

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**SOĞUK ÇEKİLMİŞ ELEKTROLİTİK BAKIR TELLERİN
YENİDEN KRİSTALLENME KİNETİĞİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS

Jaber RAOUGUI

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

OCAK 2023

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**SOĞUK ÇEKİLMİŞ ELEKTROLİTİK BAKIR TELLERİN
YENİDEN KRİSTALLENME KİNETİĞİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS

Jaber RAOUGUI

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof.Dr. Kenan YILDIZ

OCAK 2023

Jaber Raougui tarafından hazırlanan “Soğuk Çekilmiş Elektrolitik Bakır Tellerin Yeniden Kristallenme Kinetiğinin İncelenmesi” adlı tez çalışması 27.01.2023 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Jürisi

Jüri Başkanı :	Prof.Dr. Kenan YILDIZ (Danışman) Sakarya Üniversitesi	
Jüri Üyesi :	Prof.Dr. Ahmet ÖZEL Sakarya Üniversitesi	
Jüri Üyesi :	Doç.Dr. Ekrem ALTUNCU Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi	



ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Eğitim-Öğretim Yönetmeliğine ve Yükseköğretim Kurumları Bilimsel Araştırma ve Yayın Etiği Yönergesine uygun olarak hazırlamış olduğum “SOĞUK ÇEKİLMİŞ ELEKTROLİTİK BAKIR TELLERİN YENİDEN KRİSTALLENME KİNETİĞİNİN İNCELENMESİ” başlıklı tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın tüm aşamalarında yukarıda belirtilen yönetmelik ve yönergeye uygun davrandığımı, tezin içerdiği yenilik ve sonuçları başka bir yerden almadığımı, tezde kullandığım eserleri usulüne göre kaynak olarak gösterdiğimi, bu tezi başka bir bilim kuruluna akademik amaç ve unvan almak amacıyla vermediğimi ve 20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince Sakarya Üniversitesi’nin abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Enstitü tarafından belirlenmiş ölçütlere uygun rapor alındığını, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun ortaya çıkması halinde doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi beyan ederim. (27/01/2023).

(imza)

Jaber RAOUGUİ





Babam Mohamed Raougui ve annem Khadija Lachheb'e



TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca bilgi ve tecrübeleriyle, tezin araştırılması-planlanması ve yazılma konusunda beni yönlendiren her türlü desteğini esirgemeyen değerli danışman hocam Prof.Dr. Kenan YILDIZ'a teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam sırasında hoşgörü ve anlayışla yardımlarını esirgemeyen Doç.Dr. Tuba YENER'e, Dr.Öğr.Üyesi Abdulkadir KIZILASLAN'a Arş.Gör. Mustafa DURMAZ'a, Arş.Gör. Erhan DURU'ya, Bartın Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarında görevli Dr. Volkan Murat YILMAZ'a, kardeşlerim Atae ve Amer RAOUGUI ile numunelerin temininde gösterdikleri katkılarından dolayı SARKUYSAN firmasına çok teşekkür ederim.

Jaber RAOUGUI



İÇİNDEKİLER

Sayfa

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ	v
TEŞEKKÜR	ix
İÇİNDEKİLER	xi
KISALTMALAR	xiii
SİMGELER	xv
TABLO LİSTESİ	xvii
ŞEKİL LİSTESİ	xix
ÖZET	xxi
SUMMARY	xxiii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	3
2.1. Bakır ve Alaşımları	3
2.2. Bakır Rezervleri ve Üretimi	9
2.2.1. Bakır rezervleri	9
2.2.2. Pirometalurjik bakır üretimi	12
2.2.3. Hidrometalurjik bakır üretimi	16
2.3. Plastik Şekil Verme ve Yeniden Kristallenme	18
2.3.1. Plastik şekil verme yöntemleri	18
2.3.2. Yeniden kristallenme işlemi	24
3. MALZEME VE YÖNTEM	29
3.1. Malzeme	29
3.2. Yöntem	29
3.2.1. Metalografi çalışmaları	29
3.2.2. Çekme testleri ve deformasyon hesaplamaları	30
3.2.3. İzotermal olmayan kinetik analiz	31
3.3. Kullanılan Cihazlar	32
4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	37
4.1. Metalografik Çalışmalar	37
4.2. Mekanik Özelliklerdeki Değişim	40
4.3. Yeniden Kristallenme Kinetiği	43
5. SONUÇLAR	53
KAYNAKLAR	55
ÖZGEÇMİŞ	59



KISALTMALAR

DSC	: Diferansiyel Tarama Kalorimetrisi
DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
EGA	: Açığa Çıkan Gaz Analizi
HV	: Vickers sertlik
MTA	: Maden Tetkik Arama
TG	: Termogravimetri
UNS	: Birleştirilmiş Sayılama Sistemi



SİMGELER

A_o	: Başlangıç kesit alanı [mm ²]
A_s	: Deformasyon sonrası kesit alanı [mm ²]
β	: Isıtma hızı [°C/dakika]
Cu	: Bakır
d_o	: Başlangıç çapı [mm]
d_s	: Deformasyon sonrası çap [mm]
E_a	: Aktivasyon enerjisi [kJ/mol]
M_t	: Milyon ton
ε	: Deformasyon miktarı
R	: Gaz sabiti [J/mol.K]
T	: Mutlak sıcaklık [K]
T_{erg}	: Ergime sıcaklığı [K]
T_p	: Pik sıcaklığı [K]



TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 2.1. Bakır alaşımları.	4
Tablo 4.1. Bakır tellerde soğuk çekme ile mekanik özelliklerdeki değişimler	43
Tablo 4.2. %33,5 deforme olmuş bakır tel için kinetik veriler.....	44
Tablo 4.3. %63,7 deforme olmuş bakır tel için kinetik veriler.....	45
Tablo 4.4. %33,5 soğuk deformasyona uğramış bakır telde farklı yöntemlere göre yeniden kristallenme aktivasyon enerji değerleri.....	48
Tablo 4.5. %63,7 soğuk deforme olmuş bakır telde farklı yöntemlere göre yeniden kristallenme aktivasyon enerji değerleri	50



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1. Bakırın genel kullanım alanları	3
Şekil 2.2. Bakıra ilave edilen alaşımlama elementleri	4
Şekil 2.3. Saf bakırın kullanım alanları	5
Şekil 2.4. C26000 serisi bakır alaşımının kullanım alanları	6
Şekil 2.5. C36000 serisi bakır alaşımının kullanım alanları	6
Şekil 2.6. C51000 serisi (fosfor bronz) bakır alaşımının kullanım alanları.....	7
Şekil 2.7. C70600 serisi (Cu-Ni) bakır alaşımının kullanım alanları	8
Şekil 2.8. C75200 serisi (Cu-Ni-Ag) bakır alaşımının kullanım alanları	8
Şekil 2.9. Ülkelere göre dünya bakır rezerv payları	9
Şekil 2.10. Ülkelere göre dünya bakır cevher üretim payları	10
Şekil 2.11. Ülkelere göre dünya rafine bakır üretim payları.....	10
Şekil 2.12. Türkiye bakır rezervleri haritası	11
Şekil 2.13. Türkiye rafine bakır üretim rakamları	11
Şekil 2.14. Sülfürlü bakır cevherinin çıkarıldığı bir maden.	12
Şekil 2.15. Sülfürlü cevherlerden pirometalurjik bakır üretimi akım şeması	13
Şekil 2.16. Bakır elektro-rafinasyon tankı	15
Şekil 2.17. (a) Paslanmaz çelik katot (b) bakır kaplanmış katot.....	15
Şekil 2.18. Hidrometalurjik yöntemle bakır üretim akım şeması	17
Şekil 2.19. Bakır cevherinin yığın liçi örneği	18
Şekil 2.20. Plastik şekillendirmenin genel sınıflandırması.....	19
Şekil 2.21. Haddeleme ile plastik şekillendirme.....	21
Şekil 2.22. Dövme ile plastik şekillendirme	21
Şekil 2.23. Ekstrüzyon ile plastik şekillendirme.....	22
Şekil 2.24. Çekme ile plastik şekillendirme	22
Şekil 2.25. Derin çekme ile plastik şekillendirme	23
Şekil 2.26. Eğme ile plastik şekillendirme	23
Şekil 2.27. Kesme ile plastik şekillendirme.....	24
Şekil 2.28. Soğuk işlem sonucu %99.99 saf bakırda depolanan enerji durumu	25
Şekil 2.29. Yeniden kristallenme kademelerindeki değişimler	26
Şekil 2.30. Bakırda başlangıç tane boyutunun yeniden kristallenme süresine etkisi. 27	
Şekil 2.31. Deformasyon miktarının alüminyumda yeniden kristallenme süresine etkisi	27
Şekil 3.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan elektrolitik bakır çubuklar.	29
Şekil 3.2. Metalografik inceleme için bakalite alınmış numuneler.	30
Şekil 3.3. Çekme testi için hazırlanmış numuneler.....	30
Şekil 3.4. Nikon ECLIPSE L150 optik mikroskobu.....	33
Şekil 3.5. LEICE marka mikrosertlik cihazı.	33
Şekil 3.6. INSTRON marka çekme cihazı.	34
Şekil 3.7. HITACHI STA 7300 marka termal analiz cihazı.	34
Şekil 4.1. Başlangıç bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X20).	37
Şekil 4.2. Başlangıç bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X50).	38

Şekil 4.3. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X20).	38
Şekil 4.4. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X50).	39
Şekil 4.5. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X20).	39
Şekil 4.6. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X50).	40
Şekil 4.7. Başlangıç bakır telin gerilme - genleme diyagramı.	41
Şekil 4.8. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır telin gerilme - genleme diyagramı.	41
Şekil 4.9. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır telin gerilme - genleme diyagramı.	42
Şekil 4.10. Başlangıç ve farklı oranda soğuk çekilmiş bakır telin gerilme - genleme diyagramları.	42
Şekil 4.11. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır telin DSC analizleri.	44
Şekil 4.12. %63,7 oranında soğuk çekilmiş telin DSC analizleri.	45
Şekil 4.13. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T^2) - 1000/T$ grafiği.	46
Şekil 4.14. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T) - 1000/T$ grafiği.	46
Şekil 4.15. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta) - 1000/T$ grafiği.	47
Şekil 4.16. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T^{1.92}) - 1000/T$ grafiği.	47
Şekil 4.17. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T^2) - 1000/T$ grafiği.	48
Şekil 4.18. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T) - 1000/T$ grafiği.	49
Şekil 4.19. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta) - 1000/T$ grafiği.	49
Şekil 4.20. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T^{1.92}) - 1000/T$ grafiği.	50

SOĞUK ÇEKİLMİŞ ELEKTROLİTİK BAKIR TELLERİN YENİDEN KRİSTALLENME KİNETİĞİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Bu çalışmada, Gebze-Kocaeli’nde bulunan SARKUYSAN’dan temin edilen bakır telin soğuk çekilmesinin mekanik özelliklere ve yeniden kristallenme davranışına etkileri incelenmiştir.

Soğuk şekil verme işlemleri oda sıcaklığında yapılırken sıcak şekil verme işlemleri daha yüksek sıcaklıklarda yapılmaktadır. Soğuk şekil verme işlemlerinde sadece şekil değişimi olmaz aynı zamanda mikroyapı ve mekanik özelliklerde de değişim olmaktadır. Soğuk şekil verme derecesine bağlı olarak dislokasyon hareketleri ve bunların tane sınırlarında birikmesi sonucu mukavemet ve sertlik değerleri artarken süneklik özelliği azalmaktadır.

Bu çalışmada kullanılan elektrolitik bakır telin başlangıç çapı 11 mm olup soğuk çekme ile önce 9.3 mm’ye, daha sonra 8 mm çapa getirilmiştir. İlk deformasyon miktarı %33.5 ve ikinci deformasyon miktarı %63.7 olarak tespit edilmiştir.

Soğuk deformasyonun mekanik özelliklere etkisini incelemek için yapılan çekme testlerine göre başlangıç çekme mukavemet değeri 255 MPa iken bu değer %33.5 deformasyon sonrası 355.4 MPa değerine ve %63.7 deformasyon sonrasında 426.6 MPa değerine artmıştır. Aynı şekilde akma mukavemeti değeri de 102.4 MPa değerinden önce 121.3 MPa değerine, akabinde de 168.3 MPa değerine artmıştır. Başlangıç numunesinin mikro sertlik değeri 93.5 HV iken %33.5 deformasyon sonrası 116.8 HV değerine, %63.7 deformasyon sonrasında da 121.2 HV değerine çıkmıştır. Başlangıç numunesinin süneklik değeri %43 iken bu değer ik aşamada %24.3 değerine, ikinci kademe de %20.6 değerine düşmüştür.

Metalik malzemelerin soğuk deformasyon sonrası hücre yapıları mekanik olarak stabil olsa da termodinamik olarak stabil değildirler. Daha ileri şekil verme işlemleri için başlangıç yapılarına geri döndürülmeleri gerekmektedir. Geri kazanım, yeniden kristallenme ve tane büyümesi kademelerini içeren tavlama işlemleri de bu amaçla yapılmaktadır. Tavlama sıcaklıkları metalin ergime sıcaklığının %30 – 60 aralığında olmaktadır. Bu sıcaklık, yapıda safsızlık miktarı arttıkça artmaktadır. Yeniden kristallenme işlemine sıcaklık, süre, başlangıç tane boyutu, kompozisyon ve deformasyon miktarı da etki etmektedir.

İzotermal olmayan kinetik çalışması, termal analiz verilerine dayanan termoanalitik bir metottür. Bu çalışmada, soğuk çekilmiş bakır tellerinin modelsiz izotermal olmayan yeniden kristallenme kinetiği, farklı ısıtma hızlarında (10–15–20–25°C/dak) diferansiyel tarama kalorimetrisi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Soğuk işlenmiş elektrolitik bakır tellerin yeniden kristallenme sıcaklıkları, %33.5 oranında soğuk deforme olmuş bakır telde ısıtma hızlarına bağlı olarak 269.9 ile 287.7°C arasında tespit edilirken bu sıcaklık aralığı %63.7 oranında soğuk deforme olmuş bakır telde 256.9 ile 268.9°C arasında olduğu tespit edilmiştir.

Dört farklı yöntem olan Kissenger, $(\ln(\beta/T^2) - 1/T)$, Boswell $(\ln(\beta/T) - 1/T)$, Ozawa $(\ln(\beta) - 1/T)$ ve Starink $(\ln(\beta/T^{1.92}) - 1/T)$ grafikleri pik sıcaklıkları kullanılarak çizilmiştir. Bu grafiklerin eğiminden aktivasyon enerjisi hesaplanmıştır. Buna göre %33.5 oranında soğuk deforme olmuş bakır telde yeniden kristallenme aktivasyon enerjisi değerleri Kissenger yöntemine göre 118.1 kJ/mol, Boswell yöntemine göre 122.6 kJ/mol, Ozawa yöntemine göre 120.2 kJ/mol ve Starink yöntemine göre 110.5 kJ/mol olarak bulunmuştur. %63.7 oranında soğuk deforme olmuş bakır telde bu değer Kissenger yöntemine göre 171.8 kJ/mol, Boswell yöntemine göre 176.2 kJ/mol, Ozawa yöntemine göre 171.9 kJ/mol ve Starink yöntemine göre 172.1 kJ/mol olarak tespit edilmiştir. Buna göre yeniden kristallenme aktivasyon enerjileri %33.5 oranında soğuk deforme olmuş bakır telde 110 – 123 kJ/mol aralığında, %63.7 oranında soğuk deforme olmuş bakır telde ise 171 – 177 kJ/mol aralığında olduğu bulunmuştur.

Bu çalışmadan anlaşılmıştır ki soğuk deformasyon miktarı arttıkça bakır telin mukavemet ve sertlik değerleri artarken süneklik özelliği azalmıştır. İlave olarak soğuk deformasyon oranına bağlı olarak depolanmış enerji miktarı artmış, bunun sonucunda da yeniden kristallenme sıcaklığı azalırken aktivasyon enerjisi artmıştır.

INVESTIGATION OF RECRYSTALLIZATION KINETICS OF COLD DRAWN ELECTROLYTIC COPPER WIRES

SUMMARY

In this study, the effects of cold-drawing of electrolytic copper wire obtained from SARKUYSAN in Gebze-Kocaeli on mechanical properties and recrystallization behavior were investigated. Cold drawing is a metal forming process to obtain dimensionally consistent product and clean surface without scale. Copper rods, bars and wires are manufactured by cold drawing.

Metal forming processes are hot working at elevated temperatures and cold working at room temperature. In cold working of metals and alloys, not only the shape of the material changes, but also its microstructure and mechanical properties. Strength and hardness of metals increases due to the movement of dislocations and move and their collapse at grain borders during cold working. As depending on the degree of cold working, the shaped material becomes harder than the initial form and the cracks may begin to form because of low ductility.

The initial 11 mm diameter electrolytic copper wire was cold drawn, first to 9.3 mm in diameter and then to 8 mm in diameter. The cold deformation rates of copper wire via cold drawing are 33.5% for first drawing stage and 63.7% for second drawing stage. In the metallographic examination of the samples, it was observed that the grains were elongated in the drawing direction with cold drawing.

According to the results in the tensile tests of the samples, while the tensile strength of the initial copper wire was 255 MPa, this value increased to 355.4 MPa after 33.5% cold deformation and to 426.6 MPa for 63.7% cold deformation. Moreover the yield strength of the initial copper wire was 102.4 MPa, this value increased to 121.3 MPa after 33.5% cold deformation and to 168.3 MPa for 63.7% cold deformation. It was observed that the tensile strength and yield strength of electrolytic copper wire increased with increasing degree of cold drawn deformation. Likewise, the microhardness values of the samples increased from 93.5 HV to 116.8 HV for 33.5% cold deformation and 121.2 HV for 63.7% cold deformation. The ductility value of the samples decreased from 43% to 24.3% for 33.5% cold deformation and 20.6% for 63.7% cold deformation. As a result of work hardening, also known as strain hardening, of electrolytic copper wire, there has been an increase in internal energy associated with an increase in dislocation density.

After cold working of metallic materials, their cell structures are mechanically stable, but they are not thermodynamically stable. These metallic materials can be returned to their original states by annealing that is a heat treatment process for further cold working. The annealing process ensures a strain-free structure and improves ductility and toughness. Annealing process has three steps; recovery, recrystallization and grain growth. This treatment is carried out at the temperature that is 30 – 60% of melting temperature of material. Recovery step is a low temperature process and it restores physical properties without changing in microstructure. There are entangled

dislocation networks and point defects in the microstructure of a cold worked microstructure. During recovery step, dislocations in structure move and rearrange. Residual stresses decrease and remove in this step. The driving force for recovery and recrystallization in structure is the stored energy due to cold working. In the recrystallization step, dislocations in structure start to polygonized and annihilated. The dislocation density decreases during this step and this situation promotes higher ductility and lower strength in the material. The temperature, time, initial grain size, composition and the degree of deformation affect the crystallization temperature.

The recrystallization process starts upon heating cold-worked metallic parts to temperatures in the range of 30 – 50% of the melting temperature of metal. In addition, the recrystallization temperature depends strongly on the purity of metals. Impure metals may not be recrystallized up to temperature of 50 – 70% of the melting temperature in Kelvin unit.

The traditional methods of kinetic analysis is based on fitting data to reaction models via isothermal studies. In non-isothermal kinetics, the use of the traditional methods results in uncertain values of Arrhenius parameters that can not be compared meaningfully with isothermal values. The alternative model-free methods are based on the isoconversional method. The model-free methods for both isothermal and non-isothermal kinetics studies avoid the problems that come from the ambiguous evaluation of the reaction model. The model-free methods allows the dependence of the activation energy on the extent of conversion to be determined and this acceptance provides reliable reaction rate predictions.

The non-isothermal kinetics is a thermoanalytical method based on differential thermal analysis data, thermogravimetric analysis data and differential scanning calorimetry data. Nowadays a detailed examination for reaction mechanism is less important than the process optimization by investigating the effects of experimental conditions on the reaction rates.

In this study, the model-free non-isothermal recrystallization kinetics of cold drawn copper wires was performed by using differential scanning calorimetry (DSC) with different heating rates (10–15–20–25°C/min). The recrystallization temperatures of the cold-worked electrolytic copper wire reduced to 33.5% from its primary cross-section are between 269.9 and 287.7°C, corresponding to four different heating rates. These temperatures for the cold-worked electrolytic copper wire reduced 63.7% are between 256.9 and 268.9°C, corresponding to four different heating rates.

The graphics of Kissenger ($\ln(\beta/T^2) - 1/T$), Boswell ($\ln(\beta/T) - 1/T$), Ozawa ($\ln(\beta) - 1/T$) and Starink ($\ln(\beta/T^{1.92}) - 1/T$) were drawn using peak temperatures, where R is gas constant (J/mol.K), T is peak temperature (K) and β is heating rate (K/min). The slopes of the graphics are equal to $-E/R$, where E is activation energy (kJ/mol). The calculated activation energies for 33.5% of cold-worked copper wire are 118.1 kJ/mol for Kissenger method, 122.6 kJ/mol for Boswell method, 120.2 kJ/mol for Ozawa method and 110.5 kJ/mol for Starink method. The calculated activation energies for 63.7% of cold-worked copper wire are 171.8 kJ/mol for Kissenger method, 176.2 kJ/mol for Boswell method, 171.9 kJ/mol for Ozawa method and 172.1 kJ/mol for Starink method. As a result, the activation energy of recrystallization for 33.5% cold deformed copper wire is in the range of 110 – 123 kJ/mol and this value for 63.7% cold deformed copper wire is in the range of 171 – 177 kJ/mol.

It is understood from this study that as the amount of cold deformation increases, the strength and hardness of the electrolytic copper wire increases and its ductility

decreases. In addition, the amount of stored energy increased depending on cold deformation, so the recrystallization temperature decreased slightly and the activation energy increased.



1. GİRİŞ

Bakır, insanlığın kullandığı en eski metallere biridir. Sümerler, Mısırlılar, Yunanlılar, Romalılar ve Çinliler eski zamanlarda bakırı özellikle bronz (Cu-Sn) ve daha sonraları da pirinç (Cu-Zn) olarak dekoratif ve diğer başka amaçlarla kullanmışlardır. Antik dönemden Orta Çağ ve Rönesans dönemlerine kadar bakır askeri amaçlarla, kilise çanları gibi artistik uygulamalar, aletler ve çeşitli fonksiyonel malzemeler için kullanılmıştır. Sanayi devrimiyle birlikte bakır ve bakır alaşımlarının üretimi ve tüketiminde muazzam bir artış olmuştur. 1831 yılında Faraday tarafından elektromanyetik indüksiyon keşfi, 1866 yılında Werner von Siemens tarafından elektrik dinamosunun keşfi, 1878 yılında Thomas Edison tarafından ampulün keşfi ve bu bilim adamı tarafından 1882 yılında ilk elektrik güç üretim tesisinin yapılması ile bakırın elektrik alanındaki kullanımı da artmıştır. Günümüzde bakır, modern güç üretim tesislerinde anahtar metal olmaya devam etmektedir (ASM, 2001).

Elektrolitik bakır, bakır cevherinden metalik bakır üretiminde elektroliz işlemiyle yapılan rafinasyon ve saflaştırma sonrası elde edilmektedir. Elektroliz işlemi ile yapılan saflaştırma sonrası %99,999 Cu içeren elektrolitik bakır elde edilmektedir. Bu sayede elektriksel iletkenlik açısından bakırın kalitesi artmaktadır. Bu sayede işlenebilirlik özelliği de arttığından kolaylıkla tel ve levha haline getirilebilirler. Çok iyi termal ve elektriksel özelliklerinden dolayı elektrik kablolarında, klimalardaki bakır borularında kullanılmaktadır (Sumitomo Metal Mining, 2022).

Metal ve alaşımları haddeleme, derin çekme ve tel çekme gibi plastik şekil verme işlemleriyle ara ürün veya son ürün haline getirilirler. Bu işlemler sıcak veya soğuk olmak üzere kademeli olarak yapılmaktadır. Plastik şekil verme işleminin tek kademede gerçekleştirilememesinin nedeni, yapıda oluşacak kırılma ve yırtılmalardır. Bu nedenle gerekli olduğu hallerde yeniden kristallenme işlemi yapılarak malzeme yapısı plastik şekil verme işlemi öncesine getirilmekte ve bu sayede plastik şekil verme işlemine devam edilebilmektedir. Plastik şekil verme işlemi esnasında dislokasyon yoğunluğunun artması ile yapıda süneklik özelliği azalmakta ve şekil verilebilme kabiliyeti azalmaktadır (Raougui, 2021; Grecu, 2021).

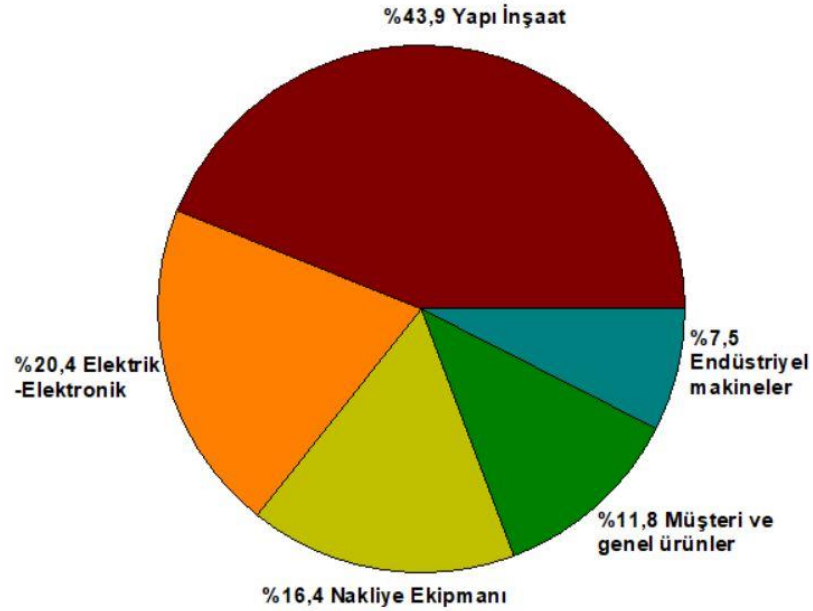
Bu tez çalışmasında, Gebze/Kocaeli'nde bulunan SARKUYSAN Elektrolitik Bakır Sanayi ve Ticaret Anonim Şirketi'nden bakır filmaşından farklı miktarlarda soğuk çekilmiş elektrolitik bakır çubuğun mekanik özelliklerindeki değişimler incelenmiştir. İlave olarak soğuk çekilmiş elektrolitik bakır çubukta yeniden kristallenme davranışı izotermal olmayan yöntemle, Kissenger, Ozawa, Boswell ve Starink modelleri kullanılarak incelenmiştir.



2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

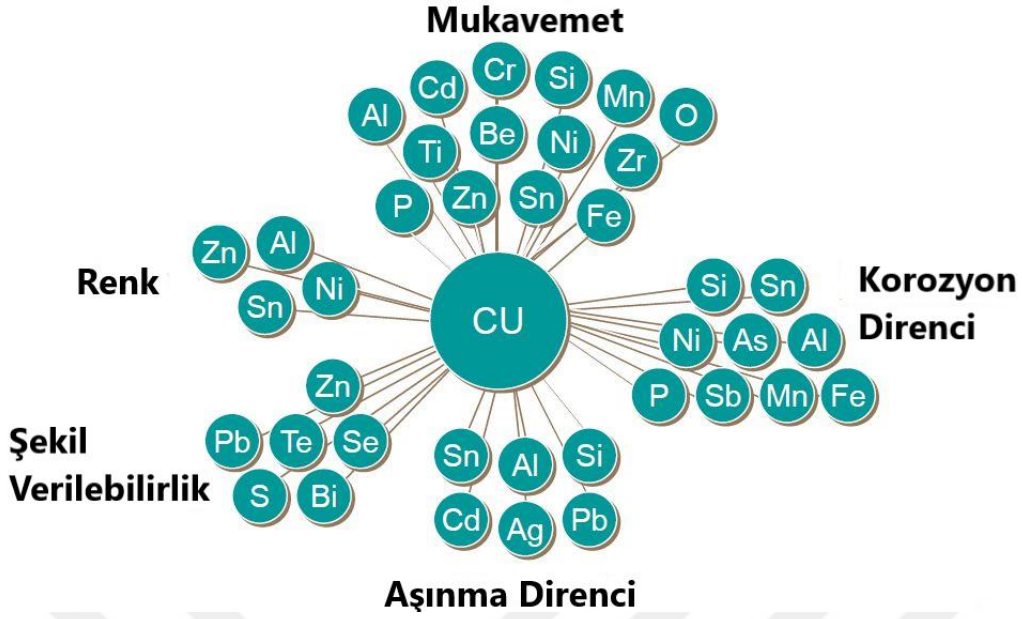
2.1. Bakır ve Alaşımları

Bakır yüzey merkezli kübik yapıda, $8,89 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğa sahip, atom numarası 29 ve mol ağırlığı $63,54 \text{ g/mol}$ olan bir elementtir. Saf bakırın ergime sıcaklığı 1083°C olup mükemmel elektriksel iletkenlik, şekil verilebilirlik, korozyona direnç ve biyofonksiyonel özelliklere sahiptir. Bakırın genel kullanım alanları Şekil 2.1.'de verilmiştir.



Şekil 2.1. Bakırın genel kullanım alanları (Michel, 2013).

Bakır alaşımları Birleştirilmiş Sayılama Sistemi (UNS – Unified Numbering System) ile tanımlanmaktadır. 1975 yılında başlayan bu tanımlama bir alaşım için 3 sayı içerirken günümüzde C ile birlikte 5 sayı içermektedir. Şekil 2.2.'de belirli özellikleri sağlamak için bakıra katılan alaşımlama elementlerini göstermektedir (Michel, 2013; The Copper Advantage, 2022). Dövme bakır ürünleri UNS C10000 ile UNS C79999 aralığında iken dökme bakır ürünleri UNS C80000 ile UNS C99999 aralığındadır. Bu alaşım türleri Tablo 2.1.'de verilmiştir.



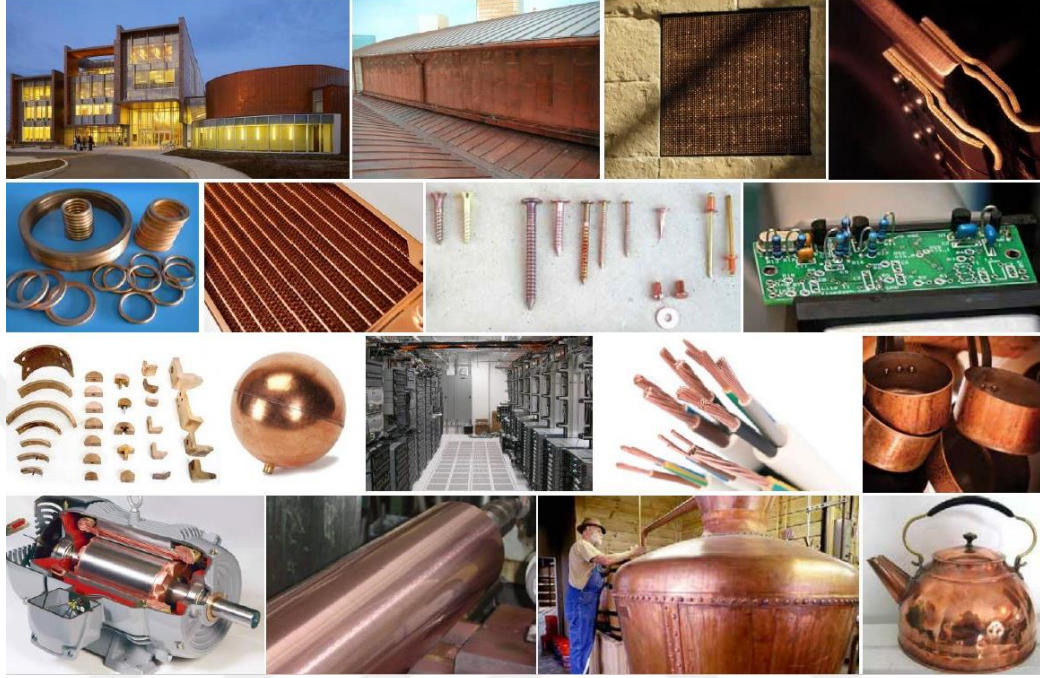
Şekil 2.2. Bakıra ilave edilen alaşımlama elementleri (Michel, 2013).

Tablo 2.1. Bakır alaşımları (Michel, 2013).

Dövme Bakır Alaşımları	
C100XX – C150XX	Ticari saf bakır
C151XX – C199XX	Yaşlanma ile sertleştirilmiş Cu (Cd, Be, Cr, Fe ile)
C2XXXX	Cu – Zn alaşımları (Pirinç)
C3XXXX	Cu – Zn – Pb alaşımları (Kurşunlu pirinç)
C4XXXX	Cu – Zn – Sn (Kalay bronzu)
C5XXXX	Cu – Sn ve Cu – Sn – Pb (Fosfor bronz alaşımları)
C6XXXX	Cu – Al ve Cu – Si bronzları
C7XXXX	Cu – Ni ve Cu – Ni – Zn alaşımları
Dökme Bakır Alaşımları	
C800XX – C811XX	Ticari saf bakır
C813XX – C828XX	%95-99 Cu
C833XX – C899XX	Cu – Zn alaşımları (Sn, Pb, Mn veya Si içerir)
C9XXXX	Diğer alaşımlar (Kalay bronzu, Alüminyum bronzu, Bakır Nikel)

Saf bakır yumuşak olup yüksek elektrik ve termal iletkenliğe sahiptir. Şekil 2.3.'de gösterildiği gibi saf bakırın genel olarak kullanıldığı alanlar olarak otomotiv sektörü (sızdırmaz conta, radyatör), mimari sektör (ön cephe, yağmur olukları, çatı), elektrik

sektörü (iletken tel, terminal, kontaktlar, radyo parçaları), bilgisayar donanımları (lehimleme bakır, birleştirme elemanları, ufak çiviler, çatal pimler) ve değişik kullanım alanları (anotlar, kimyasal proses ekipmanları, baskı ruloları, döner bandlar) verilebilir.



Şekil 2.3. Saf bakırın kullanım alanları (Michel, 2013).

Pirinç, bakır ve çinkodan üretilen alaşımlardır. İyi bir mukavemete ve sünekliğe sahiptirler. %35'e kadar çinko içerdiklerinde kolay şekil verilebilirler. İçerdikleri çinko miktarına bağlı olarak renkleri kırmızıdan altın sarısına kadar değişmektedir. Çinko miktarının artmasıyla soğuk şekil verilebilme kabiliyeti azalmaktadır. %39'dan daha fazla çinko içeren pirinçlerin sıcak şekillendirme özellikleri iyi olmasına karşın soğuk şekil verilebilme özelliği sınırlıdır. Bu pirinçler oda sıcaklığında yüksek mukavemete ancak düşük sünekliğe sahiptirler. Pirinçler yay, yangın söndürücü, mücevher, radyatör petekleri, mühimmat, esnek hortum, sıhhi tesisat armatörleri, dekoratif donanım, mimari eşyalar, alçak basınç valfleri, dişliler ve rulmanlarda kullanılmaktadır.



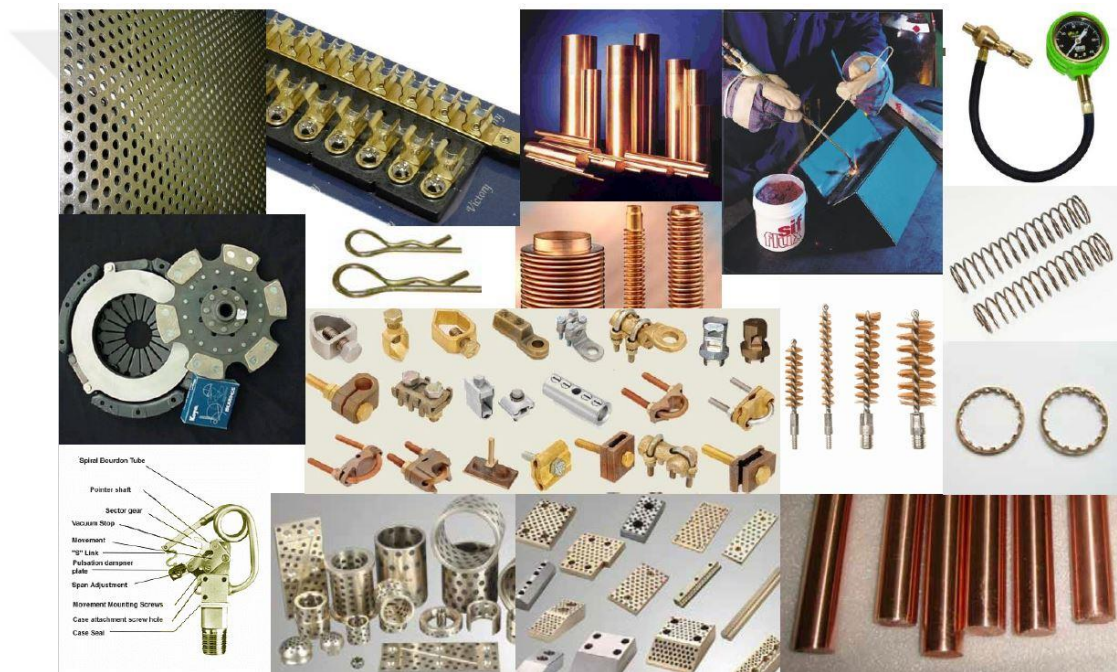
Şekil 2.4. C26000 serisi bakır alaşımının kullanım alanları (Michel, 2013).



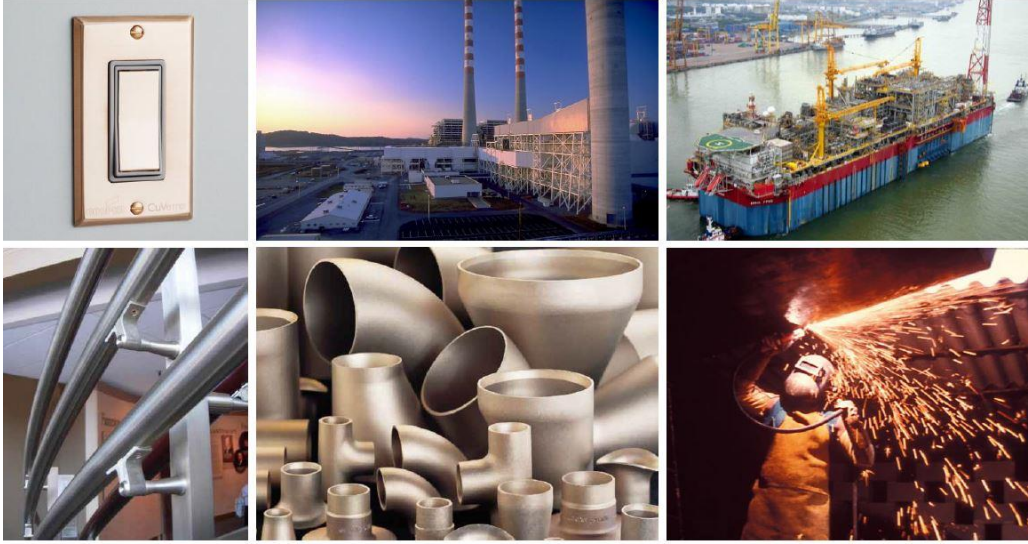
Şekil 2.5. C36000 serisi bakır alaşımının kullanım alanları (Michel, 2013).

Kalay pirinçleri bakır, çinko (% 2 - 40) ve kalaydan (% 0,2 – 3) oluşmuş alaşımdır. Bu alaşımlar yüksek mukavemetli bağlantı elemanları, elektrik konnektörleri, yaylar, korozyona dayanıklı mekanik ürünler, deniz donanımları, pompa milleri ve korozyona dayanıklı vida ve makine parçalarının üretiminde kullanılmaktadır. Normal pirinçlerle karşılaştırıldığında daha iyi mukavemete ve artan korozyon direncine sahiptirler.

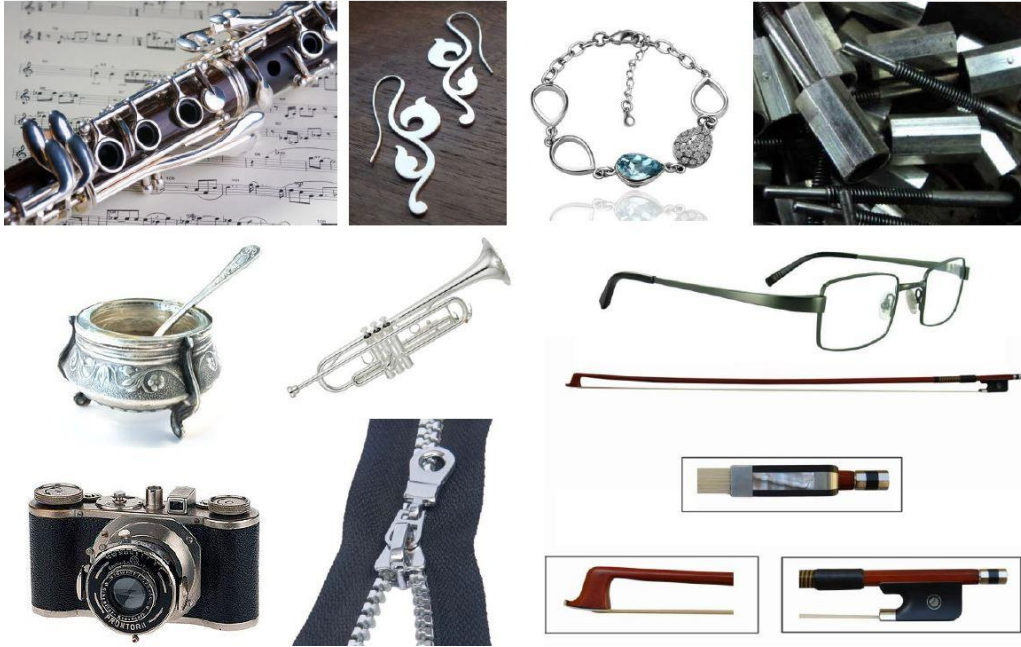
Bakır – Nikel alaşımları, % 2 – 30 aralığında nikel içermektedir ve yüksek korozyon direnci ile termal stabilite özelliğine sahiptirler. Demir, krom, niobyum ve/veya mangan ilavesiyle mukavemet ve korozyon direnci geliştirilmektedir. Buhar ve nemli hava ortamında yüksek korozyon direncine sahiptirler. Nikel ilavesi arttıkça alaşımın deniz suyu ortamında da korozyon direnci artmaktadır. Bu amaçla deniz araçlarında, deniz üzerindeki platformlarda tercih edilmektedir.



Bazen kalay bronzları olarak da ifade edilen fosfor bronzları % 0,5 – 11 aralığında kalay (Sn) ile % 0,01 – 0,35 aralığında fosfor (P) içermektedir. Kalay çekme mukavemeti ve korozyon direncini artırır. Fosfor ise aşınma direnci ve sertliği artırır. Fosfor bronzları yüksek yorulma direnci, mükemmel şekil verilebilirlik, lehimlenebilirlik ve yüksek korozyon direncine sahiptirler. Elektrik ürünlerinde, korozyon direnci istenen körüklerde, diyaframlarda ve rondelalarda kullanılmaktadır.



Şekil 2.7. C70600 serisi (Cu-Ni) bakır alaşımının kullanım alanları (Michel, 2013).



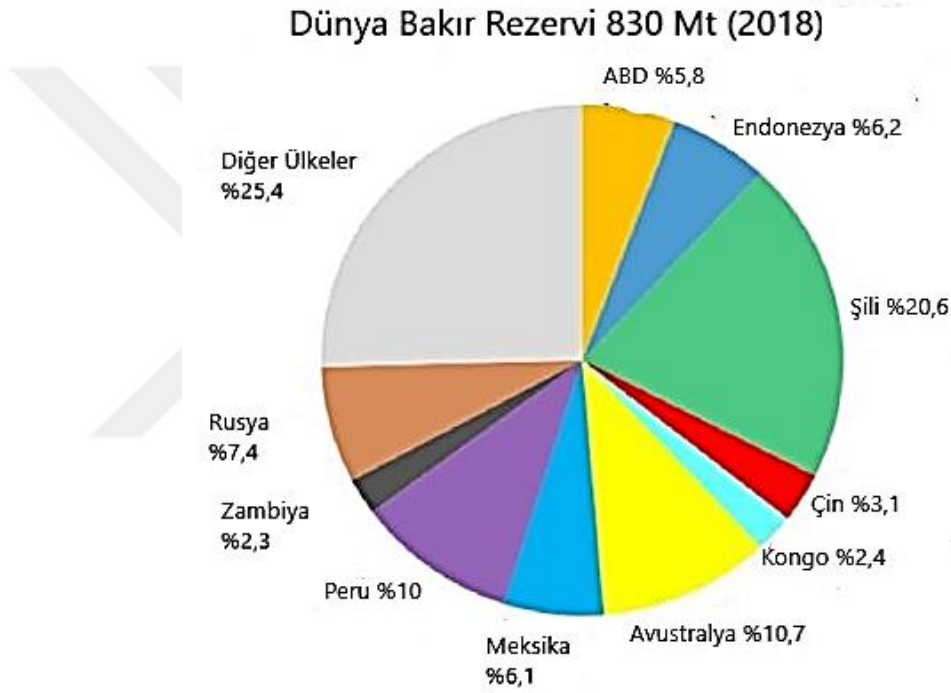
Şekil 2.8. C75200 serisi (Cu-Ni-Ag) bakır alaşımının kullanım alanları (Michel, 2013).

Aluminyum bronzları da % 6 – 12 alüminyum (Al), % 6'ya varan oranlarda demir ve nikel içermektedir. Yüksek mukavemetin yanı sıra mükemmel korozyon ve aşınma direncine sahiptirler. Bu alaşımlar deniz suları, maden suları, oksitleyici özelliği olmayan asitler ve endüstriyel proses sıvılarının işlenmesinde kullanılan pompa ve valf bileşenlerinde kullanılmaktadır (Michel, 2013; The Copper Advantage, 2022).

2.2. Bakır Rezervleri ve Üretimi

2.2.1. Bakır rezervleri

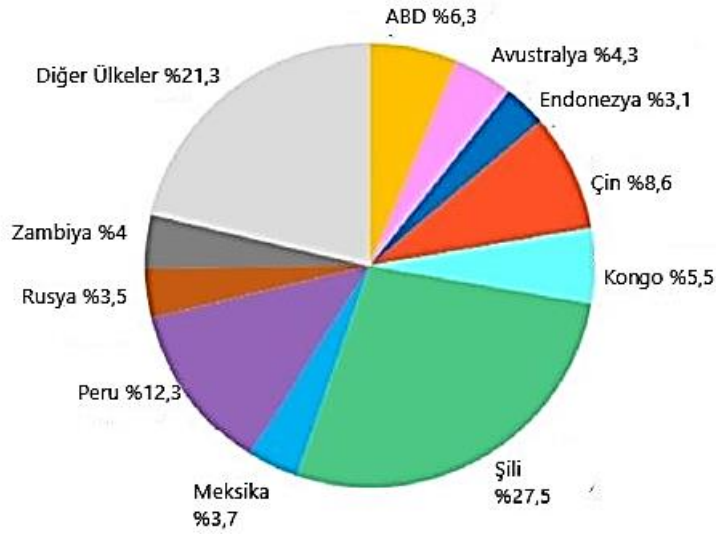
Bakırın temel mineralleri sülfürlü ve karbonatlıdır. Sülfürlü cevherleri kalkopirit (CuFeS_2) ve bornit (Cu_5FeS_4) olup genelde pirit (FeS_2) ile birlikte bulunurlar. Ayrıca az miktarda As, Sb, Bi, Ni, Pb, Mo ve Zn sülfürleri ve Au ve Ag gibi değerli bileşenleri içerirler. Diğer önemli sülfürleri kalkosit (Cu_2S) ve kovelittir (CuS). Okside olmuş ve karbonatlı mineralleri ise malahit ($\text{CuCO}_3\text{Cu}(\text{OH})_2$) ve azurittir ($\text{CuOSiO}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (Sevryukov, 1975; Coudurier ve ark., 1985).



Şekil 2.9. Ülkelere göre dünya bakır rezerv payları (Liu ve ark., 2020).

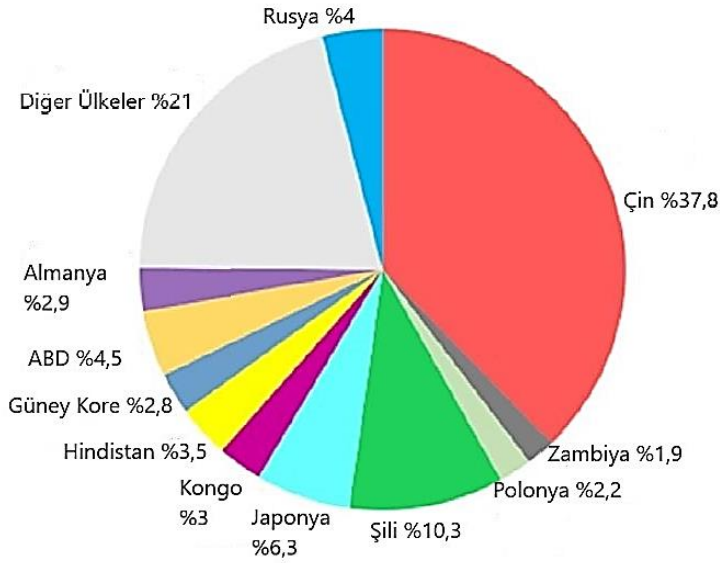
Şekil 2.9.'da 2018 yılı rakamlarına göre bakır rezervlerinin bulunduğu ülkeler ve payları görülmektedir. Bu verilere göre dünyada en çok bakır rezervlerinin bulunduğu ülkelerin başında Şili gelmektedir. Bu ülkeyi sırasıyla Avustralya, Peru, Rusya ve Endonezya takip etmektedir. Şekil 2.10.'da ise 2017 yılı rakamlarına göre bakır madenciliği yapan ülkeler paylarıyla birlikte verilmiştir. Üretimde de başı Şili çekerken Peru, Çin ve Kongo üretimde ön plana çıkmaktadır (Liu ve ark., 2020).

Dünya Bakır Madeni Üretimi 20 Mt (2017)



Şekil 2.10. Ülkelere göre dünya bakır cevher üretim payları (Liu ve ark., 2020).

Dünya Rafine Bakır Üretimi 23,5 Mt (2017)

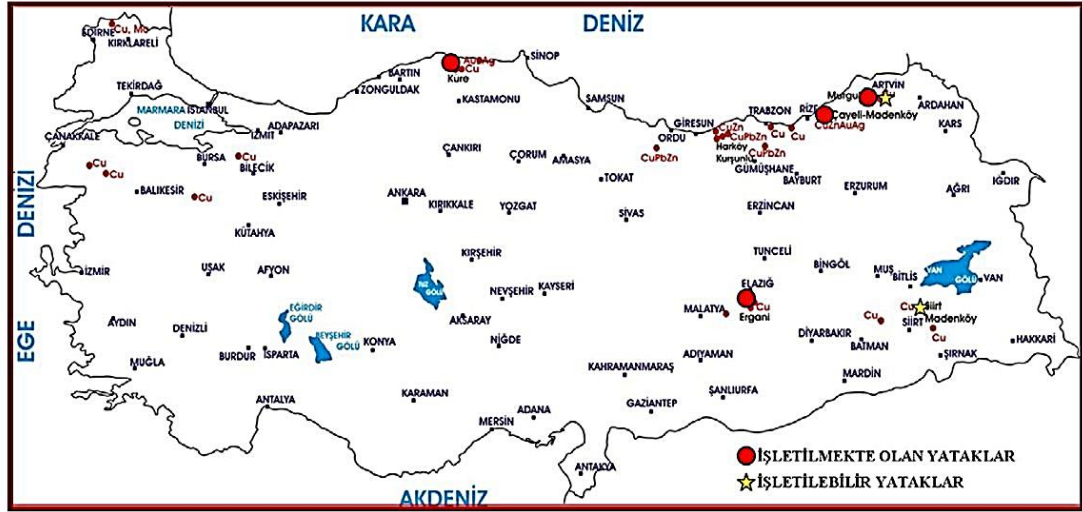


Şekil 2.11. Ülkelere göre dünya rafine bakır üretim payları (Liu ve ark., 2020).

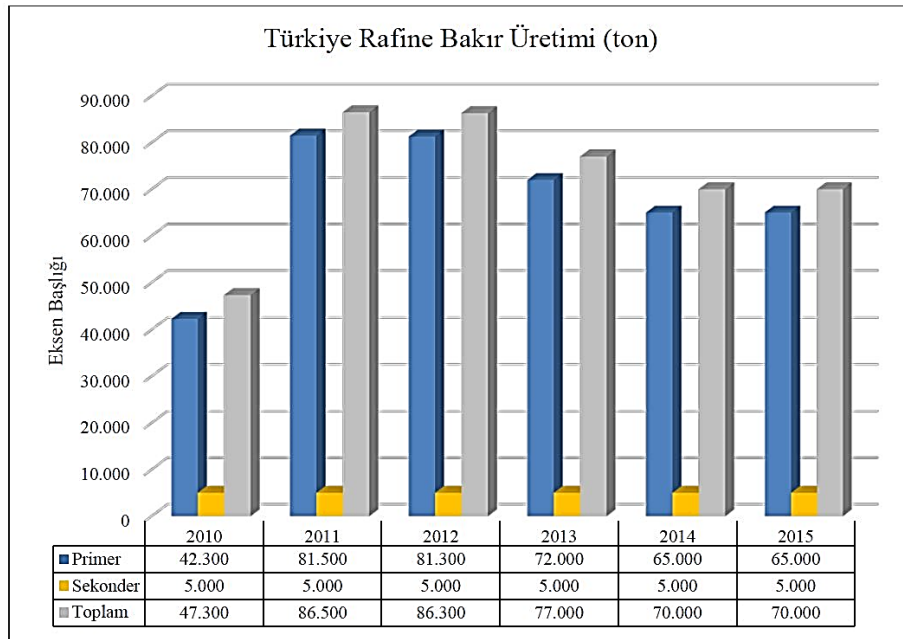
Şekil 2.11.'de ise dünya genelinde ülkelerin rafine bakır üretim payları verilmiştir. Burada verilen bilgilere göre 2017 yılı itibarı ile en çok rafine bakır üretimi yapan ülke Çin olup bu ülkeyi sırasıyla Şili ve Japonya gelmektedir (Liu ve ark., 2020).

Türkiye'de bakır rezervleri genelde Karadeniz ve Güney Doğu Anadolu bölgelerinde bulunmaktadır. Görünür + muhtemel bakır rezervi metalik Cu olarak 3,6 milyon ton olduğu ifade edilmiştir. 2020 yılında MTA aramaları sonucunda bakır kaynağının 4 milyon tonun üzerinde olduğu belirtilmiştir. Şekil 2.12.'de verilen haritaya göre

önemli bakır yatakları Amasya, Artvin, Çanakkale, Elazığ, Giresun, Kastamonu, Rize, Siirt, Sivas, Trabzon illerinde bulunmaktadır (Ünal ve ark., 2021).



Şekil 2.12. Türkiye bakır rezervleri haritası (Ünal ve ark., 2021).



Şekil 2.13. Türkiye rafine bakır üretim rakamları (Ünal ve ark., 2021).

Şekil 2.13.'de verilen Türkiye'nin rafine bakır üretim değerleri 2015 yılında 65 bin ton cevherden ve 5 bin ton hurdadan olmak üzere toplamda 70 bin ton üretim gerçekleşmiştir (Ünal ve ark., 2021). 2017 yılında 110 bin ton bakır metali üretiminin gerçekleştiği belirtilmiştir (Eken, 2021).

2.2.2. Pirometalurjik bakır üretimi

Cevherden bakır üretiminin yaklaşık %80'i sulu çözeltilerde kolay çözünmeyen Cu – Fe – S esaslı cevherlerden yapılmaktadır. Dolayısıyla cevherden bakır üretiminin çoğu pirometalurjik yöntemle gerçekleştirilmektedir (Schlesinger ve ark., 2011). Şekil 2.14.'de açık bakır madencilik işlemleri yapılan bir maden bölgesi görülmektedir.



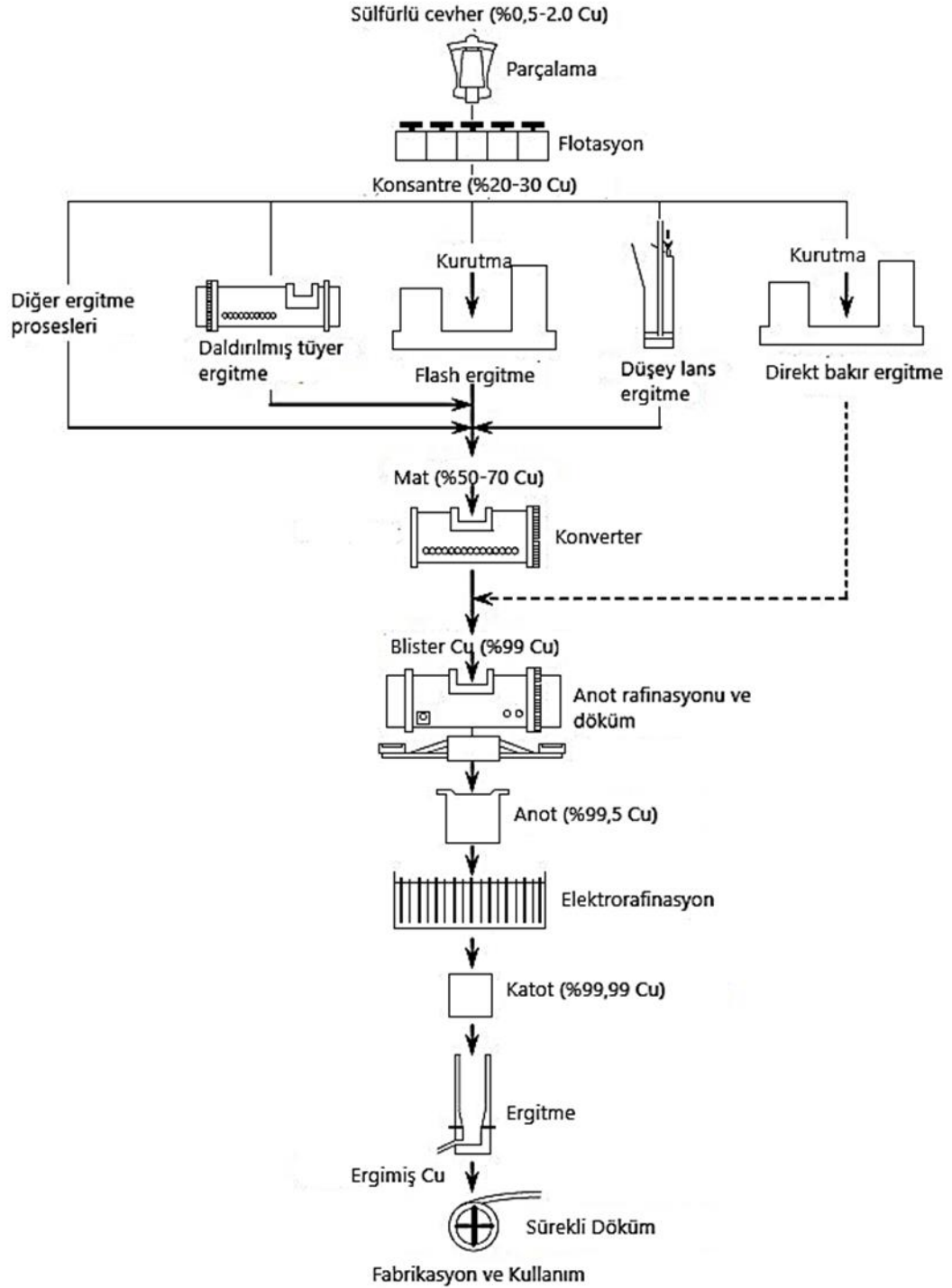
Şekil 2.14. Sülfürlü bakır cevherinin çıkarıldığı bir maden (Boden ve ark., 2018).

Pirometalurjik yöntemle sülfürlü cevherlerden bakır üretiminin genel akım şeması Şekil 2.15.'de verilmiştir.

Sülfürlü cevherlerden bakır üretiminin temel kademeleri;

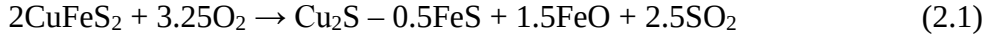
- Cevherdeki Cu – Fe – S ve Cu – S partiküllerinden flotasyon yoluyla konsantre üretimi
- Yüksek oranda bakır içeren sıvı mat etmek için bu konsantrenin ergitilmesi
- Ergimiş sıvı matın safsızlıklar içeren sıvı bakıra dönüştürülmesi (konvertisaj)
- Ateşte ve elektro-rafinasyonla safsızlıklar içeren bakırın yüksek saflıkta bakıra dönüştürülmesi (Schlenger ve ark., 2011).

Bakır cevherlerinde genel olarak bakır içeriği % 0,5 – 2 arasında olduğundan doğrudan ergitme yapmaya uygun değildir. Bu amaçla flotasyon adı verilen cevher zenginleştirme yöntemi ile bakır içeriği yüksek (yaklaşık %30) konsantre elde edilmektedir.



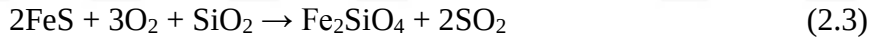
Şekil 2.15. Sülfürlü cevherlerden pirometalurjik bakır üretimi akım şeması (Sclenger ve ark., 2011).

İkinci kademe konsantreden sıvı mat elde etme işlemidir. Bu işlem yaklaşık 1250°C sıcaklığa sahip fırınlarda gerçekleştirilir. Ergitmenin temel amacı Cu – Fe – S konsantresinden kükürt (S) ve demiri (Fe) oksitlemek ve bakırca zengin ergimiş sülfür fazı yani mat elde etmektir.



Konsantredeki gang mineralleri ergimiş cürufu çözünürler. Reaksiyon (2.1) ve (2.2) ekzotermik reaksiyonlar olup ergitme prosesi için gerekli ısıyı da sağlarlar. Ergitme ürünleri, konsantredeki bakırın çoğunu içeren ergimiş sıvı mat (% 45 – 75 Cu) ve mümkün olduğunca çok az bakır içeren ergimiş oksit cürufudur. Ergimiş mat safsızlıklar içeren ergimiş bakır elde etmek için bir konverterde okside edilir. Bu işlemlerde ortaya çıkan ve SO₂ içeren baca gazları (% 10 – 60 SO₂) çevre için oldukça zararlıdır, bu nedenle atmosfere gönderilmez ve sülfürik asit (H₂SO₄) üretiminde değerlendirilmektedir.

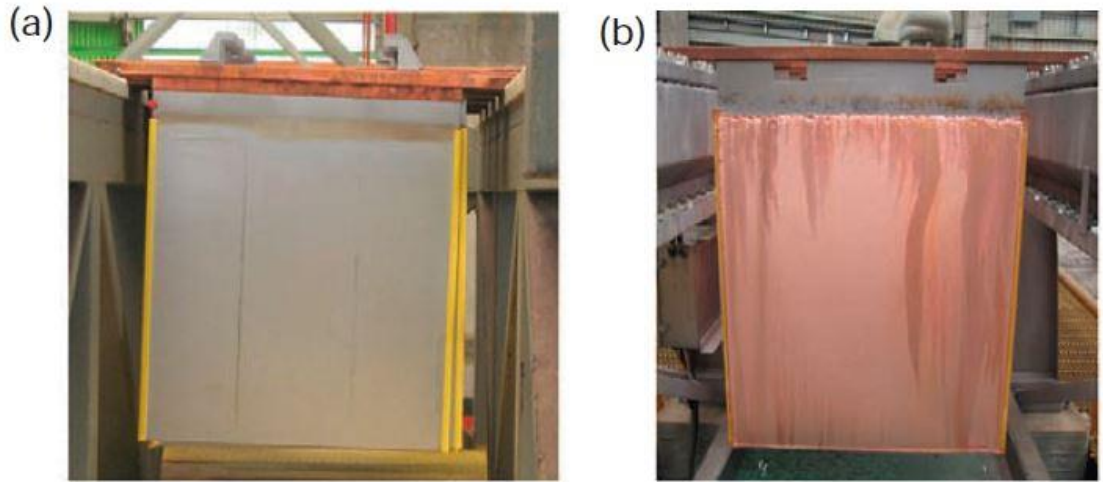
Bakır matının konvertisaj işlemi ergimiş matın havayla veya oksijenle zenginleştirilmiş havayla oksidasyonudur. Bu işlemde mattaki Fe ve S uzaklaştırılarak ergimiş ham bakır (% 99 Cu) elde edilmektedir. Bu işlem Reaksiyon (2.3) ve (2.4)'de gösterildiği gibi iki kademe gerçekleşir.



Elde edilen bakıra blister bakır denilmektedir. Konverterde oluşan cüruf % 4 – 8 Cu içermektedir. Bu nedenle bu cüruflar bakırın geri kazanılması için flotasyon kademesine gönderilmektedir. Konverterden gelen bakır yüksek saflıkta bakır elde etmek için elektrokimyasal olarak rafine edilirler. Elektorafınasyon işlemi için sıvı bakır anotlar halinde dökülmektedir. Bu anotlar, blister bakırdan kükürt ve oksijenin giderilmesiyle üretilmektedir.



Şekil 2.16. Bakır elektro-rafinasyon tankı (Copper Alliance, 2022).



Şekil 2.17. (a) Paslanmaz çelik katot (b) bakır kaplanmış katot (Schlenger ve ark., 2011).

Bakırın elektro rafinasyonunda, elektroliz hücresinde bulunan $\text{CuSO}_4 - \text{H}_2\text{SO}_4 - \text{H}_2\text{O}$ içeren elektrolit içerisine safsızlık içeren anotlardan elektrokimyasal bakırın çözünmesi başlar. Elektrolit içindeki çözünmüş olan bakır daha sonra elektrokimyasal olarak paslanmaz çelik katotlar üzerine, anottaki safsızlıklar olmadan saf halde kaplanır. Katottaki safsızlıklar (Au, Pt, Pb, Sn gibi) elektrolitte çözünmezler ve elektroliz hücresinde anot çamuru olarak birikirler. Bu değerli çamur içerisindeki bileşenlerin kazanılması için değerlendirilmektedir. Bakırın katotlar üzerine çökme işlemi 7 ila 14 gün sürmektedir. Daha sonra katotlar elektroliz hücresinden çıkarılır, üzerindeki bakır sıyrılarak elde edilir. Bu elde edilen bakıra da elektrolitik bakır adı

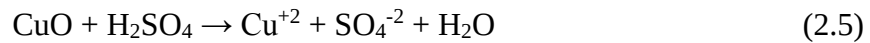
verilmektedir (Moore ve ark., 1981; Rosenqvist, 1983; Rao, 1985; Habashi, 1986a; Bor, 1989; Schlenger ve ark., 2011).

2.2.3. Hidrometalurjik bakır üretimi

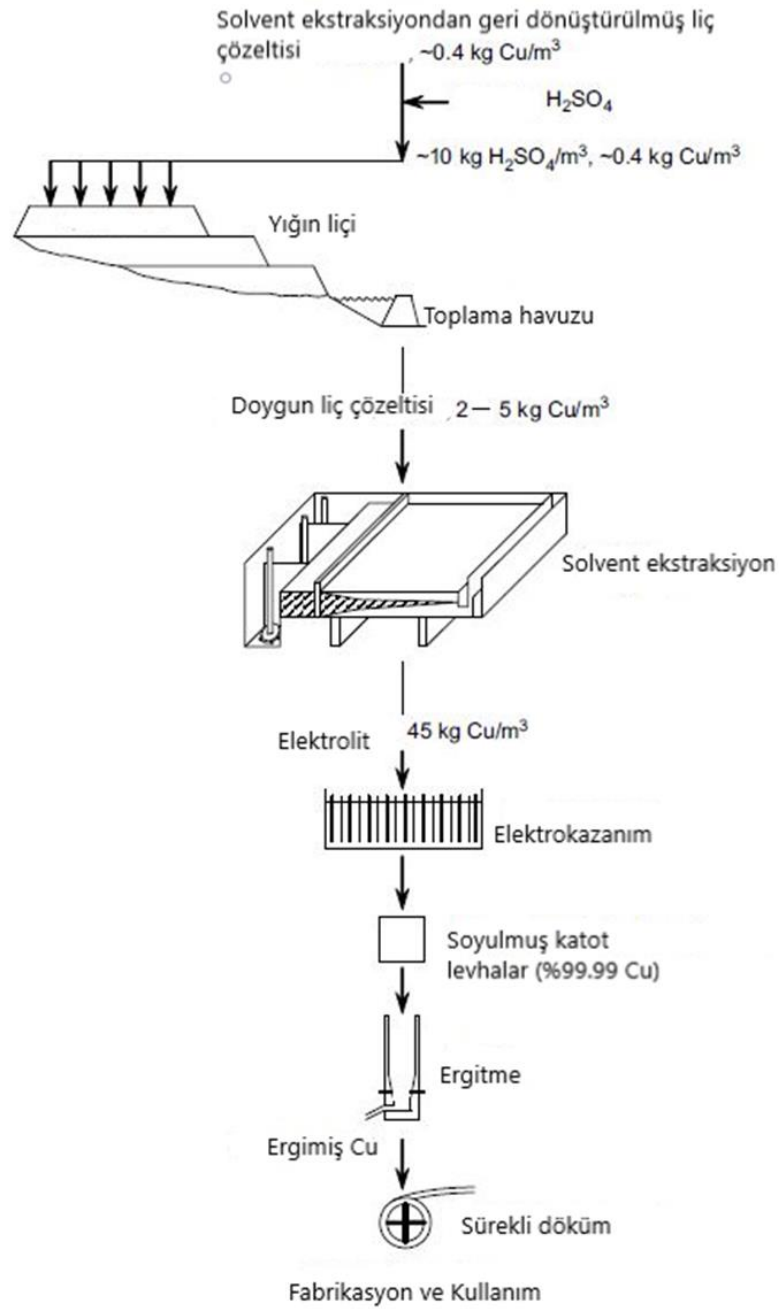
Hidrometalurjik yöntemle bakır cevherlerinden bakır üretiminin genel akım şeması Şekil 2.18.'de verilmiştir. Hidrometalurjik yolla bakır üretiminin temel kademeleri;

- Safsızlıklar içeren ve bakır içeren sulu çözelti elde etmek için parçalanmış cevherden bakırın sülfürik asitle liç işlemi
- Bakırın safsızlıklar içeren çözeltiden solvent ekstraksiyon yoluyla saf ve yüksek bakırlı elektrolite transferi
- Saf elektrolitten elektro-kaplama ile katot bakırın eldesi (Schlenger ve ark., 2011).

Bu yolla bakır üretiminin yapıldığı cevherler genel olarak karbonatlı, hidroksi-silikatlı olanları da içeren oksitli cevherler ve kalkosit (Cu_2S) gibi sülfürlü cevherlerdir. Kalkosit cevherinin liç işleminde oksidasyon gerektiğinden bakteri liçi tercih edilmektedir. Hidrometalurjik bakır üretiminde kullanılan ve düşük tenörlü (% 0,5 Cu) bakır cevheri kırma ve parçalama işleminden sonra yığın haline (Şekil 2.19) getirilir. Bu yığın üzerine sülfürik asit çözeltisi gönderilir ve Reaksiyon (2.5)'deki çözünme gerçekleşir.



Bu çözündürme işlemi birkaç ay sürmektedir ve bakırca doymuş çözelti bir havuzda toplanmaktadır. Yığın liçinden gelen çözelti 1 – 6 kg Cu/m³ ve bunun yanı sıra demir ve mangan gibi safsızlıklar içermektedir. Bu çözelti bakırca oldukça seyreltik ve safsızlıklar içerdiğinden dolayı elektro-kaplama işlemine gönderilmeden önce solvent ekstraksiyon işlemi gerçekleştirilmelidir.



Şekil 2.18. Hidrometalurjik yöntemle bakır üretim akım şeması (Schlenger ve ark., 2011).

Solvent ekstraksiyon işleminde liç işleminden gelen doymuş çözeltideki bakır organik bir çözücü kullanılarak ayrıştırılarak kazanılır. Daha sonra bakır yüklü organik çözücüler gravitasyonla ayrıştırılır ve akabinde soyma işlemi ile yüksek bakır konsantrasyonuna sahip ve elektro-kazanın için uygun elektrolit elde edilmektedir (Habashi, 1986b; Jackson, 1986; Schlenger ve ark., 2011).



Şekil 2.19. Bakır cevherinin yığın liçi örneği (ARS, 2022.)

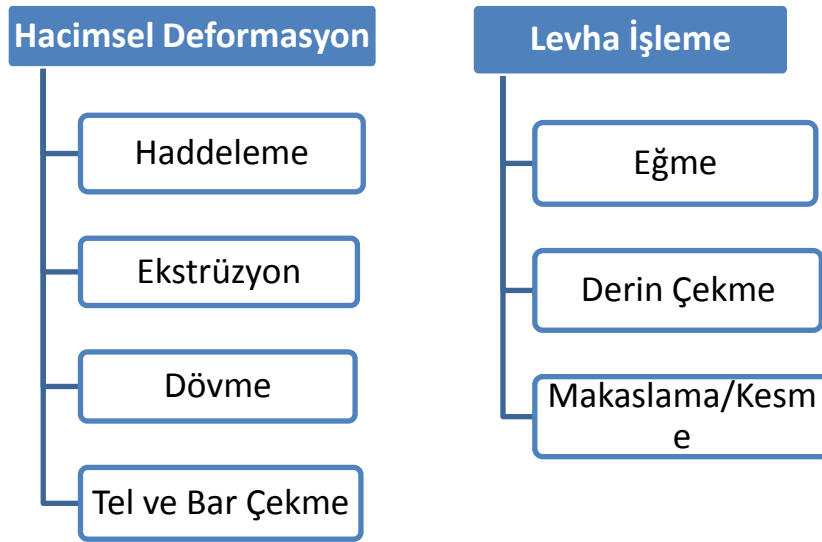
2.3. Plastik Şekil Verme ve Yeniden Kristallenme

2.3.1. Plastik şekil verme yöntemleri

Metal ve alaşımlarının şekillendirilmesi, bitmiş ürün veya daha sonraki işlemler için kütüklerin üretilmesini sağlayan metalurjik imalatın son aşamasıdır. Metal ve alaşımlarının plastik şekillendirilmesi, ara ürün veya nihai ürün imalatının ana yöntemidir. Ergimiş metalik malzemelerinin yaklaşık %90'ı metal şekillendirme yöntemleriyle işlenmektedir. Metal ve alaşımlarının şekillendirme işlemlerinde bu malzemelerin plastik özellikleri kullanılmaktadır. Diğer bir ifadeyle bir yük altında sıcak ve soğuk koşullarda şekil ve boyutlarda tahribat olmadan değişime uğrama yeteneği dikkate alınmaktadır. Metal şekillendirme yöntemlerinin ve türlerinin çeşitliliği, yüksek üretkenlik, kesin boyutlar ve gerekli mekanik özelliklerle geniş bir metalik ürün üretimine izin vermektedir. Metal ve alaşımlarının genel plastik şekillendirme işlemlerinin sınıflandırması Şekil 2.20.'de verilmiştir.

Sıcaklık aralıklarına bağlı olarak şekillendirme işlemleri;

- Soğuk işleme
- Ilık işleme
- Sıcak işleme



Şekil 2.20. Plastik şekillendirmenin genel sınıflandırması (Groover, 2001).

Soğuk işleme işlemleri genelde oda sıcaklığında gerçekleştirilmektedir. Birçok soğuk şekil verme prosesi, önemli kütle operasyon prosesleridir. Genellikle hiç ya da çok az şekillendirme sonrası işleme ihtiyaç duyulmaktadır. Bu işlemlerle net ya da nete yakın parçalar üretilmektedir. Soğuk şekil vermenin sıcak şekil vermeye göre avantajları;

- Daha iyi hassasiyet ve daha yakın tolerans
- Daha iyi yüzey sonuçları
- Gerinim sertleşmesi mukavemeti ve sertliği artırır
- İş parçasının ısıtılmasına gerek yoktur

Buna karşılık soğuk şekillendirmenin dezavantajları;

- Daha fazla şekil verme kuvvetlerine ihtiyaç duyulur
- Başlangıç iş parçasının yüzeyinde talaş ve kir olmamalıdır
- Şekil verme miktarı iş parçasının süneklik özelliğine bağlıdır
- Bazı iş parçaları için daha ileri işlem için ısıl işlem gerekebilir

Ilık şekil verme işlemleri oda sıcaklığının üzerinde ancak yeniden kristallenme sıcaklığının altında gerçekleştirilmektedir. Genel olarak işlem sıcaklığı bir metal için ergime sıcaklığı (T_{Erg}) göz önüne alınarak $0,3.T_{Erg}$ olarak kabul edilmektedir. Ilık şekil vermenin avantajları;

- Soğuk şekil vermeye göre daha az şekil verme kuvvetlerine ihtiyaç duyulur
- Daha karmaşık iş parçası üretmek mümkündür
- Şekil verme sonrası ısıl işlem gerekliliği çok azdır ya da gerekmemektedir

Sıcak şekil verme işlemleri genel olarak yeniden kristallenme sıcaklığının üzerinde yapılmaktadır. Bu işlem sıcaklığı da $0,5.T_{Erg}$ üzerinde kabul edilmektedir. Sıcak şekil vermenin soğuk şekil vermeye göre avantajları;

- İş parçasının şekli kolaylıkla değiştirilebilir
- Şekil verme için daha az kuvvet gereksinimi duyulur
- Soğuk şekil vermede çatlak oluşabilecek metaller sıcak şekillendirilebilir
- Ürünün mukavemet özellikleri genellikle izotropiktir (eşyönlü)
- Şekil verme sertleşmesi gerçekleşmez

Buna karşılık sıcak şekil vermenin dezavantajları;

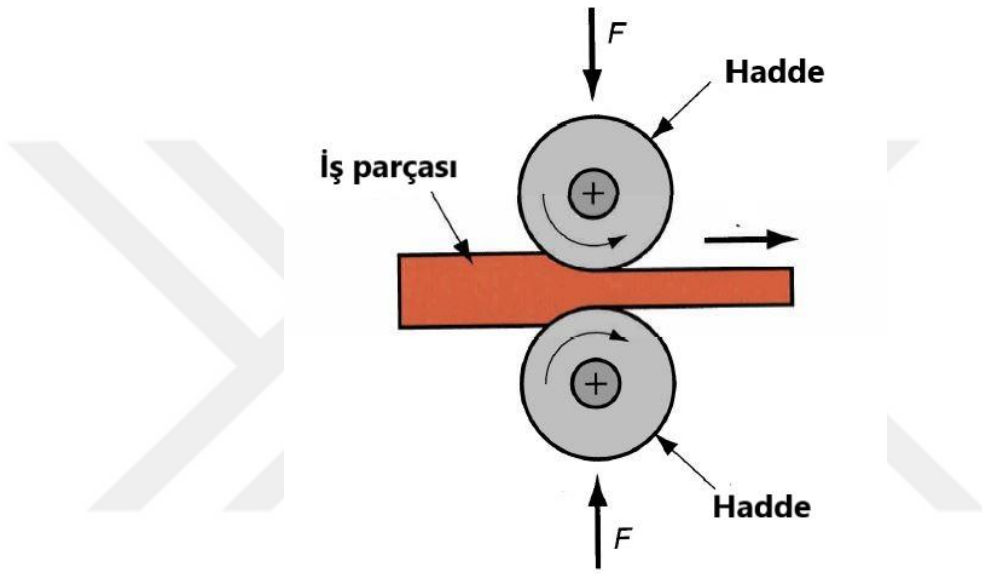
- Daha düşük boyutsal hassasiyet
- İş parçasını ısıtmak için gerekli olduğundan daha fazla ısı enerjisine ihtiyaç duyulur
- İş parçasının yüzeyinde oksitlenme nedeniyle tufal oluşumu
- Daha zayıf yüzey sonuçları
- Daha kısa takım ömrü (Groover, 2001; Narayanan, 2022)

Şekil 2.21.'de gösterildiği gibi haddeleme işlemi, bir metalin dönen iki merdane (hadde) arasındaki boşluktan geçirilerek kalınlık olarak daha ince bir ürün ya da ara ürün elde etme işlemidir.

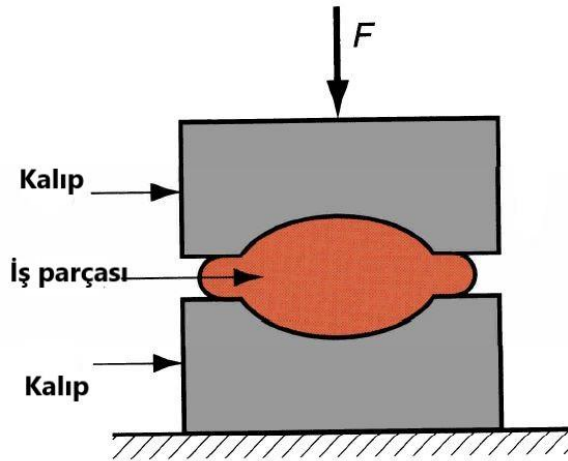
Malzemenin homojenliği ve özellik değişimlerini sağlamak için haddeleme işlemi iş parçasının geometrisine uygun olmalıdır. Haddeleme işlemi soğuk veya sıcak olarak gerçekleştirilebilir. İşlem sıcaklığına bağlı olarak haddelenen iş parçasında tane yapıları farklılık gösterecektir. Soğuk haddeleme işleminde taneler hadde yönünde uzamış şekilde iken, sıcak haddeleme işleminde şekillendirme bölgesinden sonra taneler eski haline gelmeye başlarlar (Bhaduri, 2018; Ikumapayi ve ark., 2020; Dixit, 2020; Raougui, 2021; Narayanan, 2022).

Şekil 2.22.'den görüldüğü üzere dövme işlemi, bir levha, çubuk ya da yarı ürün halindeki malzemenin birkaç darbe hareketi ile arzu edilen şekle getirilmesi işlemidir. Özellikle çelik somun anahtarları, bıçaklar ve otomobil parçalarına, süspansiyon kolları gibi çok yüksek baskılara dayanacak ürünlerin üretiminde kullanılmaktadır. Dövme işlemlerinin açık kalıpta dövme, kapalı kalıpta dövme ve pres dövme gibi türleri bulunmaktadır. Açık kalıpta dövme işleminde şekil verilecek iş parçası aşağı yukarı hareket eden iki kalıbın arasında gerçekleştirilmektedir. Genel olarak kalıplar

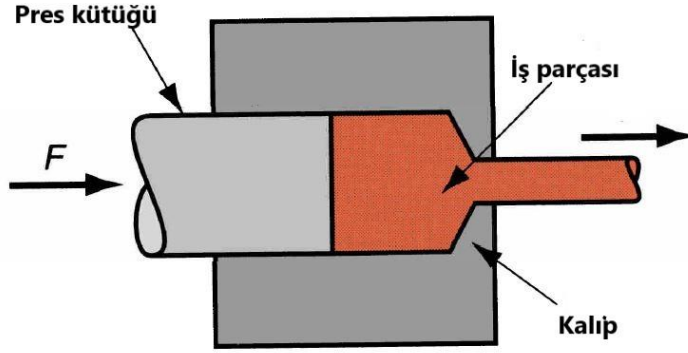
düzdür ve düşük hızları nedeniyle seri üretim için çok uygun değildir. Kapalı kalıpta dövme işlemi ise karmaşık şekilli parçaların üretiminde tercih edilen bir yöntemdir. Şekillendirme işlemi birkaç kademededir gerçekleştirilir. Her bir kademededir farklı kalıplar kullanıldığından maliyetli bir işlemdir. Pres dövme işlemi, uygulanan kuvvetin ve iş parçasının yer değiştirmesi ile yapılan işlemdir. Pres dövmede nihai ürünün mikroyapısı ve özellikleri kontrol edilebildiğinden üstün kalite sunmaktadır. (Tempelman ve ark., 2014; Bhaduri, 2018; Dixit, 2020; Groover, 2001; Raougui, 2021; Narayanan, 2022).



Şekil 2.21. Haddelerme ile plastik şekillendirme (Narayanan, 2022).



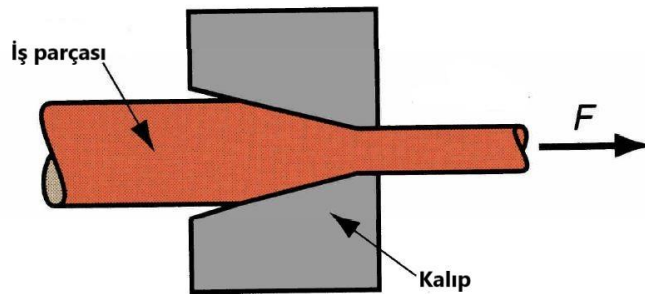
Şekil 2.22. Dövme ile plastik şekillendirme (Narayanan, 2022).



Şekil 2.23. Ekstrüzyon ile plastik şekillendirme (Naravanan, 2022).

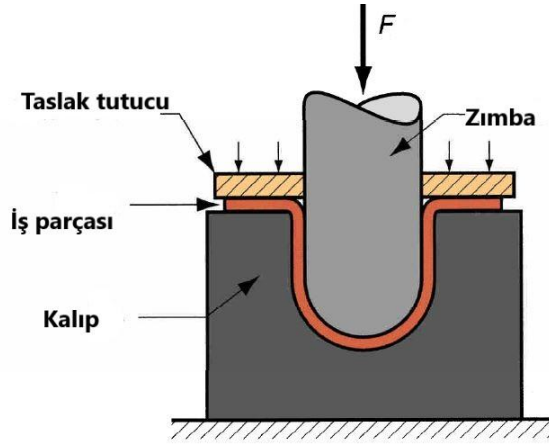
Şekil 2.23.'den görüleceği üzere ekstrüzyon işleminde kalıbın içine önceden ısıtılmış bir kütük yerleştirilmekte, daha sonra bir pres kütüğü yardımıyla bu kütük preslenmekte ve arzu edilen ürün elde edilmektedir. Bu işlem, şekil verilen metalin ergime sıcaklığına yakın sıcaklıklarda gerçekleştirilmektedir. Ekstrüzyon işlemi, her türlü metalin profilini yapmak için tercih edilmektedir. Ayrıca ekstrüzyon işlemi, ekstrüzyonla üretilmiş profillerin kolay şekilde bükülmesine ve işlenmesine izin vererek profili montaja hazır hale getiren ikincil işlemler serisi sağlamaktadır. Ekstrüzyon işlemleri genelde alüminyum ve alaşımları için tercih edilmektedir. Bu yöntem bakır, pirinç ve düşük karbonlu çeliklerin şekillendirilmesinde sınırlıdır.

Çekme işlemi, Şekil 2.24.'den görüldüğü gibi, düz şerit, yuvarlak çubuk veya borunun çekme sonucu kesit daralmasıyla gerçekleşen bir soğuk şekil verme işlemidir. Çekme işlemi genelde oda sıcaklığında gerçekleştirilir. Elde edilen ürünler doğrudan kullanılabilir veya bükme gibi ilave işlemlerle kullanılır hale gelebilir. Çekme işlemi kesit daralmasına bağlı olarak sınırlı şekilde uygulanabilmektedir (Danchenko, 2007; Bhaduri, 2018; Dixit, 2020; Raougui, 2021; Naravanan, 2022).



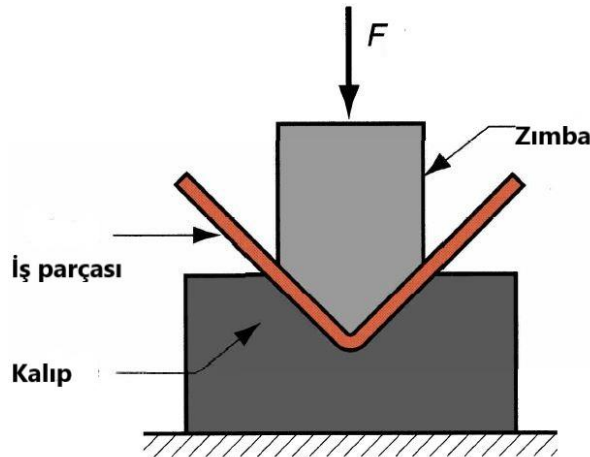
Şekil 2.24. Çekme ile plastik şekillendirme (Naravanan, 2022).

Şekil 2.25.'de görüldüğü gibi derin çekme işlemi, düz bir boşluğun bir taslak tutucu tarafından sınırlandırıldığı, levhanın orta bölgesinin bir zımba (punch) yardımıyla kalıbın şekline getirildiği bir sac şekillendirme işlemidir. Derin çekme işlemiyle üretilen ürünlere küvetler, pişirme kapları, içecek kutuları, lavabolar, basınçlı kaplar, otomobil gövde panelleri örnek olarak verilebilir. Düz karbon çeliği, paslanmaz çelik, alüminyum ve alaşımları, bakır ve alaşımları derin çekme işlemlerinde şekil verilebilir. (Bhaduri, 2018; Dixit, 2020; Raougui, 2021; Narayanan, 2022).

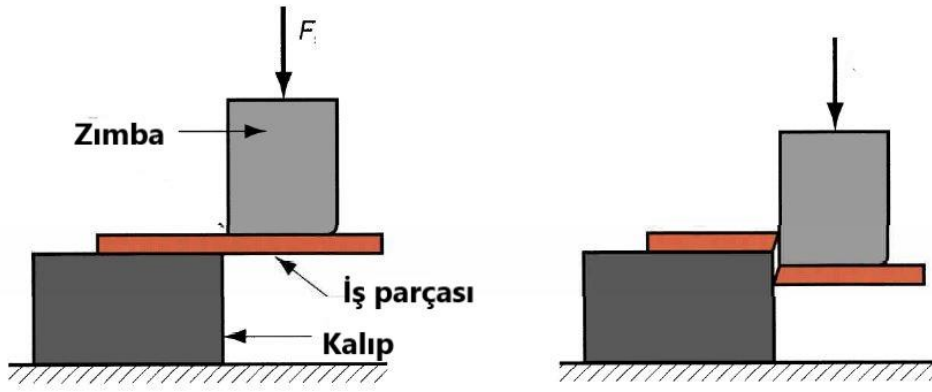


Şekil 2.25. Derin çekme ile plastik şekillendirme (Narayanan, 2022).

Şekil 2.26.'da eğme yöntemiyle şekillendirme işlemi görülmektedir. Boyutsal doğruluğun iyi olması nedeniyle eğme/bükme ile şekillendirme yüksek hacimli ürünlerin üretimi için yaygın olarak kullanılmaktadır. Eğme/bükme işlemlerinin zor kısmı, takım, makine ve pres maliyetinin yüksek olmasıdır. Şekil 2.27.'de şematik olarak gösterilen kesme işlemi ile de ara ve nihai ürünlerdeki istenmeyen kısımlar ayrıştırılabilir (Dixit, 2020; Ma ve ark., 2021; Raougui, 2021; Narayanan, 2022).



Şekil 2.26. Eğme ile plastik şekillendirme (Narayanan, 2022).



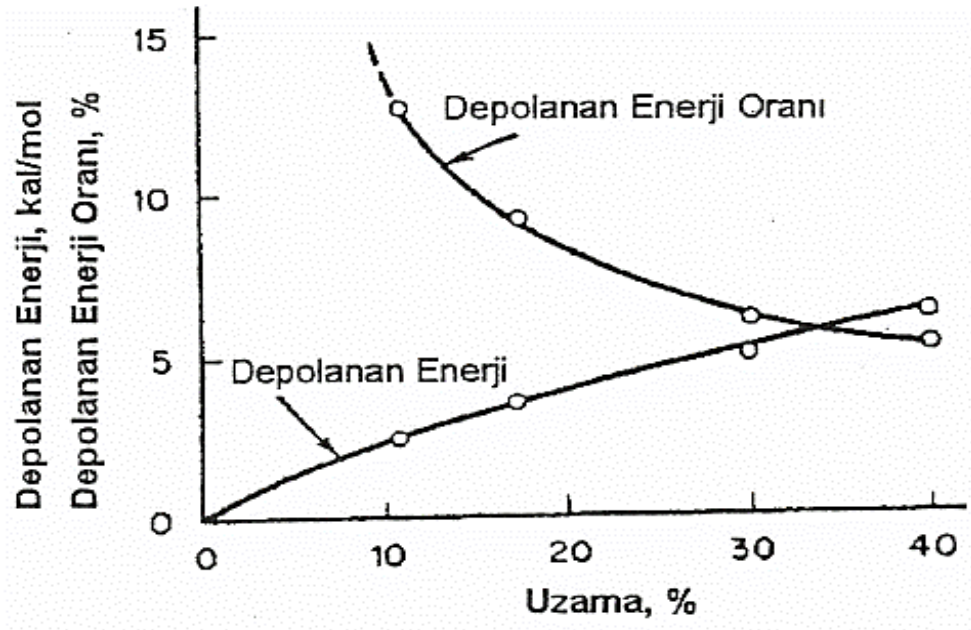
Şekil 2.27. Kesme ile plastik şekillendirme (Naravanan, 2022).

2.3.2. Yeniden kristallenme işlemi

Metallerin soğuk deformasyon işlemi yapıda depolanmış enerji miktarının artmasına neden olmaktadır. Depolanmış enerjideki bu artış, kristal hatalarının yoğunlaşması ile ilişkilidir. Daha spesifik olarak soğuk şekillendirilen metallerde depolanan enerjinin yoğunluğu dislokasyonlar nedeniyledir.

Birçok metal ve alaşımda dislokasyon yoğunluğu değeri $10^{10} - 10^{11}/\text{m}^2$ değerinden, az bir deformasyon sonrasında $10^{12} - 10^{13}/\text{m}^2$ değerine, ağır bir deformasyon sonrasında da $10^{16}/\text{m}^2$ değerine kadar artmaktadır. Bu yoğun latis hataları, soğuk deformasyon miktarına bağlı olarak elektrik direnci, sertlik, mukavemet, tokluk ve süneklik gibi özellikleri değiştirmektedir. Soğuk deformasyon sonrası mukavemet ve sertlik değerlerinin artmasıyla ve sünekliğin azalması nedeniyle daha ileri şekil değişimini sağlamak için malzemenin deformasyondan önceki haline döndürülmesi gerekmektedir (Raabe, 2014).

Soğuk şekil verilmiş malzemede gerçekleştirilecek yeniden kristallenme işleminin itici gücü, malzeme içindeki depolanmış enerji miktarıdır. Soğuk şekil verme işlemi esnasında uygulanan enerjinin yoğunluğu ısıya dönüşmekte, buna karşılık malzeme yapısında bulunan kusurlardan dolayı yaklaşık %10'a karşılık gelen enerji metalde depolanmaktadır. Soğuk işlem miktarının artması ile depolanan enerji miktarının arttığı (Şekil 2.28), saf bakır (%99,99) üzerine yapılan sonucu gösterilmiştir (Doğan, 2006; Grecu, 2021).

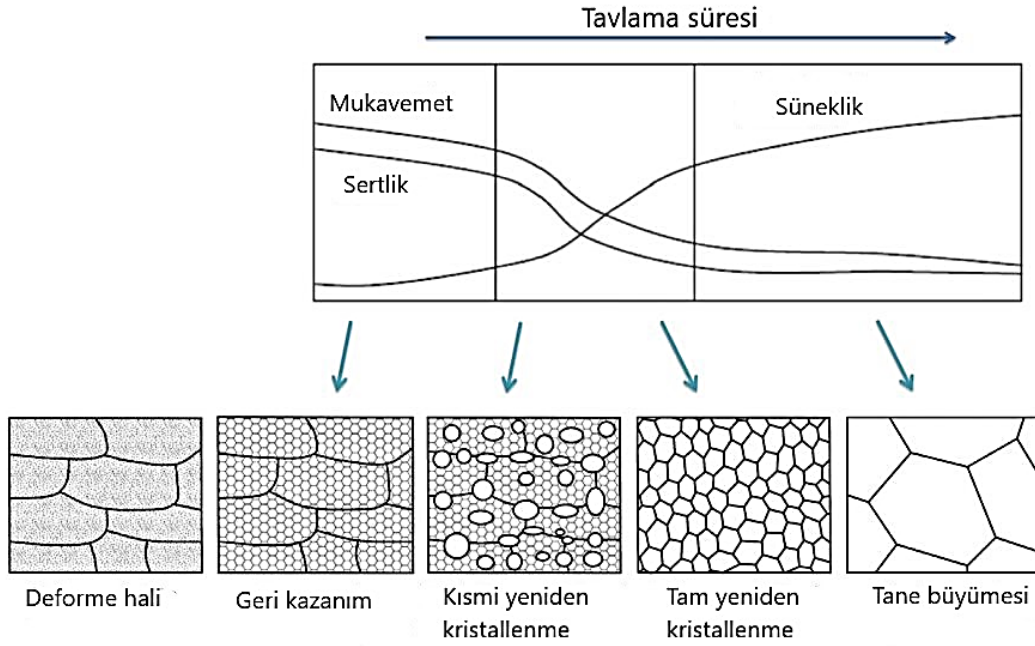


Şekil 2.28. Soğuk işlem sonucu %99.99 saf bakırda depolanan enerji durumu (Doğan, 2006).

Soğuk şekil verilmiş malzeme yapısının, deformasyon öncesi yapısına getirilmesi amacıyla gerçekleştirilen yeniden kristallenme işlemi, Şekil 2.29.'da gösterildiği gibi geri kazanım (toparlanma), yeniden kristallenme ve tane büyümesi kademelerini içermektedir.

Toparlanma olarak da isimlendirilen geri kazanım kademesinde, yeniden kristallenme olayından önce gerçekleşen, deformasyona uğramış malzeme özelliklerinde meydana gelen değişiklikleri, şekil verme öncesi özelliklerine kısmi olarak geri kazanma olayını ifade etmektedir.

Toparlanma sürecinden sonra yeniden kristallenme olayı gerçekleşmektedir. Bu kademedeki toparlanma sürecinde oluşan taneler kaybolmaya ve yeni taneler kristallenmeye başlamaktadır. Bu oluşan yeni kristaller, tane sınırlarına yakın bölgelerde, deformasyon ikizlerinin kayma düzlemlerinin kesiştiği yerlerde, daha doğrusu yüksek enerjili bölgelerde oluşmaktadır. Yeniden kristallenme süreci tanelerin çekirdeklenmesi ve tanelerin büyümesi kademelerini içermektedir. Sabit sıcaklıkta yapılan tavlama işleminde, süreç önce yavaş başlar, akabinde maksimum reaksiyon hızına ulaşır ve sonunda yavaşlayarak süreç tamamlanır. (Smallman ve Bishop, 1999; Raabe, 2014; Humphreys ve ark., 2017; Alaneme ve Okotete, 2018; Grecu, 2021; Raougui, 2021).

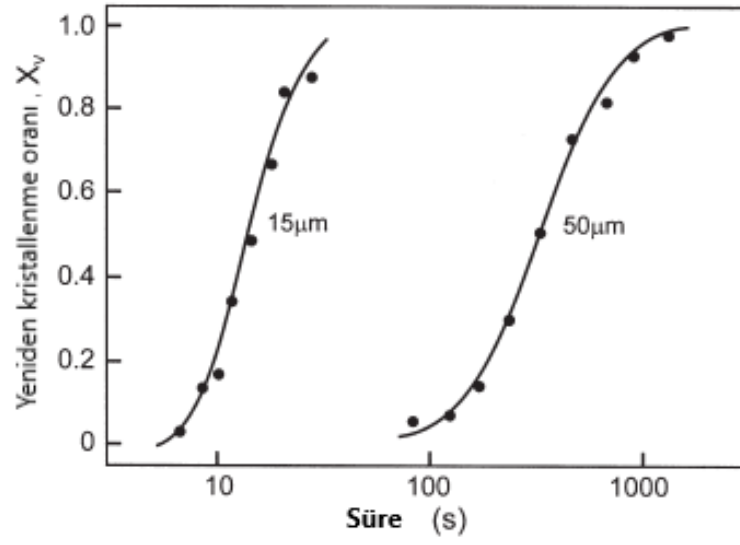


Şekil 2.29. Yeniden kristallenme kademelerindeki değişimler (Raabe, 2014).

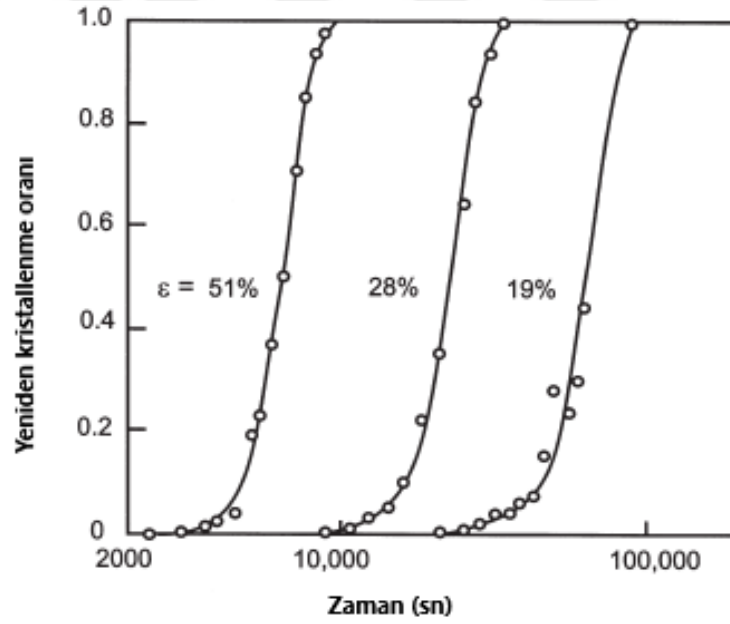
Malzeme yapılarında tane boyutlarının azalması tane sınırının artması demektir. Tane sınırları ise çekirdeklenmeyi teşvik eden bölgelerdir. Şekil 2.30.'da görüldüğü gibi başlangıç tane boyutları farklı, soğuk deformasyon miktarı aynı bakırın aynı sıcaklıkta yapılan yeniden kristallenme olayı incelenmiş ve daha küçük taneli yapılarda çekirdeklenme olayının daha kısa süreçte gerçekleştiği gözlenmiştir. Soğuk deformasyon miktarının artması ile malzeme içinde enerji depolanan kusurlu bölgeler artmakta, bunun sonucu olarak çekirdeklenme olayı daha kolay gerçekleşmektedir.

Şekil 2.31.'de alüminyumda farklı deformasyon miktarının yeniden kristallenme süresine etkisi görülmektedir. Deformasyon miktarının artması ile depolanmış enerjinin artması, yeniden kristallenme olayı daha kısa sürede gerçekleşmiştir.

Yeniden kristallenme sıcaklığı, işlem süresi ile ters orantılıdır yani süre arttıkça yeniden kristallenme sıcaklığı azalır. Deformasyon miktarı arttıkça yapıda depolana enerji miktarı artmakta, bunun sonucunda yeniden kristallenme sıcaklığı da düşmektedir. Deformasyon miktarının artması ile daha fazla çekirdek oluşumu gerçekleşir ve daha küçük tane boyutu elde edilir. Bunun yanı sıra saf metallerdeki yeniden kristallenme olayı safsızlık (empürite) içeren metaline nazaran daha kolay gerçekleşmektedir (Humphreys ve ark., 2017; Raougui, 2021; Grecu, 2021)



Şekil 2.30. Bakırda başlangıç tane boyutunun yeniden kristallenme süresine etkisi (Humphreys ve ark., 2017).



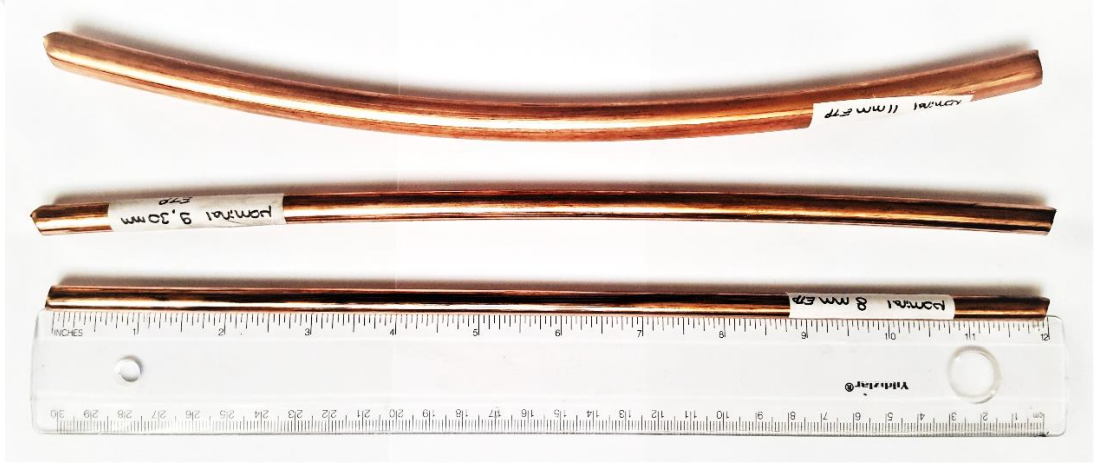
Şekil 2.31. Deformasyon miktarının alüminyumda yeniden kristallenme süresine etkisi (Humphreys ve ark., 2017).



3. MALZEME VE YÖNTEM

3.1. Malzeme

11 mm başlangıç çapındaki filmaşın bakır çubuk, ilk önce soğuk çekme yöntemiyle 9,3 mm çapa, daha sonra da 8 mm çapa getirilmiştir. Çekme işlemleri sonunda ısıtım işlemi uygulanmamıştır. Numuneler ve soğuk çekme işlemleri SARKUYSAN (Gebze – Kocaeli) firmasından temin edilmiştir. Temin edilen bakır çubuklar Şekil 3.1.'de verilmiştir.



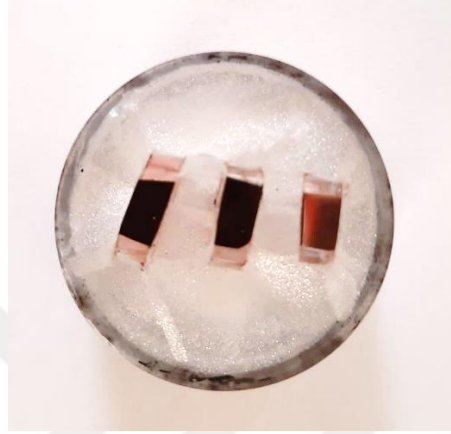
Şekil 3.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan elektrolitik bakır çubuklar.

3.2. Yöntem

3.2.1. Metalografi çalışmaları

Soğuk çekme sonucu elektrolitik bakır teldeki tanelerin çekme yönündeki değişimini incelemek amacıyla üç farklı çaptaki telden numuneler kesilmiş ve soğuk bakelite alma işlemi gerçekleştirilmiştir. Bakelite alınmış numuneler Şekil 3.2.'de gösterilmiştir. Sulu ortamda gerçekleştirilen zımparalama işlemlerinde kullanılan aşındırıcılar sırası ile P80, P240, P400, P600, P800, P1000, P1200 numaralı silisyum karbür zımparalardır. P80 numaralı zımparalama ile numunelerin kaba zımparalama işlemi gerçekleştirilmiş, akabinde ince zımparalama adımlarında numune yüzeyinde aynı doğrultuda zımpara çizgileri oluşana kadar işlemlere devam edilmiştir. Bir

sonraki aşındırıcıya geçerken numune 90 derece çevrilerek deformasyon çizgileri giderilmiştir. Zımparalama işleminin sonrasında zımpara çizgilerini yok ederek düz, mümkün olduğu kadar çizik bulunmayan, ışığı iyi yansıtan bir yüzey elde etmek amacıyla parlatma işlemi yapılmıştır. Parlatma işleminde numunelerin yüzeyleri yumuşak olduğu için aşındırıcı partikül boyutu 1 mikron ve aşağısı olan alumina (Al_2O_3) aşındırıcı kullanılmıştır.



Şekil 3.2. Metalografik inceleme için bakalite alınmış numuneler.

3.2.2. Çekme testleri ve deformasyon hesaplamaları

11 mm, 9,3 mm ve 8 mm çaplarına sahip elektrolitik bakır çubuklardan 10 cm uzunluğunda numuneler çekme testi için hazırlanmıştır. Şekil 3.3.'de bu numuneler görülmektedir.



Şekil 3.3. Çekme testi için hazırlanmış numuneler.

Soğuk deformasyon miktarını (ϵ) tespit etmek için denklem (3.1) kullanılmıştır. Bu denklemde A_0 başlangıç kesit alanı, A_s ise soğuk çekme sonrası kesit alanıdır. Bu denklem yerine çap kullanıldığında denklem (3.2) elde edilmektedir.

$$\epsilon = \ln \left(\frac{A_0}{A_s} \right) \quad (3.1)$$

$$\epsilon = \ln \left(\frac{d_0^2}{d_s^2} \right) \quad (3.2)$$

Bu denkleme göre 11 mm çapından 9,3 mm çapa getirildiğinde deformasyon miktarı ($\epsilon=0,335$) % 33,5 ve 11 mm çaptan 8 mm çapa getirildiğinde deformasyon miktarı ($\epsilon=0,637$) % 63,7 olarak tespit edilmiştir.

3.2.3. İzotermal olmayan kinetik analiz

Aktivasyon enerjisi, eksponensiyel faktör, hız sabiti ve reaksiyon derecesi gibi kinetik parametrelerin termal analizle teknikleriyle tespiti, malzeme sentezi, fabrikasyonu ve endüstriyel üretiminde oldukça önemlidir. İlk başlarda kinetik incelemeler için izotermal teknikler geliştirilmiş akabinde izotermal olmayan teknikler geliştirilmiştir. İzotermal olmayan bu teknikler termogravimetrik analiz (TG), diferansiyel termal analiz (DTA), derivatif tarama kalorimetrisi (DSC) ve çıkan gaz analizi (EGA) yöntemlerini kapsamaktadır. İzotermal tekniklerle karşılaştırıldığında izotermal olmayan kinetik analiz metotlarının bazı avantajları bulunmaktadır. Bunlardan ilki, izotermal teknikte gerekli deneysel sıcaklıkta zamana ihtiyaç vardır. Malzemede bu sıcaklığa ısıtılması esnasında kinetik incelemeyi etkileyecek değişimler olabilmektedir. Bu problem özellikle izotermal çalışmalarda yüksek sıcaklıklar kullanıldığı zaman ortaya çıkmaktadır. İzotermal olmayan yöntem bu problemi ortadan kaldırmaktadır. İkinci olarak, birden fazla parçalanmanın (dekompozisyon) gerçekleştiği durumlarda, izotermal teknikler bütün reaksiyonları kısa sürede tespit edemezler ve kinetik inceleme için önemli bilgi kaybı oluştururlar. Ancak izotermal olmayan yöntemler, bütün bu değişimleri etkili şekilde tespit edebilirler (Zhang, 2021).

Metallerin yapılarında gerçekleşen yeniden kristallenme, çökeltme ve homojenizasyon gibi reaksiyonlar, ergitme ve katılaşma gibi faz dönüşüm reaksiyonlarının kinetik analizinde termal analizler kullanılabilmektedir (Starink, 2004).

Soğuk çekilmiş elektrolitik bakır çubuklarda yeniden kristalleşme kinetiği, izotermal olmayan yöntemler olan Kissenger metodu (Kissenger, 1957), Boswell metodu (Boswell, 1980), Ozawa metodu (Ozawa, 1992) ve Starink metodu (Starink, 2004) ile incelenmiştir. Bu kapsamda numunelerin 10 – 15 – 20 – 25 °C/dak ısıtma hızlarında DSC analizleri alınmıştır. Farklı ısıtma hızlarında alınan DSC grafiklerindeki yeniden kristallenme pik sıcaklıkları tespit edilmiş ve izotermal olmayan kinetik analizler yapılmıştır. Kinetik incelemede kullanılan denklemler;

Kissenger modeli;

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_p^2}\right) = k_1 - \frac{E_a}{RT_p} \quad (3.3)$$

Boswell modeli;

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_p}\right) = k_2 - \frac{E_a}{RT_p} \quad (3.4)$$

Ozawa modeli;

$$\ln(\beta) = k_3 - 1,051 \cdot \frac{E_a}{RT_p} \quad (3.5)$$

Starink modeli;

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_p^{1,92}}\right) = -k_4 - 1,0008 \cdot \frac{E_a}{RT_p} \quad (3.6)$$

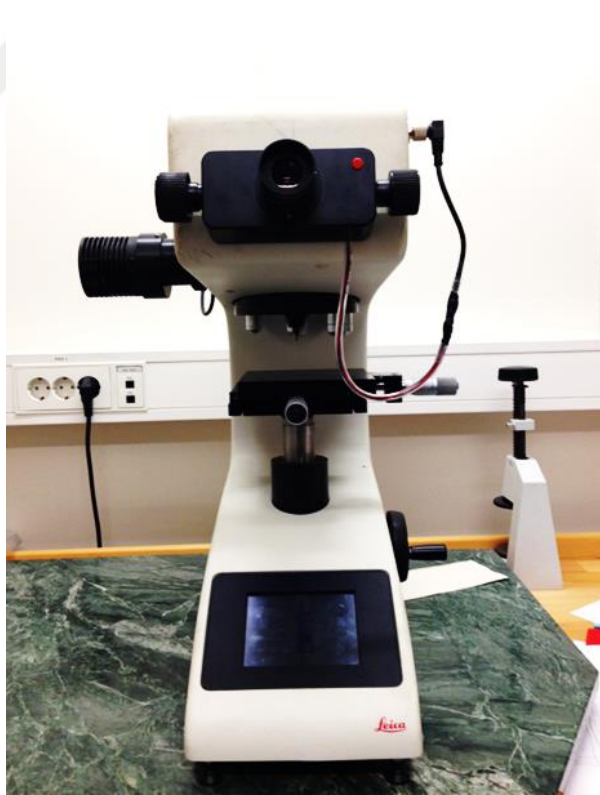
Bu denklemlerde T_p pik sıcaklığı (K), β ısıtma hızı (K/dak), E_a aktivasyon enerjisi (kJ/mol), R gaz sabiti (8,314 jul/mol.K) ve k_1 , k_2 , k_3 , k_4 sabitlerdir.

3.3. Kullanılan Cihazlar

Numunelerin metalografik incelemeleri Şekil 3.4.'de gösterilen Nikon ECLIPSE L150 optik mikroskobu kullanarak yapılmıştır. Metalografik inceleme sonrası aynı numunelerde mikrosertlik ölçümleri 0,5 kg yük altında Şekil 3.5.'de gösterilen Leica marka sertlik ölçüm cihazında yapılmıştır.



Şekil 3.4. Nikon ECLIPSE L150 optik mikroskobu.



Şekil 3.5. LEICE marka mikrosertlik cihazı.



Şekil 3.6. INSTRON marka çekme cihazı.

Soğuk çekilmiş elektrolitik bakır çubuklardaki mekanik özelliklerdeki değişimleri incelemek için yapılan çekme testleri, Şekil 3.6.'da gösterilen Instron marka cihazla 3 ton yük altında gerçekleştirilmiştir. Çekme test numuneleri, cihazın numuneleri daha iyi kavrayabilmeleri için her iki uçtan daha geniş olacak şekilde torna makinesinde işlenmiştir.



Şekil 3.7. HITACHI STA 7300 marka termal analiz cihazı.

Soğuk çekme işlemi yapılarak farklı oranlarda soğuk deformasyona uğratılmış elektrolitik bakır çubuklarından alınan numunelerin termal analiz işlemleri, Şekil 3.7.'de gösterilen Hitachi STA 7300 cihazıyla, hava atmosferi koşulları altında 10, 15, 20 ve 25 °C/dak ısıtma hızlarında gerçekleştirilmiştir.





4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

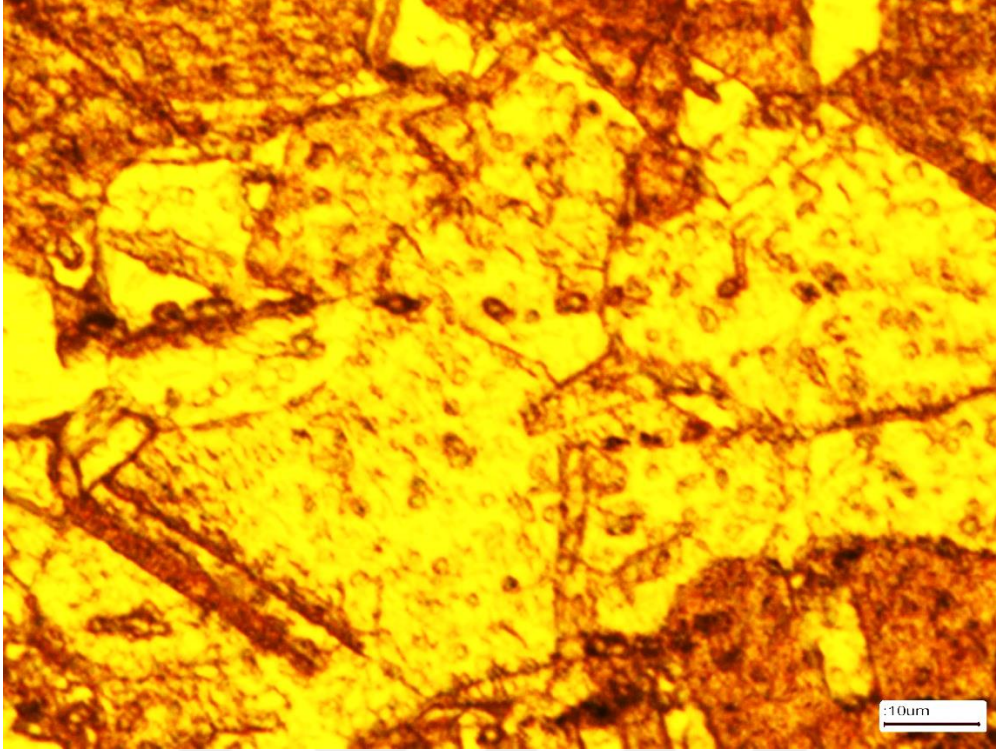
4.1. Metalografik Çalışmalar

Filmaşın (ϕ 11 mm), % 33,5 oranında soğuk çekilmiş (ϕ 9,3 mm) ve % 63,7 oranında soğuk çekilmiş (ϕ 8 mm) bakır tellerin optik mikroskop görüntüleri Şekil 4.1. – 4.6.'da verilmiştir. Bütün optik mikroskop görüntüleri karşılaştırma yapılabilmesi için aynı büyütmelerde (X20 ve X50) verilmiştir.

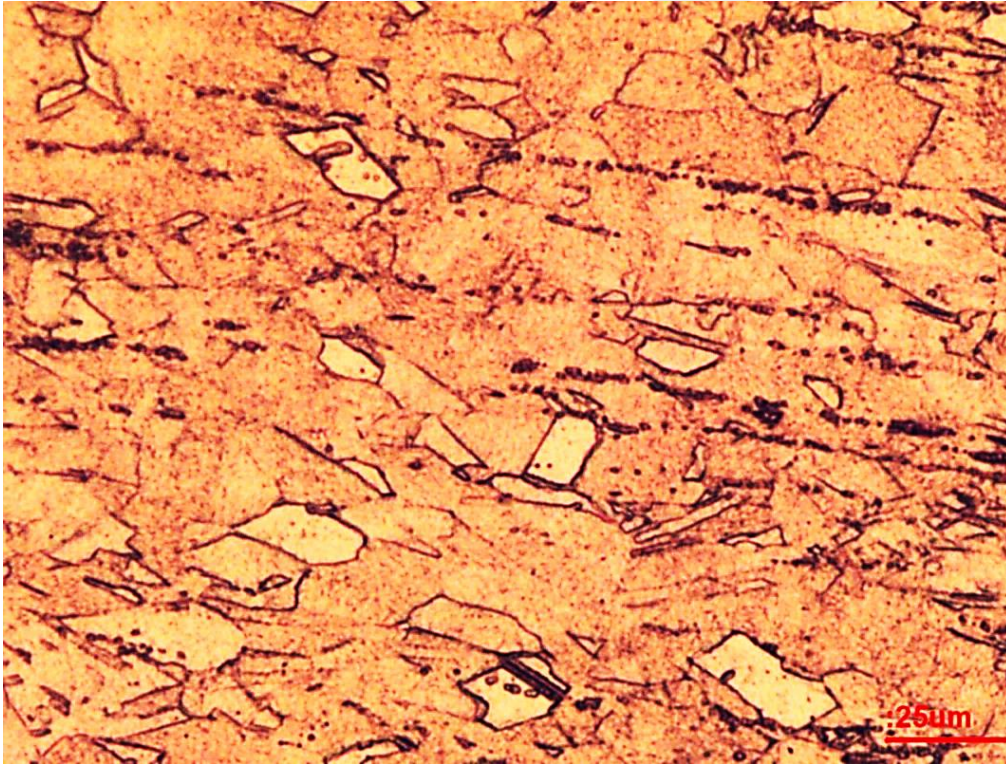
Şekil 4.1. - 4.6.'dan görülmektedir ki bakır tellerdeki tanelerin soğuk deformasyon esnasında çekme yönünde uzadığı anlaşılmaktadır. Tanelerin çekme yönünde uzaması ile şekil verilebilme özelliğini sağlayan dislokasyonların yoğunlaştığı, bunun sonucunda da tane yapısının değişmesiyle mekanik özelliklerinin de değişeceği açıktır.



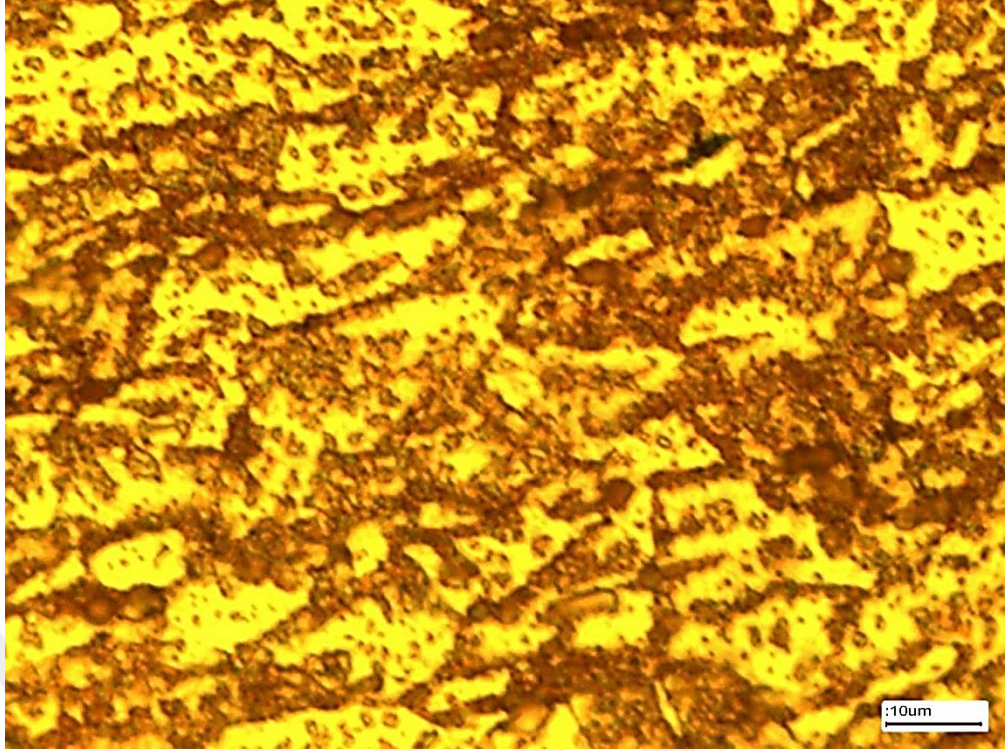
Şekil 4.1. Başlangıç bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X20).



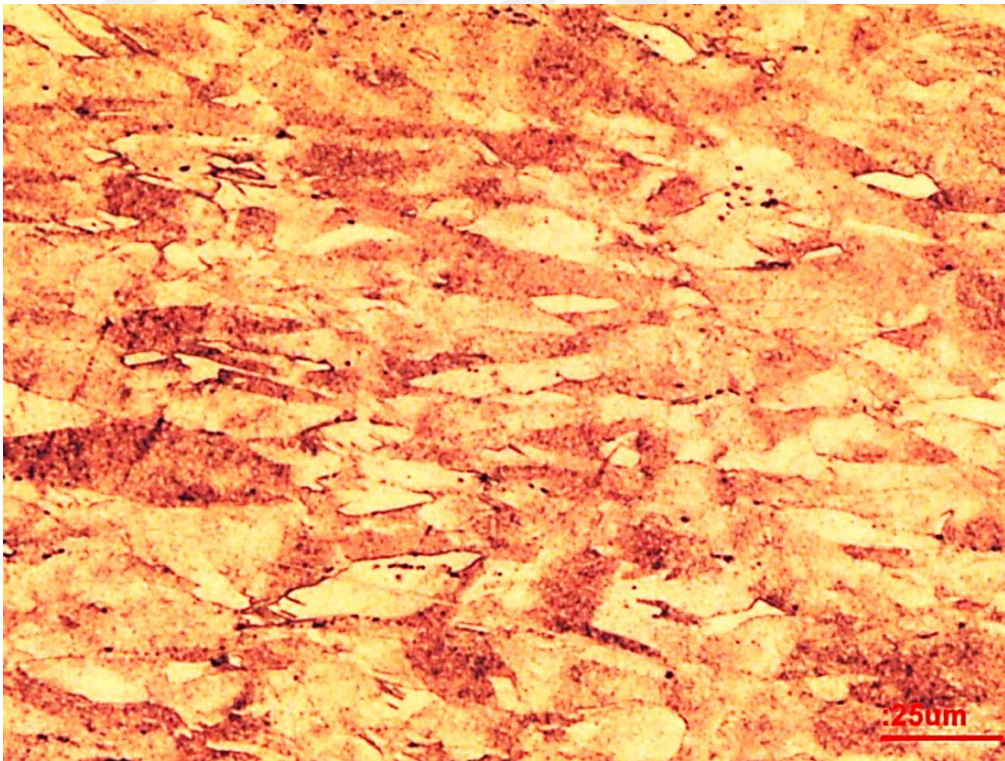
Şekil 4.2. Başlangıç bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X50).



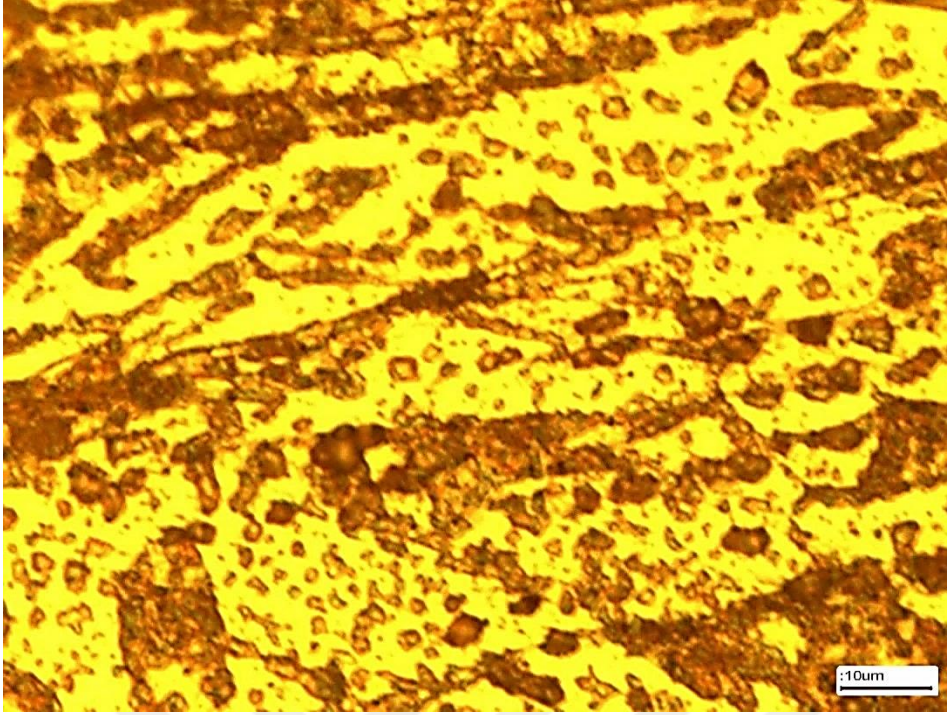
Şekil 4.3. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X20).



Şekil 4.4. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X50).



Şekil 4.5. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X20).



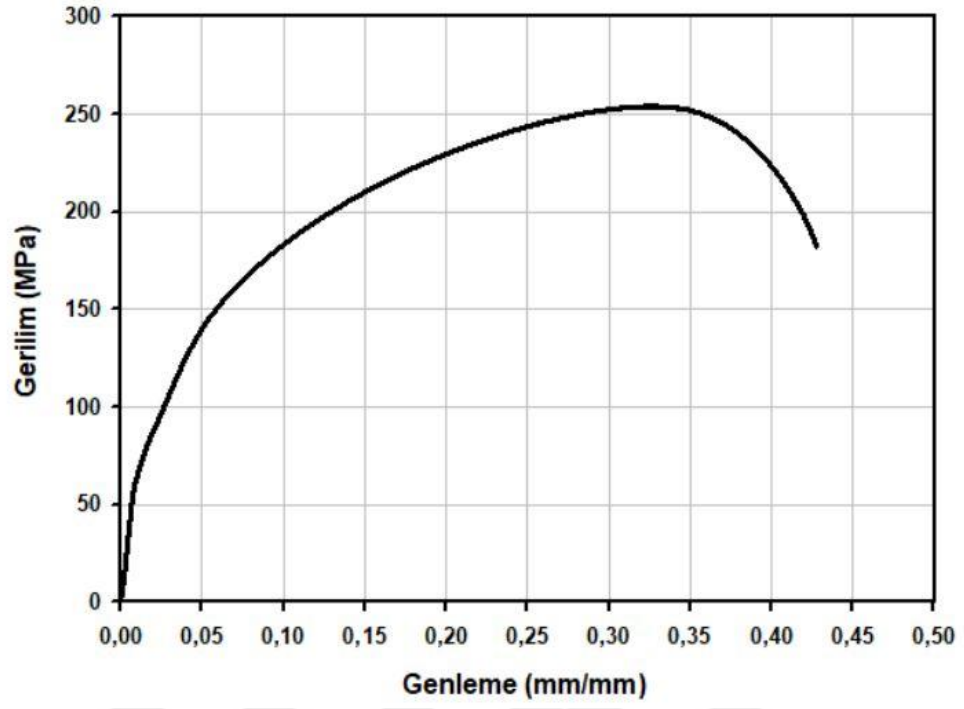
Şekil 4.6. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır telin optik mikroskop görüntüsü (X50).

4.2. Mekanik Özelliklerdeki Değişim

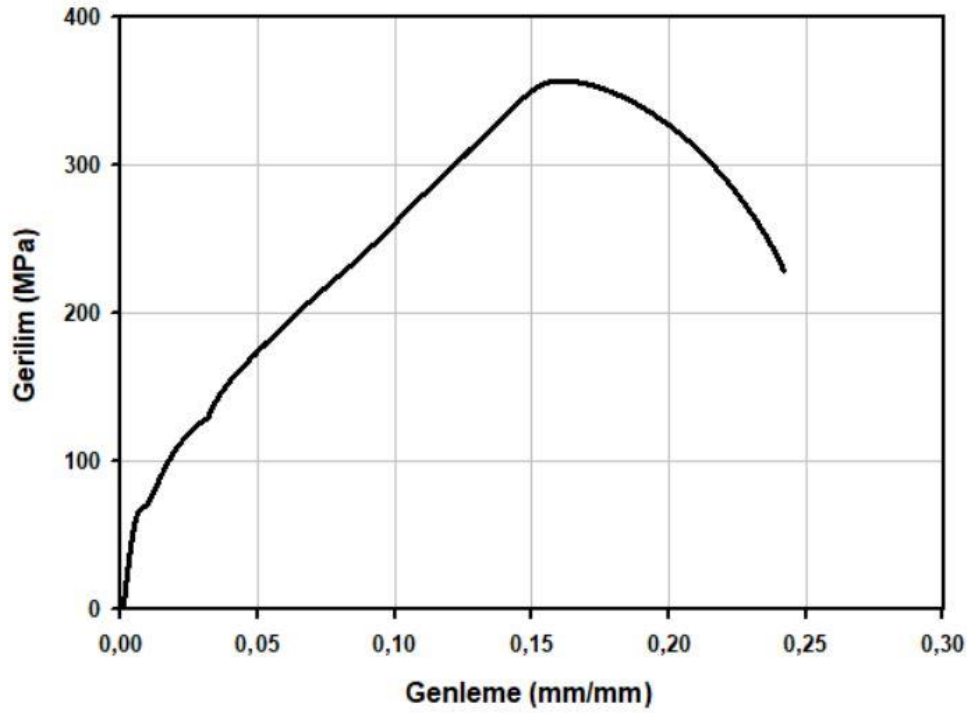
Başlangıç bakır telinin gerilme – genleme diyagramı Şekil 4.7.’de, %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır telinin gerilme – genleme diyagramı Şekil 4.8.’te, %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır telinin gerilme – genleme diyagramı Şekil 4.9.’da ve bu üç numunenin karşılaştırmalı olarak genleme – genleme diyagramları Şekil 4.10.’da verilmiştir. Tablo 4.1.’de de başlangıç numunenin ve soğuk çekilmiş numunelerin çekme mukavemeti, akma mukavemeti, % uzama ve sertlik değerleri verilmiştir.

Şekil 4.7.’den görüleceği üzere başlangıç bakır telin soğuk çekme öncesi çekme mukavemeti yaklaşık 255 MPa olup uzama yüzdesi %43 olarak gerçekleşmiştir. Akma mukavemeti ise yaklaşık 102,4 MPa olduğu görülmektedir. Şekil 4.8.’deki %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır telde çekme mukavemeti yaklaşık 355,4 MPa ve uzama yüzdesi %24,3 olarak gerçekleşmiştir. Akma mukavemeti ise yaklaşık 121,3 MPa değerindedir. Şekil 4.9.’daki %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır telde çekme mukavemeti değeri 426,6 MPa, uzama yüzdesi %20,6 ve akma mukavemeti değeri de 168,3 MPa olduğu gözlenmektedir. Bunların yanı sıra başlangıç bakır telinde mikro sertlik değeri 93,5 HV iken bu değer %33,5 deformasyon sonrasında 116,8 HV

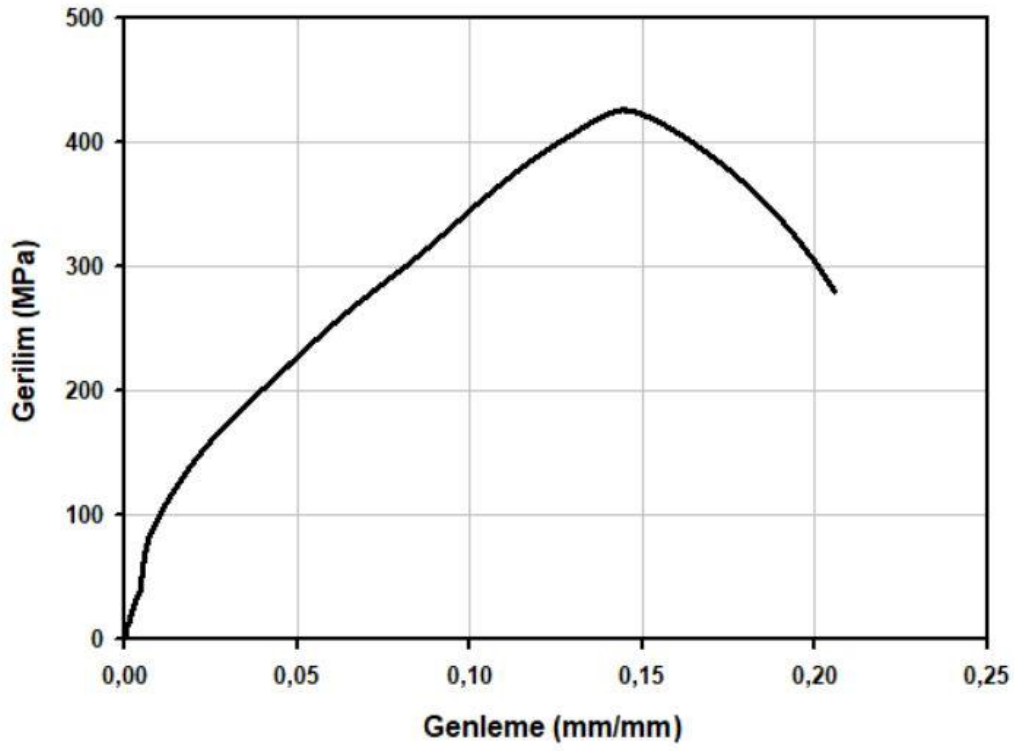
değerine ve %63,7 deformasyon sonrasında da 121,2 HV değerine arttığı gözlenmektedir.



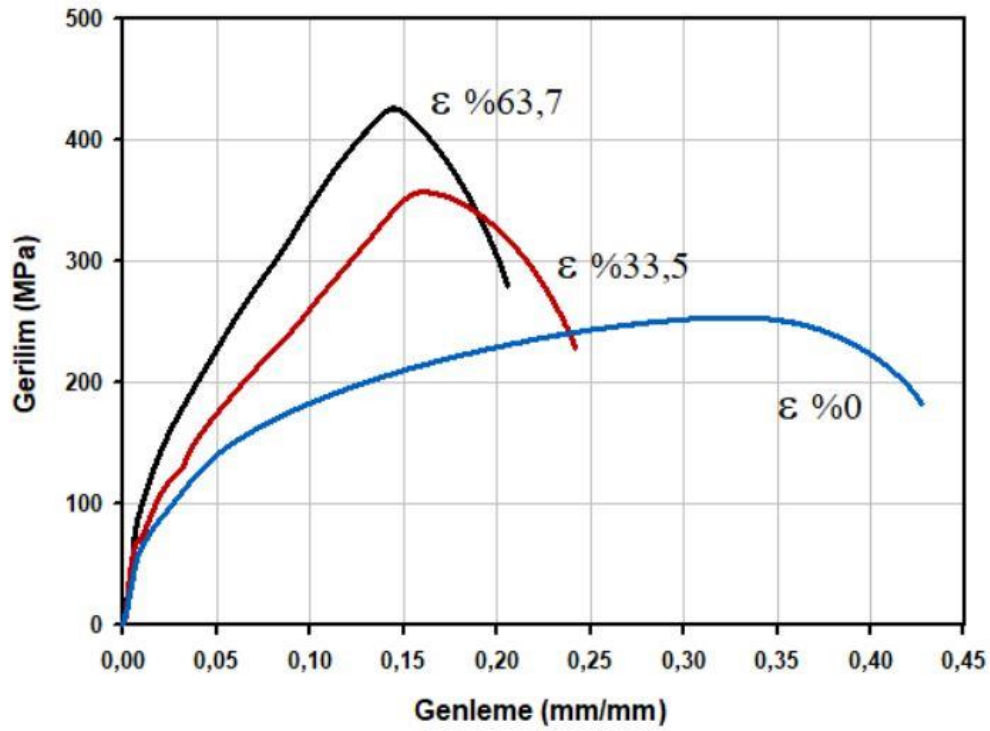
Şekil 4.7. Başlangıç bakır telin gerilme - genleme diyagramı.



Şekil 4.8. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır telin gerilme - genleme diyagramı.



Şekil 4.9. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır telin gerilme - genleme diyagramı.



Şekil 4.10. Başlangıç ve farklı oranda soğuk çekilmiş bakır tellerin gerilme - genleme diyagramları.

Tablo 4.1. Bakır tellerde soğuk çekme ile mekanik özelliklerdeki değişimler.

Deformasyon Miktarı	Çekme Mukavemeti (MPa)	Akma Mukavemeti (MPa)	Süneklik (%)	Sertlik (HV)
% 0	255	102,4	43	93,5
% 33,5	355,4	121,3	24,3	116,8
% 63,7	426,6	168,3	20,6	121,2

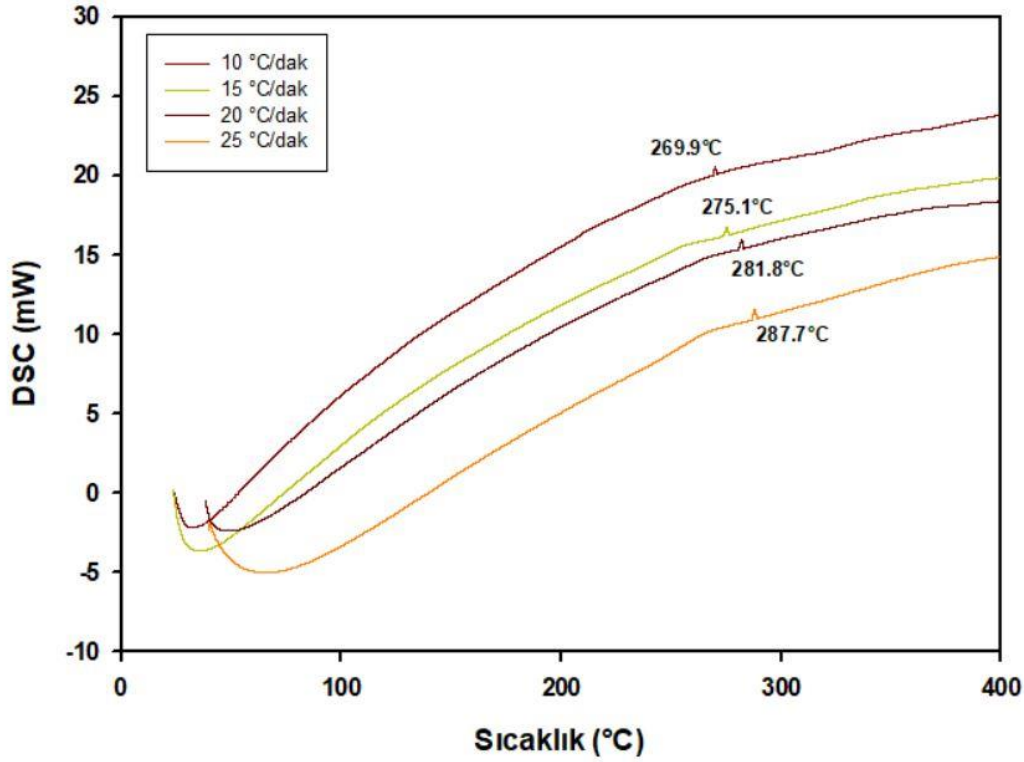
Bir metalin mukavemeti, maruz kaldığı yükler altında tahrip olmadan kalabileceği gerilim değeri olarak ifade edilmektedir ve nihai mukavemet olarak isimlendirilmektedir. Metalin plastik deformasyonu sadece malzemenin tane yapısına değil mekaniksel özelliklerinde de değişime neden olmaktadır. Deformasyon miktarının artması ile çekme mukavemeti gibi özellikleri artarken süneklik gibi plastiklik özellikleri düşmektedir. Ayrıca elektriksel direnci artarken korozyon direnci düşmektedir. Deformasyon miktarının artması ile malzemenin akma mukavemeti ile çekme mukavemeti arasındaki farkın azaldığı ifade edilmiştir (Danchenko, 2007). Bir çalışmada soğuk haddelenmiş bakır numunelerde mekanik özelliklerin değişimi incelenmiş ve soğuk haddeleme ile deformasyon miktarı arttıkça sertlik ve çekme mukavemet değerlerinin arttığı ifade edilmiştir (Olokode ve ark., 2008). Bir başka çalışmada da soğuk çekilmiş bakır teldeki mekanik ve elektriksel özelliklerdeki değişimler incelenmiş, soğuk çekme miktarı arttıkça mukavemet değerlerinin arttığı, elektriksel iletkenliğin azaldığı belirtilmiştir (Al Araj ve Raheem, 2013).

Bu çalışmada elde edilen sonuçlara göre farklı deformasyon miktarına bağlı olarak bakır tellerde görülen mekanik özellik verileri incelendiğinde, soğuk deformasyon miktarının artması ile çekme ve akma mukavemet değerleri ve sertlik değerleri artmakta, süneklik değeri ise azalmaktadır.

4.3. Yeniden Kristallenme Kinetiği

İzotermal olmayan kinetik inceleme için %33,5 soğuk deformasyona uğramış elektrolitik bakır telin 4 farklı ısıtma hızında alınan DSC analizleri Şekil 4.11.'de verilmiştir. %63,7 soğuk deformasyona uğramış elektrolitik bakır telin 4 farklı ısıtma hızında alınan DSC analizleri de Şekil 4.12.'de verilmiştir. Yeniden kristallenme olayı

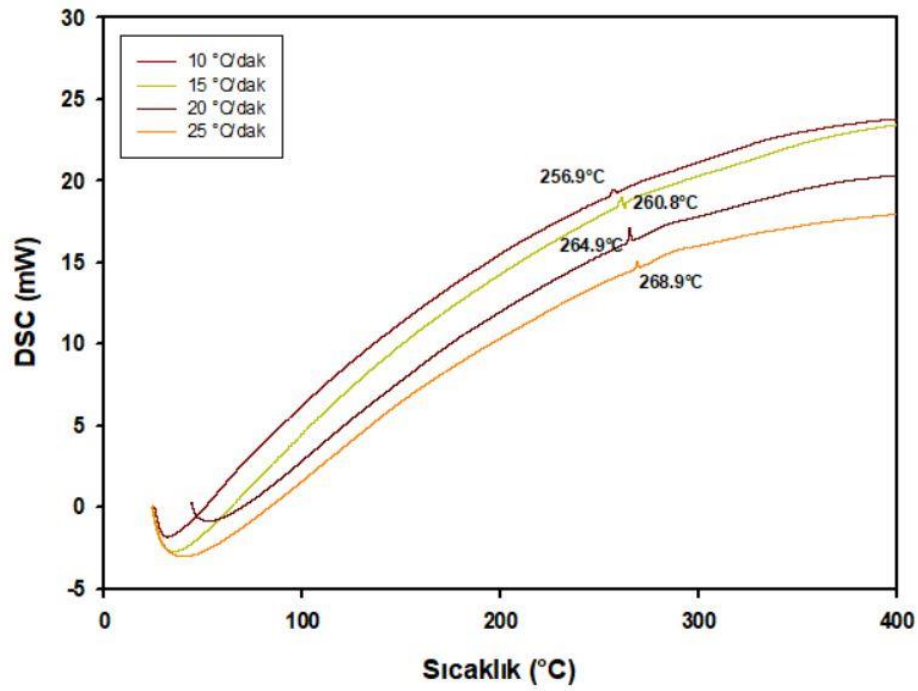
DSC eğrilerinde küçük ekzotermik pikler olarak gözlenmektedir. Şekil 4.11.'den tespit edilen yeniden kristallenme pik sıcaklıkları aynı ısıtma hızları için sırasıyla 269,9 °C (542,9 K), 275,1 °C (548,1 K), 281,8 °C (554,8 K) ve 287,7 °C (560,7 K) olarak tespit edilmiştir. Şekil 4.12.'deki DSC grafiklerinde tespit edilen yeniden kristallenme pik sıcaklıkları sırasıyla 256,9 °C (529,9 K), 260,8 °C (533,8 K), 264,9 °C (537,9 K) ve 268,9 °C (541,9 K) olarak tespit edilmiştir.



Şekil 4.11. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır telin DSC analizleri.

Tablo 4.2. %33,5 deforme olmuş bakır tel için kinetik veriler.

β	T (K)	$1/T (x10^3)$	Kissenger $\ln (\beta/T^2)$	Boswell $\ln (\beta/T)$	Ozawa $\ln (\beta)$	Starink $\ln (\beta/T^{1.92})$
10	542,9	1,8420	-10,2913	-3,9943	2,3026	-9,7228
15	548,1	1,8245	-9,9049	-3,5984	2,7081	-9,4003
20	554,8	1,8025	-9,6415	-3,3229	2,9957	-9,1360
25	560,7	1,7835	-9,4395	-3,1103	3,2189	-8,9332



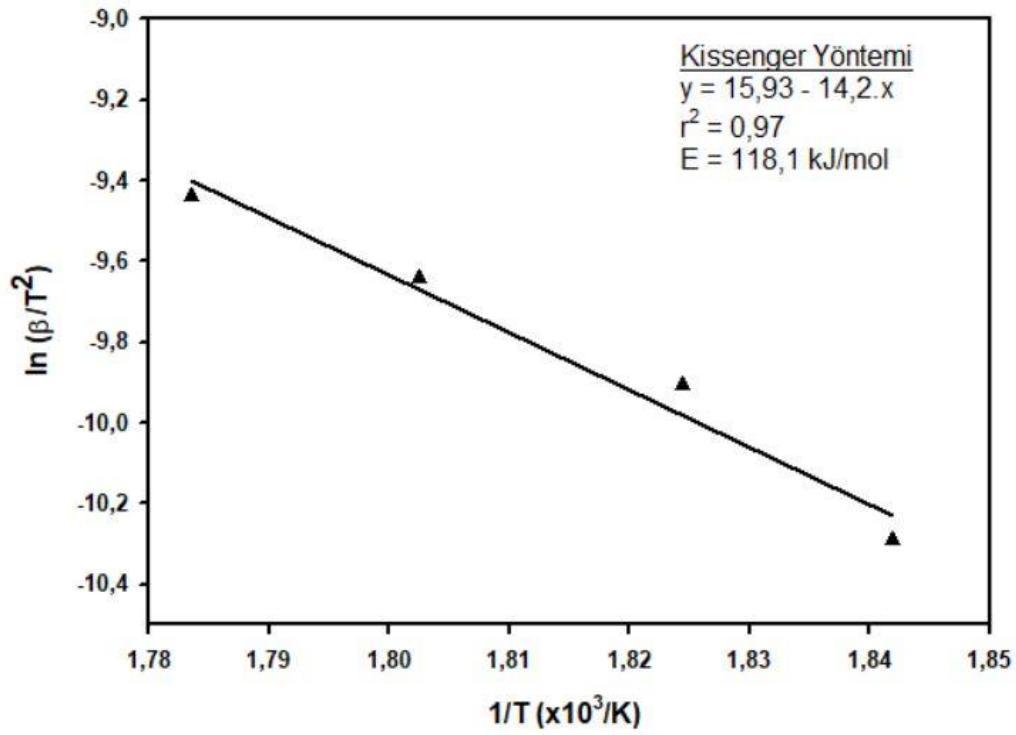
Şekil 4.12. %63,7 oranında soğuk çekilmiş telin DSC analizleri.

Tespit edilen bu pik sıcaklıklarına bağlı olarak farklı kinetik modellerin verileri %33,5 soğuk deformasyona uğramış bakır tel için Tablo 4.2.'de ve %63,7 soğuk deformasyona uğramış bakır çubuk için Tablo 4.3.'de verilmiştir.

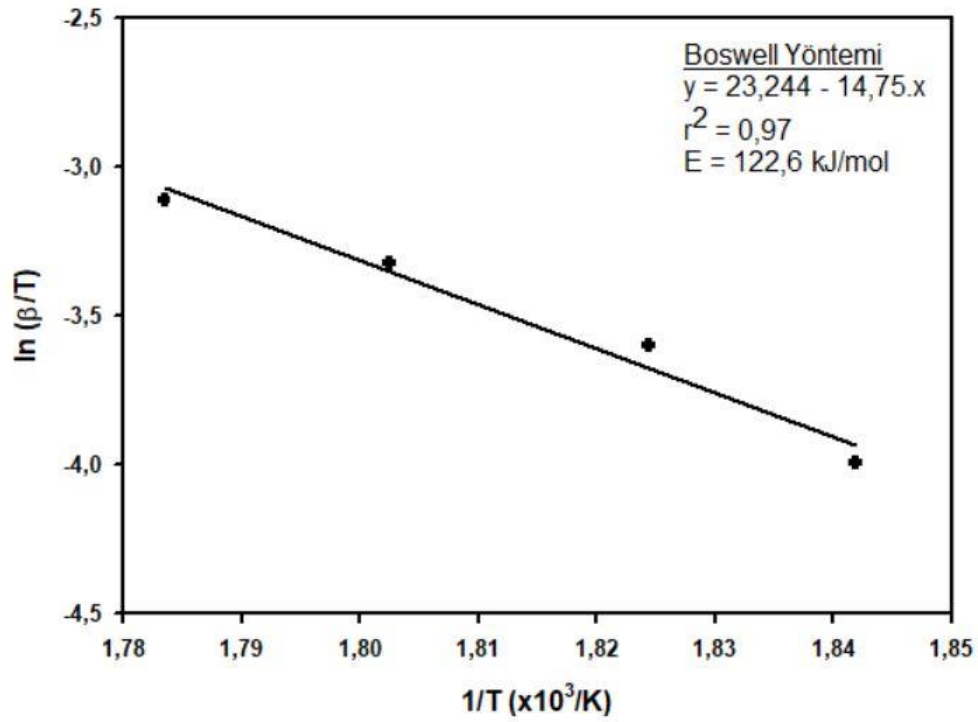
Tablo 4.2.'de ki veriler kullanılarak Şekil 4.13.'de Kissenger yöntemine göre $\ln(\beta/T^2) - 1000/T$ grafiği, Şekil 4.14.'de Boswell yöntemine göre $\ln(\beta/T) - 1000/T$ grafiği, Şekil 4.15.'de Ozawa yöntemine göre $\ln(\beta) - 1000/T$ grafiği ve Şekil 4.16.'da Starink yöntemine göre $\ln(\beta/T^{1.92}) - 1000/T$ grafiği verilmiştir. Bu grafiklerin eğimlerinden yeniden kristallenme aktivasyon enerji değerleri tespit edilmiş ve elde edilen sonuçlar Tablo 4.4.'de verilmiştir.

Tablo 4.3. %63,7 deforme olmuş bakır tel için kinetik veriler.

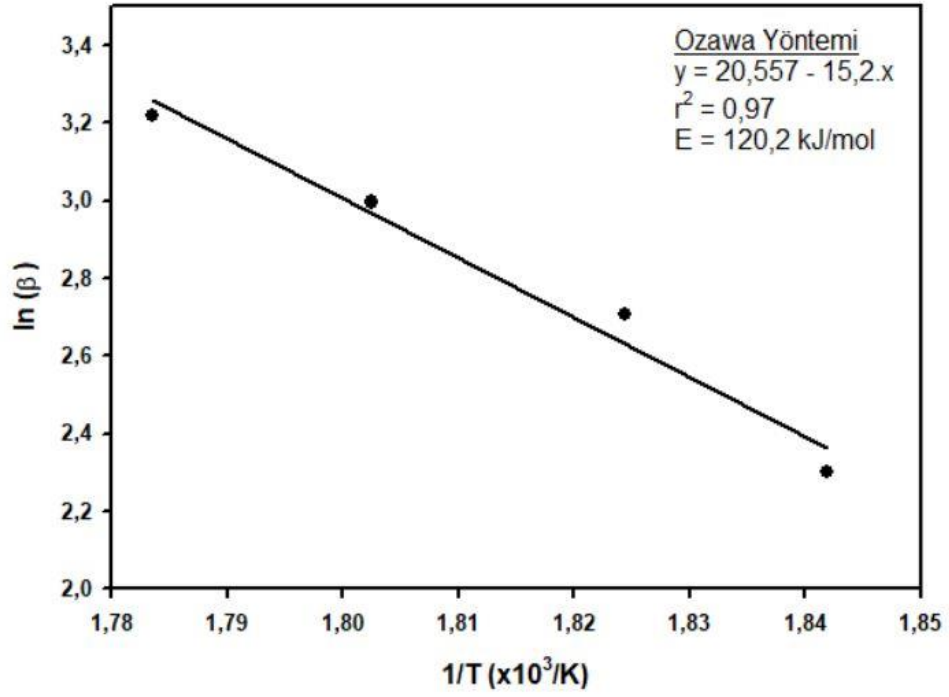
β	T (K)	$1/T (\times 10^3)$	Kissenger $\ln(\beta/T^2)$	Boswell $\ln(\beta/T)$	Ozawa $\ln(\beta)$	Starink $\ln(\beta/T^{1.92})$
10	529,9	1,8871	-10,2428	-3,9701	2,3026	-9,7409
15	533,8	1,8734	-9,8520	-3,5720	2,7081	-9,3496
20	537,9	1,8591	-9,5796	-3,2919	2,9957	-9,0766
25	541,9	1,8454	-9,3713	-3,0762	3,2189	-8,8677



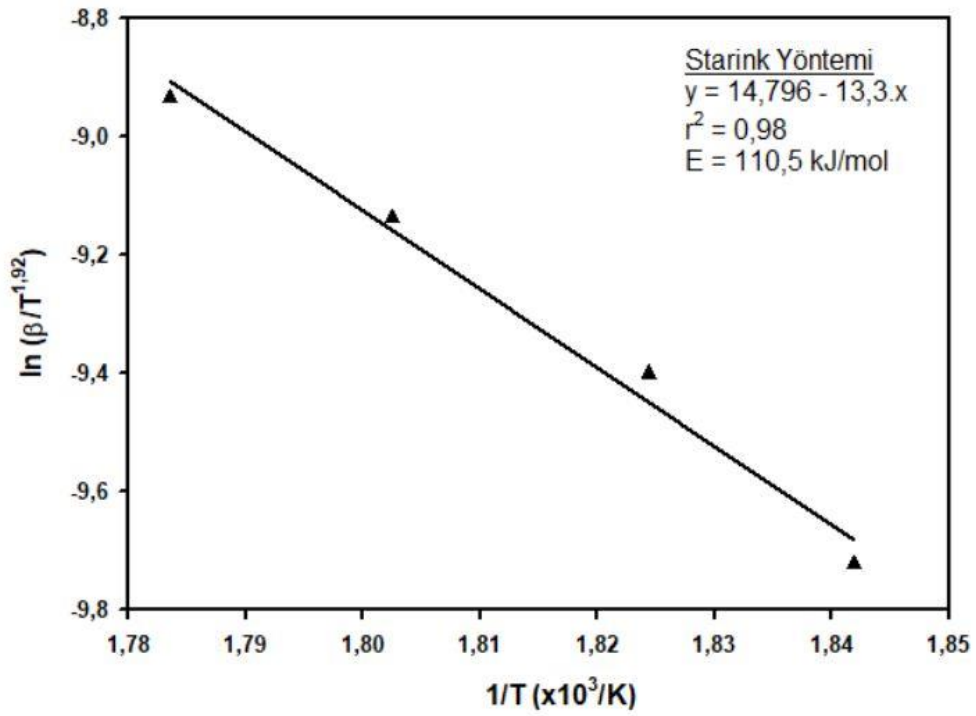
Şekil 4.13. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T^2) - 1000/T$ grafiği.



Şekil 4.14. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T) - 1000/T$ grafiği.



Şekil 4.15. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta)$ - $1000/T$ grafiği.

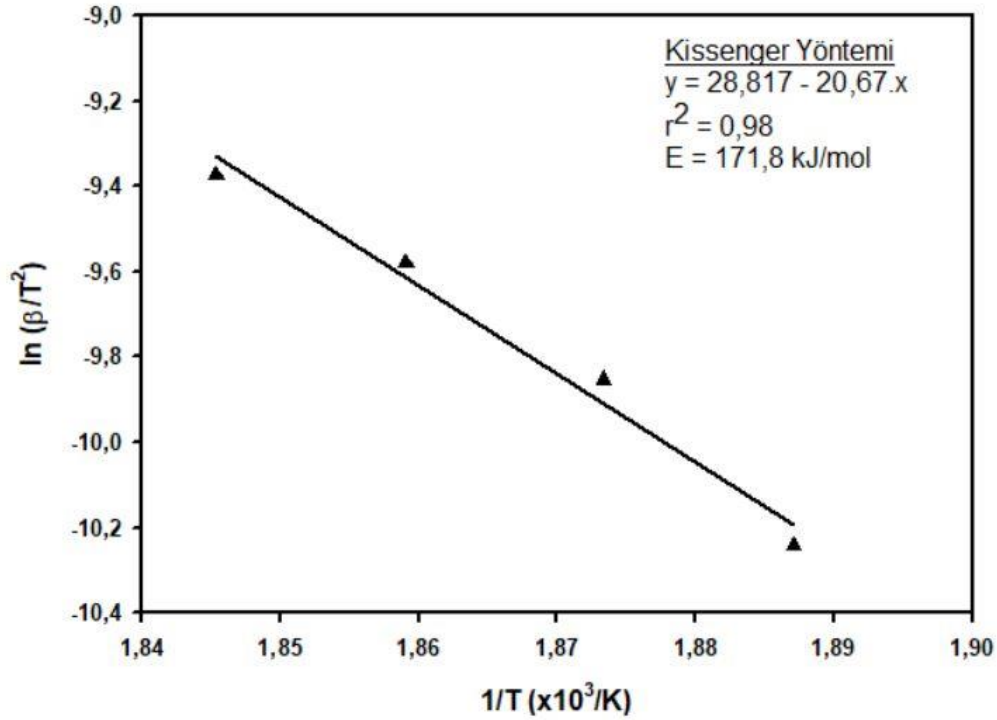


Şekil 4.16. %33,5 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T^{1,92})$ - $1000/T$ grafiği.

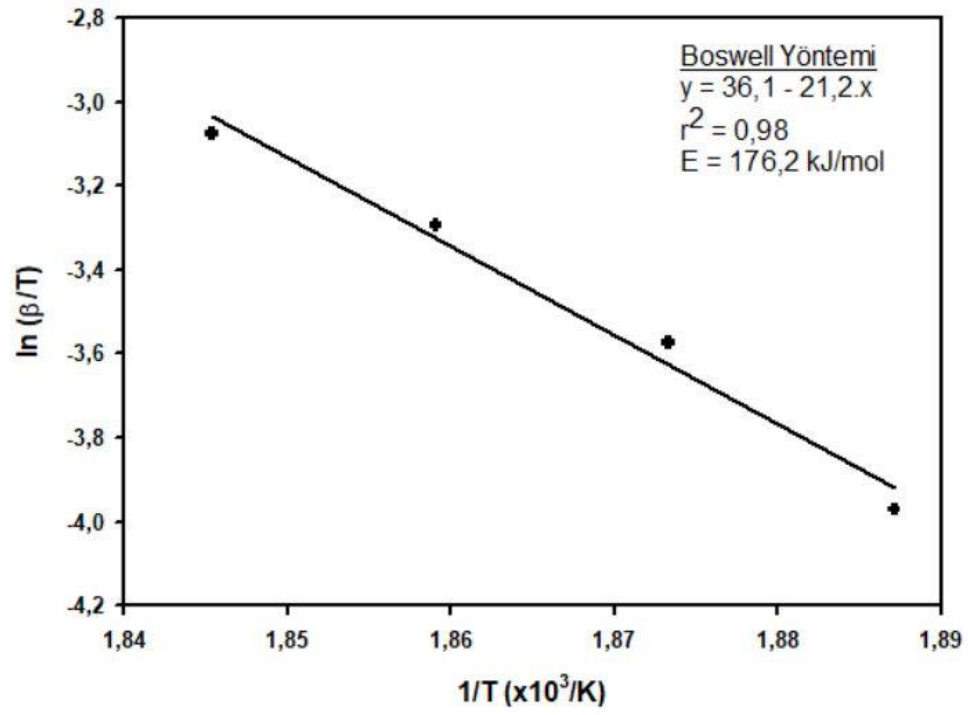
Tablo 4.4. %33,5 soğuk deformasyona uğramış bakır telde farklı yöntemlere göre yeniden kristallenme aktivasyon enerji değerleri.

Kinetik Yöntem	Aktivasyon Enerjisi (kJ/mol)
Kissenger	118,1
Boswell	122,6
Ozawa	120,2
Starink	110,5

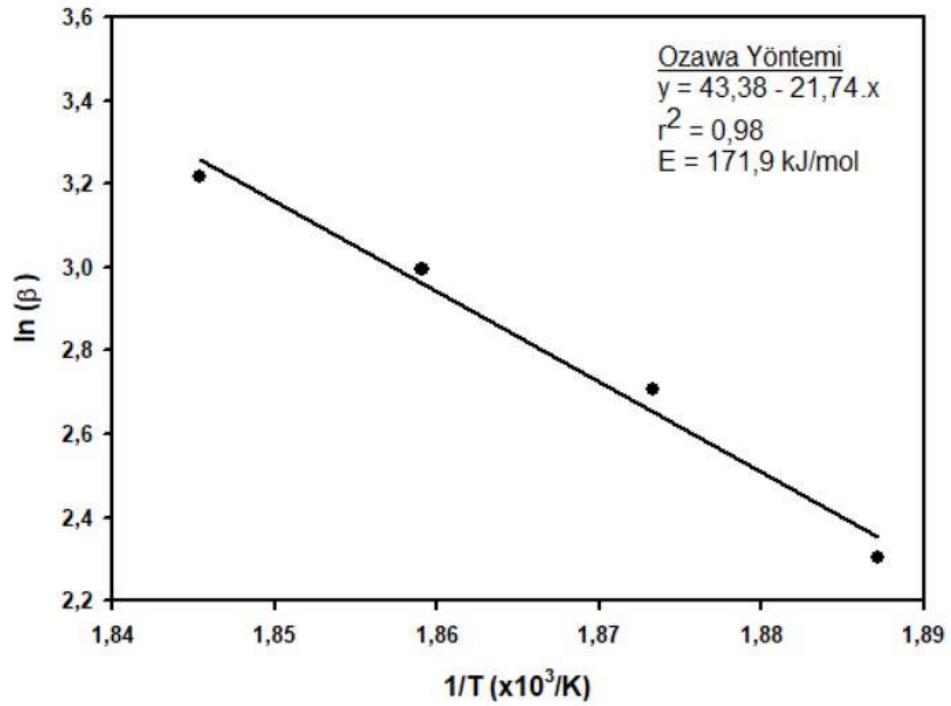
Tablo 4.3.'deki veriler kullanılarak Şekil 4.17.'de Kissenger yöntemine göre $\ln(\beta/T^2) - 1000/T$ grafiği, Şekil 4.18.'de Boswell yöntemine göre $\ln(\beta/T) - 1000/T$ grafiği, Şekil 4.19.'da Ozawa yöntemine göre $\ln(\beta) - 1000/T$ grafiği ve Şekil 4.20.'de Starink yöntemine göre $\ln(\beta/T^{1.92}) - 1000/T$ grafiği verilmiştir. Bu grafiklerin eğimlerinden yeniden kristallenme aktivasyon enerji değerleri tespit edilmiş ve elde edilen sonuçlar Tablo 4.5.'de verilmiştir.



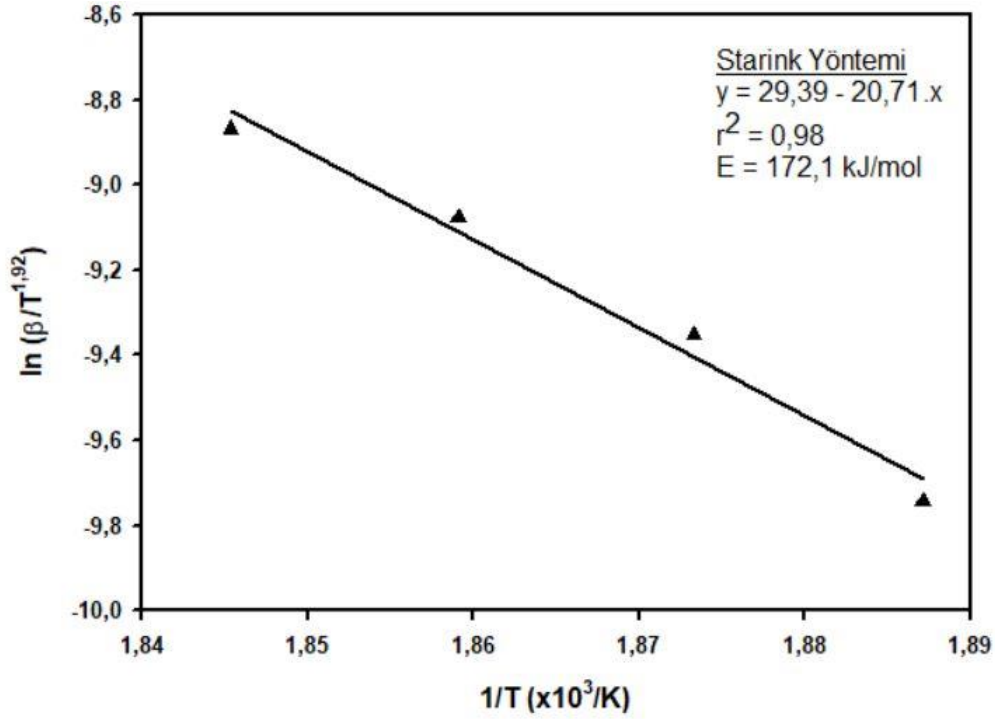
Şekil 4.17. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T^2) - 1000/T$ grafiği.



Şekil 4.18. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T) - 1000/T$ grafiği.



Şekil 4.19. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta) - 1000/T$ grafiği.



Şekil 4.20. %63,7 oranında soğuk çekilmiş bakır tel için $\ln(\beta/T^{1.92})$ - $1000/T$ grafiği.

Tablo 4.4.'de verilen sonuçlara göre %33,5 oranında soğuk deformasyona uğramış bakır telde yeniden kristallenme aktivasyon enerjisi Kissenger yöntemine göre 118,1 kJ/mol, Boswell yöntemine göre 122,6 kJ/mol, Ozawa yöntemine göre 120,2 kJ/mol ve Starink yöntemine göre 110,5 kJ/mol olarak tespit edilmiştir. Bu değerler göz önüne alındığında %33,5 oranında soğuk deforme edilmiş bakır telde yeniden kristallenme aktivasyon enerjisinin 110 – 123 kJ/mol aralığında olduğu görülmektedir.

Tablo 4.5. %63,7 soğuk deforme olmuş bakır telde farklı yöntemlere göre yeniden kristallenme aktivasyon enerji değerleri.

Kinetik Yöntem	Aktivasyon Enerjisi (kJ/mol)
Kissenger	171,8
Boswell	176,2
Ozawa	171,9
Starink	172,1

Tablo 4.5.'de verilen sonuçlara göre %63,7 oranında soğuk deformasyona uğramış bakır telde yeniden kristallenme aktivasyon enerjisi Kissenger yöntemine göre 171,8 kJ/mol, Boswell yöntemine göre 176,2 kJ/mol, Ozawa yöntemine göre 171,9 kJ/mol ve Starink yöntemine göre 172,1 kJ/mol olarak tespit edilmiştir. Bu değerler göz önüne

alındığında %63,7 oranında soğuk deforme edilmiş bakır telde yeniden kristallenme aktivasyon enerjisinin 171 – 177 kJ/mol aralığında olduğu görülmektedir.

Soğuk çekme işlemi yapılarak deformasyona uğratılmış bakır teller üzerine yapılan izotermal olmayan kinetik çalışmalarda, aktivasyon enerjisinin yaklaşık 60 – 65 kJ/mol olduğu, deformasyon miktarı arttıkça yeniden kristallenme için gerekli sıcaklığın ve aktivasyon enerjisinin bir miktar düştüğü ifade edilmiştir. Isıtma hızı arttıkça yeniden kristallenme sıcaklıklarının bir miktar arttığı belirtilmiştir (Fellah ve Boumerzoug, 2018; Fellah ve ark., 2018).

Yapılan bir araştırmada, 8 mm çaptan 2 mm çapa kademeli olarak ağır soğuk deformasyona uğratılmış ($\epsilon_T=2,77$) bakır telin yeniden kristallenme aktivasyon enerjisi bir matematiksel modelleme yöntemiyle tespit edilerek 152 kJ/mol olarak rapor edilmiştir (Blaz ve Kwapisinski, 2009).



5. SONUÇLAR

Farklı oranlarda soğuk çekilmiş elektrolitik bakır telin mekanik özellikleri ve yeniden kristallenme davranışı üzerinde elde edilen genel sonuçlar;

- 11 mm çapındaki başlangıç elektrolitik bakır tel soğuk çekme ile önce 9,3 mm çapa ve ardından 8 mm çapa getirilmiştir. Soğuk deformasyon oranları ilk kademe için %33,5 ve ikinci kademe için toplamda %63,7 olarak gerçekleşmiştir.
- Başlangıç bakır telinin çekme mukavemeti 255 MPa iken bu değer %33,5 soğuk deformasyon sonrası 355,4 MPa değerine ve %63,7 soğuk deformasyon sonrası 426,6 MPa değerine çıkmıştır.
- Başlangıç bakır telinin akma mukavemeti 102,4 MPa iken bu değer %33,5 soğuk deformasyon sonrası 121,3 MPa değerine ve %63,7 soğuk deformasyon sonrası 168,3 MPa değerine çıkmıştır.
- Başlangıç bakır telinin sertlik değeri 93,5 HV iken bu değer %33,5 soğuk deformasyon sonrası 116,8 HV değerine ve %63,7 soğuk deformasyon sonrası 121,2 HV değerine çıkmıştır.
- Başlangıç bakır telinin süneklik değeri %43 iken bu değer %33,5 soğuk deformasyon sonrası %24,3 ve %63,7 soğuk deformasyon sonrası %20,6 değerine azalmıştır.
- Yeniden kristallenme kinetik analizi, DSC (Derivativ Tarama Kalorimetrisi) ile numunelerin 10 – 15 – 20 – 25 °C/dak ısıtma hızlarında alınan termal analizlerindeki yeniden kristallenme pik sıcaklıkları ve 4 farklı yöntem (Kissenger, Boswell, Ozawa ve Starink) kullanılarak yapılmıştır.
- %33,5 soğuk deformasyona uğramış elektrolitik bakır telde yeniden kristallenme için gerekli aktivasyon enerjisinin Kissenger yöntemine göre 118,1 kJ/mol, Boswell yöntemine göre 122,6 kJ/mol, Ozawa yöntemine göre 120,2 kJ/mol ve Starink yöntemine göre 110,5 kJ/mol olarak bulunmuştur. %33,5 oranında soğuk deformasyona uğramış elektrolitik bakır telde yeniden kristallenme için gerekli aktivasyon enerjisi 110 – 123 kJ/mol aralığındadır.

- %63,7 soğuk deformasyona uğramış elektrolitik bakır telde yeniden kristallenme için gerekli aktivasyon enerjisinin Kissenger yöntemine göre 171,8 kJ/mol, Boswell yöntemine göre 176,2 kJ/mol, Ozawa yöntemine göre 171,9 kJ/mol ve Starink yöntemine göre 172,1 kJ/mol olarak bulunmuştur. %63,7 oranında soğuk deformasyona uğramış elektrolitik bakır telde yeniden kristallenme için gerekli aktivasyon enerjisinin 171 – 177 kJ/mol aralığındadır.
- Soğuk deformasyon miktarı arttıkça yeniden kristallenme sıcaklığının azaldığı, yeniden kristallenme aktivasyon enerjisinin arttığı tespit edilmiştir.



KAYNAKLAR

- Al Araj, N., Raheem, O.H. (2013). An experimental investigation for effecting of cold drawing on electrical and mechanical properties of copper cables, *International Journal of Scientific & Engineering Research*, 4(7), 1837-1842.
- Alaneme, K.K., Okotete, E.A. (2018). Recrystallization mechanisms and microstructure development in emerging metallic materials: A review. *Journal of Science Advanced Materials and Devices*, 4(1), 19–33.
- ARS, (2022). www.aquaroyalspring.com (Eriřim Tarihi: 20.10.2022).
- ASM, (2001). *ASM Specialty Handbook Copper and Copper Alloys*. Ed. J.R. Davis, ASM International – The Materials Information Society.
- Bhaduri, A. (2018). *Mechanical properties and working of metals and alloys* (Vol. 264, p. 119). Singapore: Springer.
- Blaz, L., Kwapinski, P. (2009). Simple mathematical model for prediction of recrystallization of copper, *Archives of Metallurgy & Materials*, 54(1), 161-170.
- Boden, T., Krahulec, K., Berg, M.V., Rupke, A. (2018). *Utah Mining 2016 – Technical Report*, Utah Geological Survey, 1-36.
- Bor, F.Y. (1989). Ekstraktif Metalurji Prensipleri – Kısım II, İTÜ Matbaası, 324-327, 372-376.
- Boswell, P.G. (1980). On the calculation of activation energies using a modified Kissenger method. *Journal of Thermal Analysis*. 18(2), 353-358.
- Copper Alliance, (2022). European Copper Institute, www.copperalliance.org (Eriřim Tarihi: 20.09.2022)
- Coudurier, L., Hopkins, D.W., Wilkomirsky, I. (1985). *Fundamentals of Metallurgical Processes*, 2.Ed., Pergamon Press, 153-154, 185-189.
- Danchenko, V. N. (2007). *Metal forming*. National Metallurgy Academy of Ukraine, Dnepropetrovsk: NMetAU.
- Dixit, U.S. (2020). *Mechanics of Materials in Modern Manufacturing Methods and Processing Methods*, Elsevier, 1-30.
- Doğan, E. (2006). 1050 ve 8006 alüminyum alařımlarının deformasyon ve yeniden kristalleřme davranıřı, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi.
- Eken, M. (2021). Bakır Sektör Raporu, www.demirbirlik.org (Eriřim Tarihi: 20.09.2022)
- Fellah, L., Boumerzoug, Z. (2018). Measurements of recrystallization kinetics by isochronal DSC in industrial drawn copper wires, *Materials Today: Proceedings*, 5, 14912-14917.

- Fellah, L., Diha, A., Boumerzoug, Z., (2018). Microstructural study and recrystallization kinetics of deformed commercial copper wires, *Acta Metallurgica Slovaca*, 24(1), 33-42.
- Grecu, I. (2021). Soğuk haddelenmiş AA3105 saclarda termal analizle yeniden kristallenme kinetiğinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya Üniversitesi.
- Groover, M.P. (2001). *Fundamentals of Modern Manufacturing: Materials, Processes and Systems*, Wiley & Sons.
- Habashi, F. (1986a). *Extractive Metallurgy – Vol 3 Pyrometallurgy*, Gordon and Breach Publishers, 355-357.
- Habashi, F. (1986b). *Extractive Metallurgy – Vol 2 Hydrometallurgy*, Gordon and Breach Publishers, 11-15.
- Humphreys, J., Rohrer, G. S., Rollett, A. (2017). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier
- Ikumapayi, O. M., Akinlabi, E. T., Onu, P., & Abolusoro, O. P. (2020). Rolling operation in metal forming: Process and principles—A brief study. *Materials Today: Proceedings*, 26, 1644-1649.
- Jackson, E. (1986). *Hydrometallurgical Extraction and Reclamation*, Ellis Horwood Limited, 124-136.
- Kissenger, H.E. (1957). Reaction kinetics in differential thermal analysis, *Analytical Chemistry*, 29(11), 1702-1706.
- Liu, S., Zhang, Y., Su, Z., Lu, M., Gu, F., Liu, J., Jiang, T. (2020). Recycling the domestic copper scrap to address the China's copper sustainability, *Journal of Materials and Technology*, 9(3), 2846-2855.
- Ma, J., Welo, T. (2021). Analytical springback assessment in flexible stretch bending of complex shapes. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 160, 103653.
- Moore, J.J., Boyce, E.A., Brooks, M.J., Perry, B., Sheridan, P.J. (1981). *Chemical Metallurgy*, Butterworth & Co Ltd., 222-225.
- Narayanan, R.G. (2022). *Metal Forming Processes*, Lecturer Notes, www.iitg.ac.in (Erişim Tarihi: 20.09.2022)
- Olokode, O.S., Bolaji, B.O., Aiyedun, A. (2008). Effects of process annealing on mechanical properties of strain-hardened copper: a case of Kabel Metal Nigeria Limited, *The Pacific Journal of Science and Technology*, 9(2), 278-283.
- Ozawa, T. (1992). Estimation of activation energy by isoconversion methods, *Thermochimica Acta*. 203, 159-165.
- Raabe, D. (2014). *Recovery and Recrystallization: Phenomena, Physics, Models and Simulation*, Physical Metallurgy, Elsevier, 2291-2397.
- Rao, Y.K. (1985). *Stoichiometry and Thermodynamics of Metallurgical Processes*, Cambridge University Press, 26-28.
- Raougui, A. (2021). AA5005 saclarda haddeleme sonrası yeniden kristallenme kinetiğinin termal analizle incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya Üniversitesi.

- Rosenqvist, T. (1983). Principles of Extractive Metallurgy, 2nd Ed., McGraw Hill Book Company, 328-339.
- Sevryukov, N. (1975). Nonferrous Metallurgy, Mir Publishers, Moscow, 97-190.
- Smallman R.E., Bishop, R. J. (1999). Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering. (1999). Elsevier.
- Starink, M. (2004). Analysis of aluminium based alloys by calorimetry: quantitative analysis of reactions and reaction kinetics, International Materials Reviews. 49(3-4), 191-226.
- Sumitomo Metal Mining, www.smm.co.jp, (Eriřim Tarihi: 14.10.2022)
- Tempelman, E., Shercliff, H., Van Eyben, B. N. (2014). Forging of metals. In Manufacturing and Design (pp. 85–103). Elsevier.
- Ünal, İ.H., Tuncel, S., Yücel, M.B., Yoleri, B., Arslan, M. (2021). Türkiye ve Dünyada Bakır, Fizibilite Etütleri Dairesi Başkanlığı, MTA, 5-11.
- Zhang, X. (2021). Applications of kinetic methods in thermal analysis: A review, Engineered Science, 14, 1-13.



ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad : Jaber RAOUGUI

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2016, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- 2022-h.d.e Salda Metal’de Dış Ticaret Uzmanı olarak çalışmaktadır.

TEZDEN TÜRETİLEN ESERLER:

- Raougui J., Yıldız K. (2022, 18-20, Mart). Farklı Oranlarda Soğuk Çekilmiş Elektrolitik Bakır Telin Yeniden Kristallenme Kinetiğinin Termal Analizle İncelenmesi. *VIII. INSAC International Congress on Natural and Engineering Sciences*, Konya, Turkey.