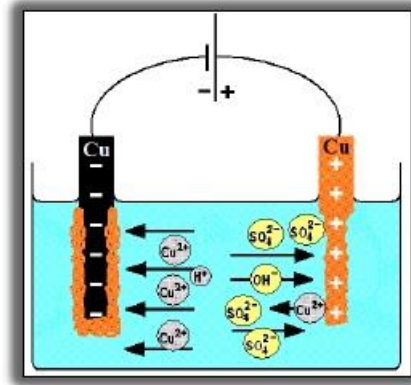




KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

LABORATUVAR FÖYÜ

ELEKTROLİZ YÖNTEMİ İLE METAL SAFLAŞTIRMA VE GERİ KAZANIMI



Prof. Dr. Ahmet SARI

Arş. Gör. Sümran BİLGİN

MART 2024

TRABZON

1. DENEYİN AMACI

- Elektroliz olayının öğrenilmesi
- Bakırın rafinasyon (saflaştırma) ve redüksiyon (geri kazanım) işlemlerinin öğrenilmesi

2. TEORİK BİLGİLER

2.1. Elektroliz

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

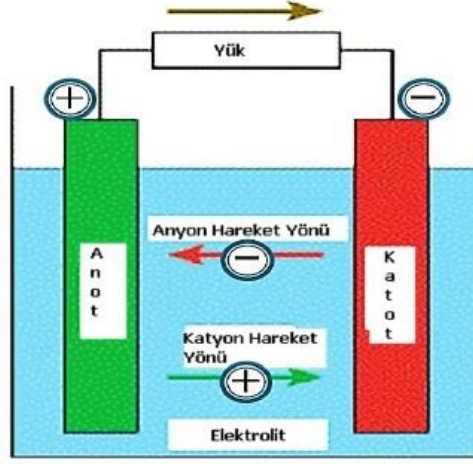
Elektroliz İle İlgili Bazı Terimler :

Elektrolit : İçinde (+) ve (-) yüklü serbest iyonları bulunduran ortamlardır.

Elektrot : Elektrolit içine batırılan metallerdir.

Anot : Bir elektroliz kabında üreticinin pozitif kutbuna bağlı olan ve yükseltgenme reaksiyonunun meydana geldiği elektrottur.

Katot : Bir elektroliz kabında üreticinin negatif kutbuna bağlı olan ve indirgenme reaksiyonunun elektrottur.



Şekil 1. Elektroliz hücresi (şematik)

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. Bu deneyde bakırın saflaştırılması ve geri kazanımı deneyleri yapılacaktır.

2.2. 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 kaplanmasında (sözgelimi; 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 yada yemek borusu daralmalarının tedavisi gibi tıp uygulamalarında da kullanılmaktadır.

2.3. Bakırın 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. Klasik bakır saflaştırma elektrolizinin çalışma koşulları 0.2-0.35 V hücre voltajı şeklindedir. Elektroliz şartları aşağıda verildiği gibidir:

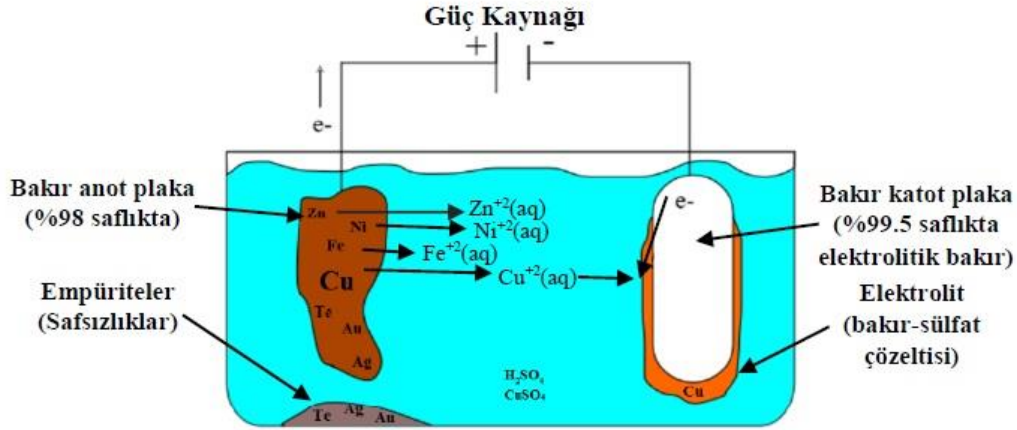
- Elektrolitte 35-50 g/l Cu ve 140-220 g/l H_2SO_4
- Sıcaklık 50-65 °C
- Katot akım yoğunluğu 150-250 A/m² (15-25 mA/cm²)

Bakırın saflaştırılması elektrolizinde meydana gelen reaksiyonlar;

Anot reaksiyonu: $\text{Cu}^0 \rightarrow \text{Cu}^{+2} + 2e^-$ (Burada bakır, anodik oksidasyon sonucu Cu^{+2} iyonları halinde çözünür.)

Çözünmüş olan (+) yüklü bakır iyonları (Cu^{+2}) katot yüzeyine ulaşır.

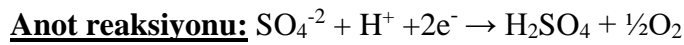
Katot reaksiyonu: $\text{Cu}^{+2} + 2e^- \rightarrow \text{Cu}^0$ (Burada Cu^{+2} bakır iyonları, anottan iletilmiş olan elektronlarla tekrar birleşerek metal durumuna indirgenirler.)

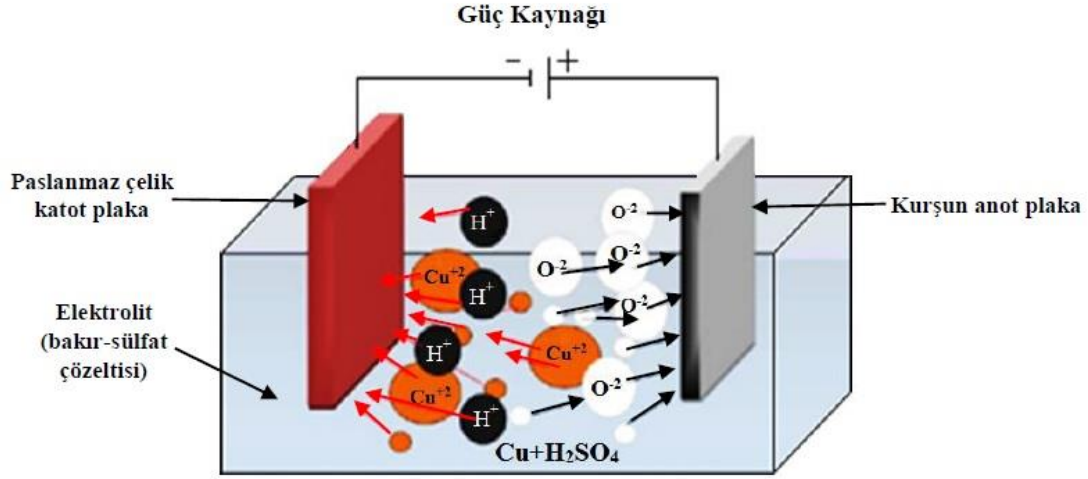


Şekil 2. Bakırın saflaştırma elektrolizi (şematik)

2.4. Bakırın İndirgenme Yolu ile Geri Kazanımı

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 çözeltilerde 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 3. Bakırın geri kazanım elektrolizi (şematik)

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.

2.5. Hesaplamalar

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

$$M_T = \frac{I \cdot t \cdot M_a}{Z \cdot F}$$

Bu eşitlikte, M_T = Elde edilen (katotta biriken) ürün miktarı'nı,

I = Devreden geçirilen akım şiddeti (A)'ni,

t = Zaman (sn)'i,

M_a = Katotta biriken maddenin atom ağırlığı (Cu için : 63 g/mol)'ni,

Z = Katotta biriken maddenin bileşikteki değeri (Cu için : 2)'ni,

F = Faraday sabiti (96500 Coulomb)'ni ifade etmektedir.

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

$$\text{Akım Yoğunluğu} = \frac{\text{Devreden geçen akım (A)}}{\text{Katodun elektrolite dalan kısmının alanı (m}^2\text{)}}$$

Deneyler sırasında devreden geçen akımın bir kısmı dirençleri yenmek için kullanıldığından, elektrolizle elde edilen ürün teorik üründen daha az olmaktadır. Elde edilen ürünün (M_G) teorik ürüne (M_T) oranının 100 ile çarpılması sonucunda ise $[(M_G / M_T) \times 100]$, **% 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, $[(M_T - M_G) / M_T] \times 100$ işleminin sonucunda çıkan değer ise deneysel **% hata payını** vermektedir.

3. DENEYDE KULLANILAN CİHAZ VE MALZEMELER

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

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

4. 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 çözeltiliye 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. 10 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.

✓ **Değerlendirme:**

Tablo 1.

	Uygulanan Akım (A)	Süre (sn)	Katotta Toplanan Cu Miktarı (gr)	Hesaplanan Cu Miktarı (gr)
Bakırın Saflaştırılması Deneyi				
Bakırın Geri Kazanım Deneyi				

Tablo 2.

ZAMAN(DK)	0	2	4	6	8	10
POTANSİYEL(V) (SAFLAŞTIRMA)						

Tablo 3.

ZAMAN(DK)	0	2	4	6	8	10
POTANSİYEL(V) (GERİ KAZANIM)						

✓ **Denev Raporunda İstenilen Bilgiler:**

1. Teorik bilgilerle kısaca giriş yapılarak deneyin yapılışı ve kullanılan yöntemler hakkında bilgi verilecektir (Teorik bilgiler deney föyünden yazılmamalıdır).
2. Verilen formülle ile her iki deneyde elde edilen elektroliz ürününün miktarı teorik olarak hesaplanacak ve deneysel sonuçlar ile karşılaştırılacaktır (Sonuç yorumlanacaktır.). Her iki deney için akım randımanı (verimi) hesaplanacaktır.
3. Her iki deney için de, zaman (dk) – potansiyel (V) grafiği çizilerek eğriler yorumlanacaktır.
4. EMF (elektromotif) kuvvet serisinin tanımı yapılarak hangi amaçla kullanıldığı hakkında bilgi verilecektir. (EMF kuvvet serisi tablosunun çıktısı alınarak sayfa üzerine yapıştırılabilir.)

5. KAYNAKLAR

- [1] <http://www.drkcnyzi.me/copper.doc>
- [2] YTÜ, Metalurji Müh., “Demir Dışı Metal Üretimi Laboratuar Kitapçığı”, 1997.
- [3] BOR, F. Y., ‘Ekstraktif Metalurji Prensipleri Kısım II, Birinci Baskı, 1989.
- [4] YTÜ, Metalurji Müh., Metalürji Proses Laboratuvarı Deney Föyü
- [5] Kocaeli Üni., Kimya Müh., Genel Kimya Laboratuar Föyü
- [6] 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.
- [7] https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Copper_Raffination.svg