Bazalt, Yüksek Fırın Curufu ve Feldspattan Üretilmiş Cam-Seramik Malzemeler ve Karakterizasyonu

Turhan BAŞARAN, Ediz ERCENK, Şenol YILMAZ

Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Sakarya.

e-posta: turhanbasaran5@gmail.com

Geliş Tarihi: 27.08.2019; Kabul Tarihi: 25.09.2019

Öz

Anahtar kelimeler Bazalt, Cam-seramik, Yüksek Fırın Cürufu, Feldspat.

Bu çalışmada, yüksek fırın cürufu ve bazalt karışımına feldispat eklenerek üretilecek sinter cam-seramik malzemenin özellikleri incelenmiştir. Bazalt ve yüksek fırın cürufu ile hazırlanan ana karışıma %0-15 aralığında feldispat ilave edilmiştir. Karışım numuneleri tek eksenli pres altında oluşturulmuştur. Daha sonra numuneler 900, 1000, 1100°C'de 2 saat süre ile sinterlenmiştir. Sinterlenmiş numunelere pişme küçülmesi, su emme, porozite ve yoğunluk testleri uygulanmıştır. Ayrıca X-ışını difraksiyon analizi (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri yapılmıştır. Sonuçlar feldispat ilavesinin pişme küçülmesi, su emme ve porozite değerlerinde düşüşler meydana getirdiğini göstermektedir.

Glass-Ceramic Materials Produced From Basalt, Blast Furnace Slag and Feldspar and Their Characterization

Abstract

Keywords Basalt, Glass-ceramic, High Furnace Slag, Felspar.

In this study, the properties of sintered glass-ceramic material to be produced by adding feldspar to blast furnace slag and basalt mixture were investigated. To the main mixture prepared with basalt and blast furnace slag was added feldspar in the range of %0-15. Mixture samples were formed under single axis press. The samples were then sintered at 900, 1000, 1100 °C for 2 hours. To the sintered samples were applied baking shrinkage, water absorption, porosity and density tests. In addition, X-ray diffraction analysis (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) analyzes were performed. The results show that the addition of feldspar produces a reduction in baking shrinkage, water absorption and porosity values.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

1. Giriş

Cam seramik malzemeler, kontrollü kristalizasyon tekniği ile hazırlanan polikristalin katılardır (Mukherjee and Das 2016). Cam seramikler camlara göre daha yüksek mekanik mukavemet, darbe direnci, refrakterlik özelliğine ve daha düşük ısıl genleşme katsayısına sahip olabilen yapılardır (Ercenk 2017). Camlara üstün bir dayanıklılık sağlar. Çok ince tane boyutlarında üretilebilir ve sıfır gözenekliliğe sahiptir. Geleneksel cam şekillendirme işlemleri kullanılarak karmaşık şekiller

yapılabilir. Birden fazla fazın varlığı, özelliklerin geniş bir değer aralığında ayarlanmasına izin verir (Shelby 2005). Ayrıca cam seramik oluşumunun en önemli avantajı çok çeşitli özel mikroyapı oluşumuna izin vermesidir. Mikroyapı farklı morfolojik yollarla düzenlenebilir. Kendi özel yapılarına ilişkin özel morfolojileri ve ayrıca büyüme şekillerine bağlı olarak görünümlerinde gözle görülür farklılıklar gösterebilirler. Tüm bu mikroyapı oluşturma yolları, kontrollü çekirdeklenme ve kristalizasyon ile ana cam bileşiminin seçimini icerir. Bu elverişli özellikleri sergileyen cam

¹⁴⁻¹⁶ Ekim 2019 tarihleri arasında düzenlenen X. Uluslararası Katılımlı Seramik Kongresi'nde sunulan bildirilerden seçilen çalışmadır.

seramikler, kimyasal bileşimi ve mikroyapının değişmesi temelinde geliştirilmiştir (Höland and Beall 2002).

Cam seramikler ilk olarak, diğer camlar için kullanılan aynı prosedürler kullanılarak cam oluşturulmaktadır. İstenen şekil verildikten sonra iyi karakterize edilmiş bir oranda kristallerin çekirdeklenmesinin gerçekleştiği sıcaklığa doğrudan Camın heterojen çekirdeklenmesi, alınabilir. titanat, zirkonat, florür veya çekirdeklendirici bir madde olarak bilinen bir katkı maddesi tarafından oluşturulan bölgelerde meydana gelir. Çekirdeklenmeden sonra, nesne kristal büyümesi için optimum bir sıcaklığa ısıtılır ve istenen kristallik derecesine ulaşana kadar tutulur(Shelby 2005).

Yüksek erime sıcaklıkları, spesifik ısıl işlem ve saf hammaddelerin yüksek maliyeti nedeniyle, camseramikler yüksek üretim maliyetleriyle olağanüstü özelliklere ulaşır. Bununla birlikte, bazı durumlarda, düşük erime sıcaklıklarında, ucuz hammaddeler ve kısa üretim döngüleri kullanarak cam seramik üretmek mümkündür (Karamanov et al. 2008). Bu açıdan düşük viskoziteli alkali bazaltlar, sinterkristalizasyon tekniği ile cam seramik malzemelerin üretimi için uygun görülmektedir (Karamanov et al. 2008, Ergul et al. 2009). Bazalt koyu renkli, küçük taneli bir volkanik kayadır. Bazalt temel olarak SiO₂, Al₂O₃, MgO, CaO ve demir oksitler (FeO, Fe₂O₃) içerir. Ayrıca az miktarda Na₂O, K₂O, P₂O₅, MnO ve TiO₂ içerir. Bazalt ile üstün aşınma direncine sahip ve kimyasal dirençli cam-seramik malzemeler üretilebilir (Ercenk et al. 2011). Demir açısından zengin silikat eriyikleri, düşük viskozite ve düşük sıcaklıkta kısa üretim döngüleri ile polikristalin malzeme üretimine izin verir. Yüksek kristalleşme eğilimi ile karakterize edilir. Bu nedenlerden dolayı, birçok araştırmacı farklı magmatik kayaçların erime ve kristalleşme davranışlarını incelemeye ve elde edilen malzemeleri karakterize etmeye devam etmektedir (Karamanov et al. 2009).

Cam seramiklerin üretimi için farklı malzeme türlerinden de yararlanılmaktadır. Metalurjik cüruf, madencilik ve kimya endüstrilerindeki kül ve atıklar, cam seramik üretiminde dikkate alınan malzemelerden sadece bir kaçıdır (Khater 2011).

AKÜ FEMÜBİD 19 (2019)

Metalurjik cürufun büyük kısmı cüruf tesislerinde kullanılmadan yığılmaktadır. Metalurjik cüruf birikimi çevreyi etkiler ve metalurji işletmeleri için de bir yüktür. Bu nedenle, metalurjik cürufun kullanılmasına yönelik farklı yöntemler araştırılmalıdır (Wang et al. 2010). Örneğin yüksek fırın cürufu (BFS), pik demir üretimi sırasında ortaya çıkan yan üründür. Yüksek fırın cürufunun cam seramiklere dönüştürülmesi, atık ve ekonomik çıkarların en aza indirilmesinde ikili avantaja sahiptir. Kuvars, kil, kaolin ve saf silika nispeten yüksek SiO₂ içeriğinden dolayı, cam seramikleri hazırlama sırasında yüksek fırın cürufu uygun takviye olarak seçildi (Chen et al. 2018). Sonuç olarak, yüksek fırın cürufu daha değerli ve çevre dostu ürünlere dönüştürmek, bu yıllarda dünya genelinde yeni odak noktasıdır (Ding et al. 2015).

Cam seramik üretiminde farklı olarak ince cam tozlarının (tipik olarak <40 mm) sinter kristalizasyon vöntemiyle kristal fazlı cam seramikler elde etmenin bir yolu olarak bildirilmiştir (Bernardo et al. 2008). Cam üretiminde feldspat, alümina (Al₂O₃), alkali (Na₂O ve K₂O), silis kaynağı ve akışkanlaştırıcı madde olarak kullanılır. Akışkan maddeler, genellikle silika ve alümina olmak üzere ana cam bileşenlerinin yüksek erime noktasını düşürmek için kullanılan maddelerdir. Seramik üretiminde de feldispat, kilden sonraki en önemli bileşendir. Seramik gövdenin sağlamlığını, tokluğunu ve dayanıklılığını arttırır (Silva et al. 2019).

Bu çalışmada; bazalt ve yüksek fırın cürufundan oluşan ana bileşime feldspat ilavesinin sinterleme özelliklerine, faz gelişimine ve mikroyapısal değişime etkileri araştırılmıştır.

2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada bazalt, yüksek fırın cürufu ve feldspat olmak üzere üç ayrı hammaddeden dört farklı bileşim hazırlanmıştır, kullanılan hammaddelerin kimyasal analizi ve hazırlanan bileşimlere ait içerikler sırasıyla Çizelge 1 ve Çizelge 2'de verilmiştir. Bazalt Konya yöresinden, yüksek fırın cürufu Karadeniz demir-çelik işletmelerinden ve feldspat (ortoklas) ise Kale firmasının ticari ürünü olarak temin edilmiştir. Her bir karışım alümina bilyeli değirmende iki saat karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra % 8 su ile nemlendirilen karışım 75 µm lik elekten geçirilerek granüle edilmiştir. Granüle edilen tozlar 20 mm çapında çelik kalıpta 3,5 ton basınç uygulayarak preslenmiştir. Preslenen numuneler 100 °C'de etüvde kurutulmuştur. Daha sonra 900, 1000, 1100 °C'de 2 saat bekletilerek sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin makro görüntüleri Şekil 1'de verilmiştir. Sinterlenen numunelere yüzde pişme küçülmesi, su emme, porozite ve yoğunluk deneyleri uygulanmıştır.

Çizelge 1. Deneysel çalışmalarda kullanılan malzemeler ve % oranları.

Malzeme	Karışımlar ve Kodları			
	HS50	Ö5	R10	Z15
Bazalt	% 50	% 47,5	% 45	% 42,5
Yüksek Fırın Cürufu	% 50	% 47,5	% 45	% 42,5
Feldispat	% 0	% 5	% 10	% 15

Çizelge 2. Tasarımda kullanılan hammaddelerin kimyasal analizi

Oksit %ağ.	Bazalt	Yüksek Fırın Cürufu	Feldispat
SiO ₂	45,88	44,10	66,86
Al ₂ O ₃	18,20	10,82	17,58
TiO ₂	0,00	0,50	0,03
Fe ₂ O ₃	9,95	0,30	0,05
CaO	9,28	34,32	0,16
MgO	6,62	6,47	0,28
Na ₂ O	4,76	0,00	2,95
K ₂ O	1,64	0,70	11,56
MnO	0,00	2,13	0,00
P ₂ O ₅	1,04	0,00	0,00
KK*	2,63	0,57	2,30

KK*: Kızdırma Kaybı



Şekil 1. Sinterlenen numunelerin makro görüntüleri (soldan sağa bileşim oranları azalırken yukarıdan aşağıya sıcaklık miktarları azalmaktadır.)

Sinterleme sonrası numunelerde gerçekleşen küçülme miktarının belirlenmesi için kumpas ile ölçüm yapılarak aşağıdaki formül yardımıyla pişme küçülmeleri hesaplanmıştır (Öztürk 2007).

L₁: Kuru numunenin uzunluğu (cm)

L2: Sinterlenmiş numunenin uzunluğu (cm)

% Pişme Küçülmesi =
$$\frac{L1-L2}{L1} \times 100$$
 (1)

Su emme miktarlarının belirlenebilmesi için numunelerin sinterleme işlemleri sonrası bazı ağırlık değerlerinin belirlenmesi gerekmektedir. Bunların başında sinterlenmiş numunelerin hassas bir şekilde tartımı gelir. Daha sonra numuneler uygun bir kaba konup, tamamen su içerisinde kalacak şekilde su ilave edilir. 24 saat süre ile numuneler suda bekletilir. Yüzeyleri kabaca kurulandıktan sonra tartılarak doygun ağırlıkları ölçülür (Öztürk 2007).

W_d: Suda bekletilme sonrası ağırlık (gr)

Wk: Sinterleme sonrası ağırlık (gr)

$$\% Su \ Emme = \frac{Wd - Wk}{Wk} \times 100 \tag{2}$$

Etüvde 100°C'de kurutulan numuneler hassas tartılıp (Wa) uygun bir kaba konulduktan sonra, numunelerin yarısına kadar su doldurulur ve 5 dakika bekletilir. Kap ısıtıcı üzerine konarak ısıtılır. Suyun kaynama noktasına geldiğinde numunelerin tümü su içinde kalacak şekilde kaba su ilave edilir ve yaklaşık 5 dakika kaynatılır. Numuneler kap içerisinde alınarak bir iple bağlanır ve teraziye asma işlemi yapılarak, numuneler su içerisinde tartılır (Wb). Burada tartılan ağırlıklar suyun kaldırma kuvveti dolayısıyla ilk elde edilen ağırlıktan daha düşük ağırlık değerinde olacaktır. Daha sonra numuneler su içerisinden çıkarılır, yüzeydeki aşırı ıslaklık kaba bir kâğıt ile alınır. Pamuk, bez, peçete ya da kâğıt mendil türü maddeler su emici olduklarından ve numune içindeki suları emeceklerinden dolayı kullanılmazlar. Silme işlemi sonrası numuneler normal havada tartılır (Wc). Bu tartımlardan aşağıdaki formüllere göre yüzde gözenek miktarı ve bulk yoğunluk hesaplanmıştır (Int Kyn. 2).

D: Suyun yoğunluğu 1 gr/cm³

$$\% \ G\"{o}zenek = \frac{Wc - Wa}{Wc - Wb} \times 100 \tag{3}$$

$$Bulk \ Yoğunluk = \frac{Wa}{Wc-Wb} \times D \tag{4}$$

Ayrıca, numunelere X ışınları difraksiyonu (XRD) ile faz analizleri yapılmış ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) (JEOL 6060 LV) ile de mikroyapı analizleri gerçekleştirilmiştir. XRD çalışmalarında, dalga boyu λ =1.54056 olan CuK α ışın demeti kullanılarak tarama açısı (2 θ , 0-90°) 2°C/dakika tarama hızında RIGAKU XRD D/MAX/2200/PC marka X-ışınları difraktometresi kullanılmıştır.

3. Bulgular



Şekil 2. Sinterlenen numunenin pişme küçülmesinin sıcaklıkla değişimi

Şekil 2'de sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak pişme küçülmesi sonuçları görülmektedir. Sinterleme sıcaklığının artmasıyla daha iyi sinterlemenin olması, porozitenin azalması ve gerek bazalt, gerek yüksek fırın cürufu ve gerekse feldispat içerisindeki alkalilerin ve silikatların yaptığı sıvı fazın etkisiyle bir miktar küçülme olmaktadır.



Şekil 3. Sinterlenen numunenin su emmesinin sıcaklıkla değişim grafiği

Şekil 3'te sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak su emme sonuçları görülmektedir. Sonuçlardan gözlendiği üzere feldspat içermeyen HS50 kodlu numunede artan sinterleme sıcaklığı ile azalan su emme değerleri dikkat çekmektedir. Bu durumun; sıcaklık artışı ile birlikte bazalt ve cüruftaki alkalilerin ergimesi ve bünyelerindeki silika ile birleşerek faz SIVI yapmaları sonucunda gözeneklerdeki azalma ile birlikte su emme değerlerinin de azalması ilgili ile olduğu düşünülmektedir. Feldspat katkılı numunelerde ise artan sinterleme sıcaklığı ile su emme değerlerinde değişim gözlenmezken sabite yakın bir davranış gözlenmiştir. Bu durumun ise bünyede artan feldspat katkısı ile silika miktarının ciddi şekilde artması ve sıvı faz sinterlemesi etkisinde kalan yapıların artan sinterleme sıcaklığına rağmen su değişmemesi emmelerinin şeklinde yorumlanmıştır.



Şekil 4. Sinterlenen numunenin gözenek miktarının sıcaklıkla değişimi

Şekil 4'te artan sinterleme sıcaklığı ile gözenek miktarlarındaki değişim görünmektedir. Sinterleme sıcaklığının artması ve feldispat ilavesi ile oluşan sıvı fazdan dolayı % gözenek miktarı azalmıştır. En yüksek gözenek oranı 900°C'de sinterlenmiş feldspat katkısız (HS50) numunede %30'un üzerinde ölçülmüşken en düşük gözenek değeri 1100°C'de sinterlenmiş %15 feldspat katkılı (Z15) numunede elde edilmiştir. Feldspat katkısının bünyesindeki yüksek miktardaki K₂O ve SiO₂ oranları ile ilişkili olarak sinterleme özelliklerini iyileştirdiği ve daha az poroziteli yapıların oluşumuna katkı sağladığı tespit edilmiştir.



Şekil 5. Sinterlenen numunenin bulk yoğunluğunun sıcaklıkla değişim grafiği

Sinterleme sıcaklığı arttıkça daha iyi sinterlemenin olması ve gözeneklerin dolarak miktarları azalır ve bunun sonucunda bulk yoğunluk artar. Bulk yoğunluk değerlerindeki artış, gözenek miktarı değerlerindeki düşüşü destekler nitelikte olup hem feldspat katkısındaki artış hem de sıcaklıktaki artışla birlikte bulk yoğunluk değerlerinde artış gözlenmiştir.

Numunelere ait XRD analizlerinde elde edilen sonuçlar Çizelge 3'de verilmektedir. Tespit edilen fazlar; Anorthite, Diopside, Wollastonite ve Muscovite şeklindedir. Anorthite ve Diopside fazları bazalt bünyesinde genellikle tespit edilen fazlar olup bazalt seramik ve cam-seramik yapılar için genel fazlardır (Ercenk et al. 2011, Yilmaz et al. 2006). Wollastonite fazı ise kalsiyum içeren silikat sistemlerinde sıkça görülen bir yapıdır. Genel itibari ile CaSiO₃ formülasyonuna sahip olan Wollastonite SiO₂ ile CaO arasındaki reaksiyon ile 1100-1200 °C'lerde oluşur (Int Kyn. 1). Burada görüldüğü üzere düşük miktarlarda demir içeren formlarıda mevcuttur. Muscovite ise potasyumlu alüminyumsilikat yapılarındandır. XRD sonuçlarına bakıldığında Anorthite, Diopside, Wollastonite fazlarının genel olarak tüm numunelerde tespit edildiği Muscovite fazının ise bünyede feldspat katkısının ve sıcaklığın artışı ile kendini gösterdiği görülmektedir.

Çizelge 3. Yüksek fırın cürufu, bazalt ve sinterlenen numunelerde X ışınları difraksiyon analizi tespit edilen kristal fazlar

Numune No	Kart No	Mineral Adı	Kimyasal Formül	
	96-900-0363	Anorthite	CaSi ₂ Al ₂ O ₈	
HS50	96-900-0335	Diopside	Si ₂ MgCaO ₆	
900 °C	96-900-0611	Wollastonite	$Ca_{5.74}Fe_{0.26}Si_{6.00}O_{18.00}$	
	96-900-0363	Anorthite	CaSi ₂ Al ₂ O ₈	
Ö5	96-900-0335	Diopside	Si ₂ MgCaO ₆	
900 °C	96-900-0611	Wollastonite	$Ca_{5.74}Fe_{0.26}Si_{6.00}O_{18.00}$	
-	96-900-0363	Anorthite	CaSi ₂ Al ₂ O ₈	
R10	96-900-0335	Diopside	Si ₂ MgCaO ₆	
900 °C	96-900-0611	Wollastonite	$Ca_{5.74}Fe_{0.26}Si_{6.00}O_{18.00}$	
	96-901-4605	Muscovite	KAl ₃ Si ₃ O ₁₂	
	96-900-0363	Anorthite	CaSi ₂ Al ₂ O ₈	
Z15	96-900-0335	Diopside	Si ₂ MgCaO ₆	
900 °C	96-900-0611	Wollastonite	$Ca_{5.74}Fe_{0.26}Si_{6.00}O_{18.00}$	
	96-900-0363	Anorthite	CaSi ₂ Al ₂ O ₈	
H\$50	96-900-0335	Diopside	Si ₂ MgCaO ₆	
1000 °C	96-900-0611	Wollastonite	$Ca_{5.74}Fe_{0.26}Si_{6.00}O_{18.00}$	
1000 C	96-901-4605	Muscovite	KAl ₃ Si ₃ O ₁₂	
	96-900-0363	Anorthite	$CaSi_2AI_2O_8$	
Ö5	96-900-0335	Diopside	Si ₂ MgCaO ₆	
1000 °C	96-900-0611	Wollastonite	$Ca_{5.74}Fe_{0.26}Si_{6.00}O_{18.00}$	
1000 C	96-901-4605	Muscovite	KAl ₃ Si ₃ O ₁₂	

R10 1000 °C	96-900-0363 96-900-0335 96-900-0611	Anorthite Diopside Wollastonite	CaSi2Al2O8 Si2MgCaO6 Ca5.74Fe0.26Si6.00O18.00
Z15 1000 °C	96-900-0363 96-900-0335 96-900-0611 96-901-4605	Anorthite Diopside Wollastonite Muscovite	CaSi ₂ Al ₂ O ₈ Si ₂ MgCaO ₆ Ca _{5.74} Fe _{0.26} Si _{6.00} O _{18.00} Kal ₃ Si ₃ O ₁₂
HS50 1100 °C	96-900-0363 96-900-0335 96-900-0611 96-901-4605	Anorthite Diopside Wollastonite Muscovite	$\begin{array}{l} {\sf CaSi_2Al_2O_8} \\ {\sf Si_2MgCaO_6} \\ {\sf Ca5.74Fe_{0.26}Si_{6.00}O_{18.00}} \\ {\sf KAl_3Si_3O_{12}} \end{array}$
Ö5 1100 ℃	96-900-0363 96-900-0335 96-900-0611 96-901-4605	Anorthite Diopside Wollastonite Muscovite	CaSi ₂ Al ₂ O ₈ Si ₂ MgCaO ₆ Ca _{5.74} Fe _{0.26} Si _{6.00} O _{18.00} KAl ₃ Si ₃ O ₁₂
R10 1100 °C	96-900-0363 96-900-0335 96-900-0611	Anorthite Diopside Wollastonite	$\begin{array}{l} CaSi_{2}Al_{2}O_{8} \\ Si_{2}MgCaO_{6} \\ Ca_{5.74}Fe_{0.26}Si_{6.00}O_{18.00} \end{array}$
Z15 1100 °C	96-900-0363 96-900-0335 96-900-0611 96-901-4605	Anorthite Diopside Wollastonite Muscovite	$\begin{array}{l} CaSi_{2}Al_{2}O_{8}\\ Si_{2}MgCaO_{6}\\ Ca_{5.74}Fe_{0.26}Si_{6.00}O_{18.00}\\ KAl_{3}Si_{3}O_{12} \end{array}$
	96-900-0362 96-900-4025	Anorthite Diopside	CaSi ₂ Al ₂ O ₈ (Ca _{3.52} K _{0.48} Mg _{3.32} Al _{0.76} Si _{7.92} O _{24.00})
BAZALT	96-900-9665 96-901-3713 96-900-0857	Pigeonite	(Ca4.001VIg2.96FE1.00 Si8.00O24.00) (Fe4.03Mg3.48Ca0.48 Si8.00Al8.00O24.00) (Al4.00Si1.10mNa3.67
	96-101-1206	Orthoclase	Kii3AlO8
ORTOKLAS (KALE FELDSPAT 667)	96-900-1633 96-900-4192	Albite Microcline	NaAlSi ₃ O ₈ (K _{1.90} Na _{0.10} Al _{2.00} Si _{6.00} O _{16.00})
	96-900-4246 96-101-1098	Sanidine Quartz Iow	KSi₃AlO ₈ SiO₂

1100 °C de sinterlenen numunelerin parlatılmış ve kırık yüzey SEM mikroyapıları Şekil 6-9'da verilmiştir. SEM mikroyapılarından artan feldispat ilavesi ile camsı fazın arttığı, keskin köşelerin azaldığı, daha az boşluklu yapıların meydana geldiği görülmektedir. Artan feldspat içeriği ile bünyede artan SiO₂ miktarına bağlı olarak camsı görünümün artışı ve boşluklarda azalmalar dikkat çekmektedir.



Şekil 6. 1100°C'de Sinterlenen HS50 kodlu numunenin SEM mikroyapısı. a) parlatılmış yüzey, b) kırık yüzey



Şekil 7. 1100°C'de Sinterlenen Ö5 kodlu numunenin SEM mikroyapısı. a) parlatılmış yüzey, b) kırık yüzey



Şekil 8. 1100°C'de Sinterlenen R10 kodlu numunenin SEM mikroyapısı. a) parlatılmış yüzey, b) kırık yüzey



Şekil 9. 1100°C'de Sinterlenen Z15 kodlu numunenin SEM mikroyapısı. a) parlatılmış yüzey, b) kırık yüzey

4. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada % 50 yüksek fırın cürufu ve % 50 bazalt karışımına % 15 e kadar ortoklas ilave edilerek üretilen cam-seramik malzemelerde ortaklasın etkileri araştırılmıştır. Hazırlanan her bir karışımdan silindirik numuneler üretilmiş ve 900, 1000 ve 1100 °C'de sinterlenmiştir. Sinterleme sıcaklığının ve ortoklas miktarının artması ile % pişme küçülmesi, % su emme ve % gözenek

değerleri azalmış bunun yanı sıra yoğunluk değerleri artmıştır. Feldspat bünyesindeki yüksek miktarda SiO₂ ve ciddi miktardaki alkali içeriğinin sıvı faz sinterlemesine katkı sağladığı ve buna bağlı olarak feldspat ilavesi ile yapıdaki yoğunluğun ciddi şekilde arttığı gözlenmiştir. Shen vd. (2019)'e göre yaptıkları çalışmada artan SiO₂ içeriği ile sıvı faz miktarının arttığını ve buna bağlı olarak yoğunluğun arttığını etmişlerdir. Sinterlenen rapor numunelerde Anorthite, Wollastonite, Muscovite ve Diopside fazları tespit edilmiştir. Anorthite ve Diopside fazları bazalt esaslı cam-seramik sistemlerinde sık rastlanan yapılardır. Benzer şekilde, Khater vd. (2015)'e göre bazalt içeren bir çalışmalarında bu fazları tespit etmişlerdir. Wollastonit ise kalsiyum-silikat esaslı bir yapı olmakla birlikte bünyede bulunan söz konusu bileşenlerle oluşmuştur. Yapısında minör miktarlarda demir bulunmaktadır. Çalışmada belirleyici faz mika grubu silikat fazlardan biri olarak bilinen Muscovite olarak görülmektedir. Feldspat ilavesine bağlı olarak kendini gösteren faz Muscovite olmuştur. Aynı zamanda sinterleme sıcaklığındaki artışında Muscovit oluşumunda etkin bir parametre olduğu anlaşılmaktadır. Potasyum içeren alüminyum-silikat yapısı olan Muscovite, feldspat (ortoklas) içeriği ile birebir örtüşmekte içeriğinin feldspat olup artan Muscovitin stokiyometrik oranlarına yaklaşmada etkin olduğu düşünülmektedir. Thompson (1974) 'de yaptığı çalışmada; alkali feldspatlar ile Muscovite fazı arasındaki ilişkiyi SEM rapor etmiştir. mikroyapılarından sinterleme sıcaklığının ve feldspat içeriğinin artmasıyla mikroyapıda görülen keskin köşeler kaybolduğu ve porozitelerin azaldığı görülmüştür. Görüntüler feldspat katkısının sıvı faz sinterleme etkisindeki artısa katkı yaptığını destekler niteliktedir. Çalışma sonuçları; feldspat katkısının bünyesindeki yüksek SiO2 ve alkali içeriği ile cam-seramik üretiminde kullanılabileceğini ve sıvı faz sinterlemesi gibi mekanizmalara katkıda bulunarak daha yüksek yoğunluklu seramik üretimine imkân sağladığını göstermektedir.

5. Kaynaklar

- Bernardo, E., Doyle, J., Hampshire, S., 2008. Sintered feldspar glass ceramics and glass–ceramic matrix composites. *Ceramics International*, **34**, 2037–2042.
- Chen, J., Yan, B., Li, H., Li, P., Guo, H., 2018. Vitrification of blast furnace slag and fluorite tailings for giving diopside-fluorapatite glass-ceramics. *Materials Letters*, **218**, 309–312.
- Ding, L., Ning, W., Wang, Q., Shi, D., Luo, L., 2015. Preparation and characterization of glass–ceramic foams from blast furnace slag and waste glass. *Materials Letters*, **141**, 327–329.
- Ercenk, E., 2017. MgF₂ katkısının vermikülit esaslı camseramiklerin işlenebilirlik özellikleri üzerine etkisi. Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 21(2), 203-209.
- Ercenk, E., Sen, U., Yilmaz, S., 2011. Structural characterization of plasma sprayed basalt-SiC glass-ceramic coatings. *Ceramics International*, **37**, 883-889.
- Ergul, S., Ferrante, F., Pisciella, P., Karamanov, A., Pelino, M., 2009. Characterization of basaltic tuffs and their applications for the production of ceramic and glass– ceramic materials. *Ceramics International*, **35**, 2789– 2795.
- Höland, W., Beall, G., 2002. Glass-Ceramic Technology.Published by The American Ceramic Society, 735Ceramic Place, Westerville, OH 43081, 1-3.
- Karamanov, A., Arrizza, L., Ergul, S., 2009. Sintered material from alkaline basaltic tuffs. *Journal of the European Ceramic Society*, **29**, 595–601.
- Karamanov, A., Ergul, S., Akyildiz, M., Pelino, M., 2008. Sinter-crystallization of a glass obtained from basaltic tuffs. *Journal of Non-Crystalline Solids*, **354**, 290–295.
- Khater, G.A., 2011. Influence of Cr_2O_3 , LiF, CaF_2 and TiO2 nucleants on the crystallization behavior and microstructure of glass-ceramics based on blastfurnace slag. *Ceramics International*, **37**, 2193–2199.
- Khater, G.A., Abu Safiah, M.O., Hamzawy, E.M.A., 2015. Augite-anorthite glass-ceramics from residues of basalt quarry and ceramic wastes. *Processing and Application of Ceramics*, **9**, 117-123.
- Mukherjee, D.P., Das, S.K., 2016. Influence of TiO_2 content on the crystallization and microstructure of

machinable glass-ceramics. *Journal of Asian Ceramic Societies*, **4**, 55–60.

- Öztürk, M., 2007. SiC ilaveli alümina seramik kompozitler. Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 165.
- Shelby J.E., 2005. Introduction to Glass Science and Technology. Second Edition, Published by The Royal Society of Chemistry, Thomas Graham House, Science Park, Milton Road, Cambridge CB4 OWF, UK, 256-257.
- Shen, X.M., Zhao, H.T., Wu, X.R., Cao, F.B., Wang, P., Li, L.S., 2019. Effect of steel slag on crystallization and bending strength of glass ceramics based on blast furnace slag. *Journal of Physics Conference Series: Earth and Environmental Science*, **281**, 012033.
- Silva, A.C., Carolina, S.D., Sousa, D.N., Silva, E.M.S., 2019. Feldspar production from dimension stone tailings for application in the ceramic industry. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(1), 1-7.
- Thompson, A.B., 1974. Calculation of Muscovite-Paragonite-Alkali Feldspar Phase Relations. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **44**, 173-194.
- Wang, Z., Ni, W., Jia, Y., Zhu, L., Huang, X., 2010. Crystallization behavior of glass ceramics prepared from the mixture of nickel slag, blast furnace slag and quartz sand. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 356, 1554–1558.
- Yilmaz, S., Bayrak, G., Sen, S., Sen, U., 2006. Structural characterization of basalt-based glass-ceramic coatings. *Materials and Design*, **27**, 1092-1096.

İnternet kaynakları

<u>1-https://chemiday.com/en/reaction/3-1-0-203,</u> (23.08.2019)

2-http://content.lms.sabis.sakarya.edu.tr/Uploads/6661 4/42120/deney 8.pdf, (08.09.2019)