sürekli olarak sıvı metalle beslenmesini garanti altına alır.
- **Soğutucu (Chill) Kullanımı:** Kalın kesitlerin veya sıcak noktaların soğumasını hızlandırmak için kalıbın o bölgelerine yüksek ısıl iletkenliğe sahip metal parçalar (soğutucular) yerleştirilir. Bu, o bölgenin daha erken katılaşmasını sağlayarak çekinti riskini azaltır.

Alüminyum dökümündeki en inatçı iki hata olan gaz gözenekliliği ve çekinti boşlukları, temelde aynı fiziksel prensibin, yani katılaşma sırasındaki faz değişiminin iki farklı sonucudur. Hidrojen gözenekliliği, çözünürlüğün düşmesiyle "çözünen maddenin" (hidrojen) metalden atılmasıyla oluşurken; çekinti boşluğu, "çözücünün" (alüminyum) kendisinin yoğunluğunun artmasıyla oluşur. Bu iki hatanın sık sık bir arada bulunması tesadüf değildir. Çekinti oluşumuna en yatkın olan sıcak noktalar (hot spots), aynı zamanda döküm parçasında en son katılaştıran bölgelerdir. Katılaştıran dendritler tarafından itilen hidrojen de bu en son katılaştıran sıvı metal havuzunda birikir. Dolayısıyla, hem hacimsel çekinti için gereken sıvı metal eksikliği hem de hidrojenin en yüksek konsantrasyona ulaştığı yer aynı bölge olduğu için, bu iki hata mekanizması genellikle aynı yerde birleşerek daha büyük ve karmaşık boşluklar oluşturur.

Sıcak Yırtılma (Hot Tearing)

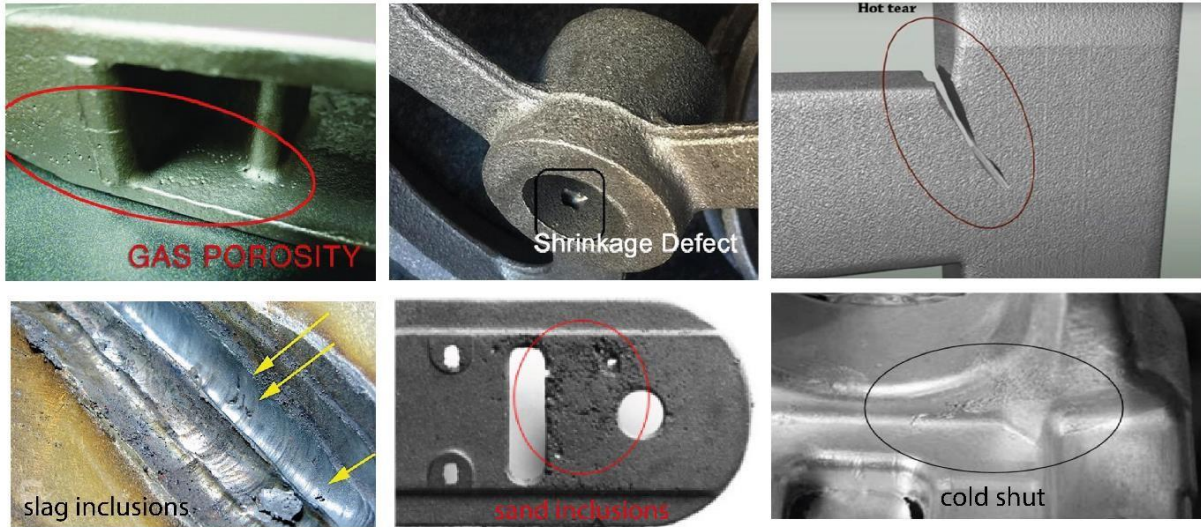
Katılaşmanın sonlarına doğru, dendritlerin birbirine temas ettiği ancak aralarında hala ince bir sıvı film tabakasının bulunduğu, malzemenin hem katı hem de sıvı özellikler gösterdiği "yumuşak" bir aralıkta meydana gelen bir çatlak türüdür. Bu aşamada, katılaşmış iskeletin termal büzülmeden kaynaklanan çekme gerilmeleri, malzemenin o andaki çok düşük mukavemetini ve sünekliğini aştığında, taneler arası bölgelerde yırtılmalar meydana gelir. Keskin iç köşeler, ani kesit değişiklikleri ve kalıbın büzülmeyi engellemesi bu hatayı tetikler. Bu hatayı önlemek adına alınabilecek başlıca önlemler:

- **Parça ve Kalıp Tasarımı:** Parça tasarımında keskin köşelerden kaçınıp yerine cömert radyuslar kullanılmalı, ani kesit değişiklikleri yumuşak geçişlerle sağlanmalıdır.

- **Alařım Kompozisyonu:** Geniř katılařma aralıęına sahip alařımlar sıcak yırtılmaya daha yatkındır. Alařım kompozisyonunu optimize etmek ve tane inceltici elementler kullanmak (daha fazla tane sınırı oluřturarak gerilmeleri daęıtmak iin) eęilimi azaltabilir.
- **Döküm Parametreleri:** Döküm sıcaklıęını mümkün olduęunca düşük tutmak, termal gradyanları ve dolayısıyla termal gerilmeleri azaltmaya yardımcı olabilir.

Dięer Hatalar

- **Kalıntılar (Inclusions):** Sıvı metal iinde bulunan ve katılařma sonrası paranın yapısında hapsolan yabancı maddelerdir. Alüminyumda en yaygın olanı, metalin yüzeyinde anında oluřan ve türbülansla metalin iine katlanan alüminyum oksit (Al_2O_3) filmleridir. Ayrıca cüruf, refrakter paracıkları veya kalıptan kopan kum taneleri de kalıntı oluřturabilir. Önlemek iin temiz ergitme pratięi, cüruf temizlięi ve sıvı metalin dökümden önce seramik köpük filtrelerden geirilmesi gerekir.
- **Soęuk Birleřme (Cold Shut):** Kalıp bořluęunu doldurmak üzere farklı yönlerden ilerleyen iki veya daha fazla sıvı metal akımının, yüzeylerinde oluřan oksit filmi veya düşük sıcaklık nedeniyle tam olarak birleřememesi (kaynařamaması) sonucu oluřan dikiř benzeri bir yüzey hatasıdır. Düşük döküm sıcaklıęı, yavař kalıp dolum hızı veya hatalı yolluk tasarımı bu hataya neden olur.



Figür 2 Dökümde sıka karřılařılan hatalardan bazıları.

2.3 Hurda Alüminyum Geri Dönüřümü

Alüminyum geri dönüřümünün en arpıcı ve önemli yönü, saęladığı muazzam ekonomik ve evresel faydalardır:

- **Enerji ve Maliyet Avantajları:** Alüminyumun geri dönüřtürölmesi, boksit cevherinden birincil alüminyum üretimine kıyasla %95'e varan oranda daha az enerji gerektirir. Birincil üretim, elektroliz iřlemi nedeniyle son derece enerji yoğunken, geri dönüřüm temelde bir ergitme iřlemidir. Bu devasa enerji farkı, geri dönüřümü evresel

sürdürülebilirliğin yanı sıra maliyet açısından da en verimli endüstriyel süreçlerden biri yapar.

- **Sera Gazı Emisyonlarının Azaltılması:** Enerji tüketimindeki %95'lik azalma, sera gazı emisyonlarında da benzer oranda bir düşüş anlamına gelir. Bu, alüminyum endüstrisinin karbon ayak izini küçülterek iklim değişikliğiyle mücadeleye doğrudan katkı sağlamasını mümkün kılar.
- **Doğal Kaynakların Korunması:** Alüminyumun hammaddesi olan boksit cevheri, madencilik yoluyla elde edilen sınırlı bir doğal kaynaktır. Madencilik faaliyetleri, ormansızlaşma, toprak erozyonu ve biyoçeşitlilik kaybı gibi önemli çevresel tahribatlara yol açabilir. Geri dönüşüm, yeni boksit madenciliği ihtiyacını azaltarak bu doğal kaynakların ve ekosistemlerin korunmasına yardımcı olur.
- **Döngüsel Ekonomi:** Alüminyumun en dikkat çekici özelliklerinden biri, kalitesinde ve metalurjik özelliklerinde hiçbir kayıp olmadan teorik olarak sonsuz kez geri dönüştürülebilmesidir. Bu özellik, onu "al-kullan-at" modeline dayalı doğrusal ekonomiden, kaynakların sürekli olarak döngüde tutulduğu "döngüsel ekonomi" modeline geçiş için mükemmel bir aday yapar.

İkincil (sekonder) alüminyum üretimi olarak da bilinen geri dönüşüm süreci, bir dizi fiziksel ve metalurjik işlemten oluşur:

- **Toplama ve Sınıflandırma:** Süreç, kullanım ömrünü tamamlamış ürünlerden (içecek kutuları, otomotiv parçaları, pencere profilleri) veya imalat süreçlerinden arta kalan (talaş, kesme firesi) alüminyum hurdaların toplanmasıyla başlar. Toplanan hurdalar, geri kazanım tesislerinde alıştırma türlerine (döküm, dövme vb.) ve formlarına göre ayrıştırılır.
- **Hazırlama (Ön İşlem):** Sınıflandırılan hurdalar, ergitme işlemine hazırlanır. Bu aşama, hurdaların kırıcılar veya öğütücülerde daha küçük parçalara ayrılmasını, üzerlerindeki boya, plastik kaplama ve yağ gibi organik kirleticilerin termal yöntemlerle yakılarak uzaklaştırılmasını ve güçlü mıknatıslar kullanılarak demir gibi diğer metalik safsızlıkların ayrıştırılmasını içerir.
- **Ergitme ve Rafinasyon:** Temizlenmiş ve hazırlanmış hurda, reverber veya döner fırınlar gibi büyük kapasiteli fırınlarda ergitilir. Ergitme sırasında, sıvı metalin kimyasal kompozisyonu analiz edilir. İstenmeyen elementleri (empüriteler) ve çözünmüş gazları gidermek, ayrıca oksit filmlerini yüzdürmek için flaks adı verilen tuz bazlı kimyasallar eklenerek rafinasyon (arıtma) işlemi yapılır.
- **Külçe Döküm:** Rafine edilmiş ve kimyasal bileşimi istenen standartlara getirilmiş olan sıvı alüminyum, genellikle sürekli döküm makinelerinde külçeler (ingotlar) halinde dökülür. Bu külçeler, dökümhaneler için birincil alüminyum ile aynı kalitede, kullanıma hazır ikincil hammaddeyi oluşturur.

Alüminyumun sonsuz geri dönüştürülebilirliği teorik bir ideal olsa da pratik uygulamalar bazı metalurjik zorlukları beraberinde getirir. Geri dönüşüm döngüsüne giren hurdaların kompozisyonundaki değişkenlikler ve içerdikleri safsızlıklar, döküm parçasının kalitesini ve mekanik özelliklerini olumsuz etkileyebilir.

“Tramp elementler” veya empüriteler, geri dönüştürülen alüminyum alaşımlarında, orijinal spesifikasyonda bulunmayan ya da izin verilen sınırların üzerinde biriken istenmeyen elementlerdir. Bu elementler genellikle farklı alüminyum alaşımlarının (örneğin döküm ve dövme alaşımlarının) birlikte toplanıp ergitilmesi veya hurda içindeki yabancı malzemelerin (çelik cıvata, bakır tel vb.) tam olarak ayrıştırılamaması sonucunda sisteme girer.

İkincil alüminyumda en yaygın ve en zararlı empüritelerden biri demirdir. Alüminyum içinde çözünürlüğü son derece düşük olan demir, katılaşma sırasında mikroyapıda iğne ya da plaka biçimli, kırılğan Al-Fe-Si intermetalik bileşikler oluşturur. Benzer şekilde bakır (Cu), çinko (Zn) ve mangan (Mn) gibi elementlerin alaşımda normalin üzerinde birikmesi, istenmeyen fazların oluşmasına, korozyon direncinin düşmesine ve ısıtma işlem davranışının değişmesine yol açar.

Özellikle demirin oluşturduğu iğnemsiler ve plaka şeklindeki intermetalik fazlar, alüminyum matrisi içinde süreksizlik gibi davranarak mekanik yük altında gerilim yığılmalarına neden olur. Bu bölgeler çatlakların başlama ve ilerleme noktaları haline gelir. Sonuç olarak malzemenin plastik deformasyon kabiliyeti, yani sünekliği (kopma uzaması) ve darbe dayanımı (tokluk) belirgin şekilde azalır; malzeme daha gevrek bir davranış sergiler. Ayrıca bu intermetalik fazlar, tekrarlı yükler altında çatlak başlatıcı bölgeler olarak görev yaparak yorulma direncini ciddi ölçüde düşürür. Bazı empüriteler ise metalin akışkanlığını veya katılaşma mekanizmasını değiştirerek sıcak yırtılma gibi döküm kusurlarına olan eğilimi artırabilir.

Geri dönüştürülmüş hurda kullanmanın getirdiği bu zorlukları yönetmek için ergitme ve rafinasyon aşamalarında çeşitli metalurjik stratejiler uygulanır:

- **Flaks Kullanımı:** Ergitme sırasında sıvı metale eklenen özel tuz karışımları (flakslar), hem oksit filmlerini çözerek metal yüzeyini temizler hem de bazı katı kalıntıları cürufatta toplayarak metalden ayrılmalarını kolaylaştırır.
- **Alaşımlandırma ve Düzeltme:** Ergitme sonrası yapılan kimyasal analizlere göre, alaşımın kompozisyonu standartlara getirilir. Daha da önemlisi, demir gibi zararlı elementlerin etkisini nötralize etmek için "düzeltici" elementler eklenebilir. Örneğin, sıvı metale kontrollü miktarda Mangan (Mn) eklenmesi, zararlı iğnemsiler Al-Fe-Si fazlarının, daha az zararlı olan kompakt veya "Çin yazısı" (Chinese script) morfolojisine dönüşmesini teşvik eder.
- **Filtrasyon:** Sıvı metalin kalıba dökülmeden hemen önce, gözenekli seramik köpük filtrelerden geçirilmesi, katı haldeki oksit filmlerini ve diğer küçük kalıntıları fiziksel olarak tutarak metalin temizliğini önemli ölçüde artırır.

Sonuç olarak, hurda alüminyumdan yüksek kaliteli döküm parçalar üretmek, tüm sürecin dikkatli bir şekilde kontrol edilmesine bağlıdır:

- **Girdi Malzemesi Kontrolü:** Sürecin en kritik adımı, mümkün olan en temiz ve en iyi ayrıştırılmış hurdayı kullanmaktır. Güvenilir kaynaklardan temin edilen ve iyi yönetilen bir hurda stoku, sonraki tüm arıtma işlemlerini basitleştirir ve maliyetleri düşürür.⁶⁰

- **Hassas Proses Kontrolü:** Ergitme ve döküm sıcaklıklarının, gaz giderme işleminin etkinliğinin ve alaşımlama adımlarının hassas bir şekilde izlenmesi ve kontrol edilmesi, tutarlı bir kalite seviyesi yakalamak için zorunludur.⁴¹
- **Sürekli Kalite Güvence:** Üretim sürecinin her aşamasında (hurda kabulü, ergitme sonrası, nihai ürün) spektrometre ile kimyasal analiz, mikroyapısal incelemeler ve mekanik testler yapmak, olası sapmaları erken tespit edip düzeltici önlemler almayı sağlar.

Alüminyumun “sonsuz geri dönüştürülebilirliği” kavramı, pratikte termodinamik bir kaçınılmazlık olan empürite birikimi ile sınırlandırılmaktadır. Her geri dönüşüm döngüsü, sisteme belirli ölçüde düzensizlik, yani safsızlık ekleme potansiyeli taşır. Bu gerçek, döngüsel ekonominin yalnızca bir lojistik mesele (toplama ve ayırma) olmadığını; aynı zamanda temel bir malzeme bilimi ve metalurji sorunu (rafinasyon ve arıtma) olduğunu ortaya koymaktadır. Dolayısıyla sürdürülebilir bir alüminyum döngüsünün geleceği, yalnızca daha verimli toplama sistemlerinin geliştirilmesine değil, aynı zamanda biriken empüriteleri ekonomik şekilde uzaklaştırabilecek yenilikçi arıtma teknolojilerinin hayata geçirilmesine ve daha yüksek empürite seviyelerini tolere edebilen yeni nesil alaşımların tasarlanmasına bağlıdır.

3.DENEY SÜRECİ

Bu deneyde serbest model kullanılarak yaş kum kalıp hazırlanacak ve elektrik dirençli, açık atmosferde çalışan bir fırında ergitilen hurda alüminyum kalıba dökülecektir. Dökümün ardından elde edilen parça incelenecek, ön muayene sonrasında tespit edilen hatalar belirlenerek olası çözüm önerileri tartışılacaktır. *Deney süresince her öğrencinin deney akış şeması oluşturması beklenmektedir.*

4.RAPOR HAKKINDA

Föyde yer alan tüm terim ve kavramlar, metalurji ve malzeme mühendisliği prensipleri ile üretim mühendisliği alanının temelini oluşturmaktadır. Bu nedenle konular üzerinde hem geleneksel kaynaklardan hem de yapay zekâ tabanlı araçlardan yararlanarak derinlemesine araştırma yapmanızı tavsiye ederim. Raporda yer alması gereken içerikler haftalık olarak belirlenecek ve öğrencilere duyurulacaktır. Çoğunlukla soru-cevap formatında hazırlanacak ödevlerin eksiksiz olarak yapılması, kişisel ve mesleki gelişiminiz açısından büyük önem taşımaktadır. **Unutmayın, bugün size külfet gibi görünen çalışmalar, yarın mesleki başarınıza önemli katkılar sağlayacaktır.**

5.KAYNAKLAR

- [1] ASM International. (2008). ASM handbook, vol. 15: Casting.
- [2] Campbell, J. (2015). Complete casting handbook: Metal casting processes, metallurgy, techniques and design. Butterworth-Heinemann.
- [3] Groover, M. P. (2010). Fundamentals of modern manufacturing: Materials, processes, and systems (4. bs.). John Wiley & Sons.