



T.C.

ÇANAKKALE ONSEKİZ MART ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ



**KIRŞEHİR BÖLGESİ NEFELİNLİ SİYENİTLERİNDEN SERAMİK
SEKTÖRÜNE UYGUN HAMMADDE ÜRETİMİ**

Emrah DURGUT

Maden Mühendisliği Anabilim Dalı

ÇANAKKALE

T.C.
ANAkkALE ONSEKİZ MART NİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
YÜKSEK LİSANS TEZİ

KİRŞEHİR BÖLGESİ NEFELİNLİ SİYENİTLERİNDEN SERAMİK
SEKTÖRÜNE UYGUN HAMMADDE ÜRETİMİ

Emrah DURGUT

Maden Mühendisliği Anabilim Dalı

Tezin Sunulduğu Tarih: 24/01/2018

Tez Danışmanı:
Doç. Dr. Mustafa ÇINAR

ANAkkALE

Emrah DURGUT tarafından Doç. Dr. Mustafa ÇINAR yönetiminde hazırlanan ve 24/01/2018 tarihinde aşağıdaki jüri karşısında sunulan “**Kırşehir Bölgesi Nefelinli Siyenitlerinden Seramik Sektörüne Uygun Hammadde Üretimi**” başlıklı çalışma, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Maden Mühendisliği Anabilim Dalı**’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak oybirliği/oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

JÜRİ

Doç. Dr. Mustafa ÇINAR

.....

Başkan

Doç. Dr. Orhan ÖZDEMİR

.....

Üye

Yrd. Doç. Dr. Ş. Erkan YERSEL

.....

Üye

Prof. Dr. Levent GENÇ

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

Sıra No:.....

Bu çalışma Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koodinasyon Birimince Desteklenmiştir. Proje Numarası: FYL-2016-843

İNTİHAL (AŞIRMA) BEYAN SAYFASI



Bu tezde görsel, işitsel ve yazılı biçimde sunulan tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uyularak tarafımdan elde edildiğini, tez içinde yer alan ancak bu çalışmaya özgü olmayan tüm sonuç ve bilgileri tezde kaynak göstererek belirttiğimi beyan ederim.

Emrah DURGUT

TEŞEKKÜR

Bu tezin gerçekleştirilmesinde, çalışmam boyunca benden bir an olsun yardımlarını esirgemeyen saygı değer danışman hocam Doç. Dr. Mustafa ÇINAR ve Arş. Gör. Hidayet ÇALIŞKAN'a, deneylerimin sonuçlarının analizinde her daim yardımlarını esirgemeyen Sn. Yıldız YILDIRIM ve Kaleseramik Ar-Ge Merkezi ekibine, yüzey pürüzlülüğü ve optik mikroskop görüntülerinin alınmasında Endüstri Mühendisliği Bölümünden Doç. Dr. Ali Rıza MOTORCU'ya, çalışma süresince tüm zorlukları benimle göğüsleyen eşim Raziye Bilge KUŞKU DURGUT ve çocuklarım Defne ve Kaan DURGUT'a, hayatımın her evresinde bana destek olan değerli aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Emrah DURGUT
Çanakkale, Ocak 2018

SİMGELER VE KISALTMALAR

µm	Mikron metre
dk	Dakika
PKO	Pülpte katı oranı
g/t	Gram/ton
MIBC	Metil izobütil karbinal
L/sa	Litre/saat
RMM	Renkli manyetik mineraller
T	Tesla
K.K	Kızdırma kaybı
sn	Saniye
MPa	Mega paskal
ISO	Uluslararası standardizasyon sistemi
M	Manyetik ürün
AÜ	Ara ürün
K	Konsantre
kg	Kilogram
A	Amper

ÖZET

KIRŞEHİR BÖLGESİ NEFELİNLİ SİYENİTLERİNDEN SERAMİK SEKTÖRÜNE UYGUN HAMMADDE ÜRETİMİ

Emrah DURGUT

Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Maden Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Doç. Dr. Mustafa ÇINAR

24/01/2018, 63

Seramik bünyelerin oluşturulmasında kil mineralleri, kuvars, alkali ve toprak alkali kaynağı endüstriyel hammaddeler kullanılmaktadır. Kil mineralleri fiziksel olarak bünyeye ham ve kuru mukavemet vermekle birlikte sinterleme sırasında kristal fazların oluşumunu sağlamaktadır. Toprak alkali ve alkali kaynağı hammaddeler ise kristal fazların oluşumunu desteklerken bünyedeki kuvarsın ergitilmesiyle cam oluşumunu sağlamaktadırlar. Seramik endüstrisinde özellikle yer karolarının pişiriminde sodyum kaynağı olarak albit veya potasyum kaynağı olarak mikroklin, ortoklas minerallerini içeren ergiticiler genellikle kullanılmaktadır. Bunların yanında yapısında sodyum ve potasyumu beraber bulunduran yüksek alkali içerikli nefelinli siyenit hammaddesinin seramik bünyelerde uygun şekilde kullanımı önem arz etmektedir. Ancak hammaddeler doğada saf halde bulunmamaktadırlar. Nefelinli siyenitlerin yapısındaki demir ve titanyum mineralleri pişirim sonrası bünye rengini koyulaştırmaktadır. Bunun yanında yapısındaki kalsiyumlu ve mika mineralleri pişirim sırasında gaz çıkışı ve genleşme kaynaklı karo yüzeyinde delikler oluşturarak kaliteyi olumsuz yönde etkilemektedirler. Bu tez kapsamında Kırşehir Bölgesi'nden alınan nefelinli siyenit hammaddesine değişik tane boyutlarında kuru manyetik ayırma ve flotasyon deneyleri yapılarak bu safsızlıkların uzaklaştırılabilirliği araştırılmıştır. Zenginleştirme deneylerinden elde edilen numuneler sinterlenerek yüzey pürüzlülüğü ve sinterleme sonrası özellikler bakımından incelenmiştir.

Anahtar sözcükler: Seramik, Nefelinli Siyenit, Safsızlık, Kuru Manyetik Ayırma, Flotasyon, Sinterleme.

ABSTRACT

THE PRODUCTION OF APPROPRIATE RAW MATERIALS FOR CERAMIC SECTOR FROM KIRŞEHİR REGION NEPHELINE SYENITE

Emrah DURGUT

Çanakkale Onsekiz Mart University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Master of Science Thesis in Mining Engineering

Advisor: Assoc. Prof. Dr. Mustafa ÇINAR

24/01/2018, 63

Clay minerals, quartz, alkaline and alkaline-earth source industrial raw materials are used to compose of ceramic bodies. Clay minerals give green and dry strength physically to body while providing to form crystalline phase in the sintering process. As for that earth-alkaline and alkaline source raw materials ensure glass phase generation by melting quartz while promoting to develop crystalline phase. In ceramic industry, albite as sodium source and microcline, orthoclase as potassium source are utilized especially in floor tile sintering. In addition to all these, high alkaline source nepheline syenite, which comprises both sodium and potassium in the structure, has importance in terms of utilization in the ceramic bodies properly. However raw materials are not found in nature purely. Iron and titanium minerals in the nepheline syenite deepen the body color after sintering. Besides calcite and mica minerals in the structure affects production quality negatively by creating holes on the tile surface because of outgasing and thermal expansion difference in the sintering process. Within the scope of the study separating of impurities with dry magnetic method for different size distributions and flotation experiments from nepheline syenite was researched that was taken from Kırşehir region. Surface roughness and after sintering properties were investigated with the specimens which were taken from enrichment processes.

Keywords: Ceramics, Nepheline Syenite, Impurity, Dry Magnetic Separation, Flotation, Sintering.

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

TEZ SINAVI SONUÇ FORMU	ii
İNTİHAL (AŞIRMA) BEYAN SAYFASI.....	iii
TEŞEKKÜR.....	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR	v
ÖZET	vi
ABSTRACT.....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	xii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xii
BÖLÜM 1	
GİRİŞ	1
1.1. Tezin Amacı	3
1.2. Nefelinli Siyenit	3
1.2.1. Nefelinli Siyenit'in Kullanım Alanları	3
1.3. Tane Boyut Küçültme	3
1.4. Kuru Manyetik Ayırma	4
1.5. Flotasyon	4
1.6. Sinterleme	5
1.7. Yüzey Pürüzlülüğü.....	5
BÖLÜM 2	
ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	6
BÖLÜM 3	
MATERYAL VE YÖNTEM.....	15
3.1. Materyal	15
3.1.1. Deneylerde Kullanılan Malzemeler.....	15
3.1.1.1. Nefelinli Siyenit.....	15
3.1.1.2. Sülfürik Asit.....	16
3.1.1.3. Sodyum Hidroksit	16
3.1.1.4. R801, R825, DER NA7, A4, Custamin 9024, Flotinor SM15	16
3.1.2. Deneylerde Kullanılan Cihazlar	16
3.1.2.1. Çeneli Kırıcı.....	16
3.1.2.2. TYLER Elek Serisi	17
3.1.2.3. Kuru Manyetik Ayırıcı.....	17
3.1.2.4. Seramik Bilyalı Değirmen	18

3.1.2.5. Isıtıcıli Manyetik Karıştırıcı.....	18
3.1.2.6. Flotasyon Cihazı	19
3.1.2.7. pH Metre	20
3.1.2.8. Hassas Terazı	20
3.1.2.9. Etüv	21
3.1.2.10. X-Ray Spektrofotometre (XRF) Cihazı.....	21
3.1.2.11. X-Ray Difraktometre (XRD) Cihazı.....	22
3.1.2.12. El Presi.....	22
3.1.2.13. Yüzey Pürüzlülük Cihazı	23
3.1.2.14. Optik Mikroskop.....	23
3.2. Yöntem.....	24
3.2.1. Kırma ve Eleme İşlemi.....	24
3.2.2. Eleme İşlemi	24
3.2.3. Öğütme İşlemi	24
3.2.4. Kuru Manyetik Ayırma Deneyleri.....	25
3.2.5. Flotasyon Deneyleri.....	28
3.2.5.1. Kalsiyum İçeren Mineralleri Uzaklaştırma Amaçlı Flotasyon Deneyleri ...	28
3.2.5.2. Manyetik Zenginleştirme Sonrası Elde Edilen Ürünlerin Flotasyon Deneyleri.....	29
3.2.6. Sinterleme Testleri.....	32
3.2.7. Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümü	33
BÖLÜM 4	
ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	34
4.1. Yüksek Alan Şiddetli Kuru Manyetik Ayırma Deneyleri.....	34
4.1.1. -10+2 mm Boyutlu Cevherin Yüksek Alan Şiddetli Kuru Manyetik Ayırma Deneyleri.....	35
4.1.2. -2 mm Boyutlu Cevherin Yüksek Alan Şiddetli Kuru Manyetik Ayırma Deneyleri.....	37
4.2. Flotasyon Deneyleri	41
4.2.1. Cevherin CaO İçeriğinin Düşürülmesine Yönelik Flotasyon Deneyleri	42
4.2.2. Mika Minerallerinin ve Demirli Empüritelerin Uzaklaştırılmasına Yönelik Flotasyon Deneyleri.....	47
4.3. Sinterleme Testleri	54
4.4. Yüzey Pürüzlülüğü.....	55

BÖLÜM 5	
SONUÇ VE ÖNERİLER.....	58
KAYNAKLAR	61
EKLERİ	I
EK 1. Kalsiyumlu mineral flotasyonuna beslenen ve batan numuneler sırlı ve sırsız yer karosu pişme sonrası tablet görüntüleri.....	II
EK 2. Tüvenan Kırşehir nefelinli siyenit ve zenginleştirme aşamalarından alınan numunelerin yer karosu şartlarında pişirilmiş sırsız ve sırlı tabletlerin görüntüleri	VIII
EK 3. Tüvenan Kırşehir nefelinli siyenit ve zenginleştirme aşamalarından alınan numunelerin yer karosu şartlarında pişirilmiş tabletlerin sinterleme özellikleri.....	IV
EK 4. Tüvenan Kırşehir nefelinli siyenit ve zenginleştirme aşamalarından alınan numunelerin %50 kil girilerek yer karosu şartlarında pişirilmiş sırsız ve sırlı tabletlerin görüntüleri	V
EK 4. Tüvenan Kırşehir nefelinli siyenit ve zenginleştirme aşamalarından alınan numunelerin %50 kil girilerek yer karosu şartlarında pişirilmiş sırsız ve sırlı tabletlerin görüntüleri devamı	VI
EK 5. Yüzey pürüzlülüğü ölçülen numunelerin optik görüntüleri.....	VII
EK 5. Yüzey pürüzlülüğü ölçülen numunelerin optik görüntüleri devamı	VIII
ÖZGEÇMİŞ	IX

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 3.1. Tesis'ten alınan -10 mm tane boyutlu nefelinli siyenit kantitatif mineralojik analizi	15
Şekil 3.2. Laboratuvar tipi çeneli kırıcı	16
Şekil 3.3. Eleme işlemlerinde kullanılan Tyler elek serisi	17
Şekil 3.4. Yüksek alan şiddetli bantlı kuru manyetik ayırıcı ve cihazın çalışma prensibi...	18
Şekil 3.5. Seramik bilyalı değirmen.....	18
Şekil 3.6. Isıticılı manyetik karıştırıcı.....	19
Şekil 3.7. Flotasyon cihazı	19
Şekil 3.8. pH metre	20
Şekil 3.9. Hassas terazi	20
Şekil 3.10. Etüv.....	21
Şekil 3.11. X-Ray Spektrometre cihazı (XRF)	21
Şekil 3.12. X-Ray Difraktometre cihazı (XRD)	22
Şekil 3.13. Nannetti el presi.....	22
Şekil 3.14. Mitutoyo Surftest SJ 210 yüzey pürüzlülüğü ölçüm cihazı.....	23
Şekil 3.15. Dino Lite optik mikroskop	23
Şekil 3.16. Kuru manyetik ayırma deneyleri akım şeması	27
Şekil 3.17. Manyetik zenginleştirme sonrası flotasyon deneylerine beslenen -212+38 µm boyutlu malzeme kantitatif mineralojik analizi	30
Şekil 3.18. Kuru manyetik zenginleştirme sonrası uygulanan aşamalı flotasyon deneyleri akım şeması.....	31
Şekil 4.1. -0,425+0,250 mm boyutu, 160 devir/dk bant devir hızı, 11,5 g/sn besleme hızı ve 30° bıçak açısı şartlarından elde edilen manyetik ürün mineralojik analiz sonucu	39
Şekil 4.2. -0,250+0,150 mm boyutu, 80 devir/dk bant devir hızı, 9,5 g/sn besleme hızı, 40° bıçak açısı şartlarından elde edilen konsantre mineralojik analizi.....	40
Şekil 4.3. Kuru manyetik zenginleştirme deneylerinin konsantre ürünlerin birleştirilmesiyle elde edilen flotasyon besleme malzemesinin kantitatif mineralojik analizi	41
Şekil 4.4. 500 g/t DER NA7 ile Doğal pH'da yüzen numune mineralojik analizi	45
Şekil 4.5. Mika minerallerinin uzaklaştırılmasına yönelik yapılan flotasyon deneylerinde Custamine 9024 ve A4 toplayıcı reaktif miktarlarına göre Al ₂ O ₃ ve Na ₂ O+K ₂ O değişimi	49
Şekil 4.6. Birinci kademe flotasyondan alınan konsantrenin kantitatif mineralojik analizi	51
Şekil 4.7. İkinci kademe flotasyondan alınan konsantrenin kantitatif mineralojik analizi	51
Şekil 4.8. Üçüncü kademe flotasyondan alınan konsantrenin kantitatif mineralojik analizi	52
Şekil 4.9. Tüm zenginleştirme işlemleri sonrası elde edilen ürünlerin % mineral içeriklerindeki değişimler	53

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa No

Çizelge 3.1. Tesis'ten alınan -10 mm tane boyutlu nefelinli siyenit kimyasal analizi	15
Çizelge 3.2. -10 mm boyutlu cevherin elek analizi	24
Çizelge 3.3. Değirmene beslenen bilya boyut dağılım ve miktarları.....	25
Çizelge 3.4. Çeneli kırıcı sonrası elde edilen -10+2 mm cevherin -2 mm'ye kırılıp boyutlandırılması sonrası elde edilen ürünlerin kimyasal analiz sonuçları	26
Çizelge 3.5. Çeneli kırıcı sonrası elde edilen -10 mm cevherin -2 mm'den elenerek boyutlandırılması sonrası elde edilen ürünlerin kimyasal analiz sonuçları	26
Çizelge 3.6. Kalsiyumlu minerallerin uzaklaştırılması amacıyla flotasyon deneylerine beslenen -150+38 µm ve -38 µm boyutlu şlamın kimyasal analizi ve miktarları	28
Çizelge 3.7. Kalsiyumlu minerallerin ayırımı amacıyla yapılan flotasyon deney şartları...	29
Çizelge 3.8. Manyetik zenginleştirme sonrası flotasyon deneylerine beslenen -212+38 µm ve -38 µm boyutlu şlam malzemelerin miktar ve kimyasal analizleri	29
Çizelge 3.9. Kuru manyetik zenginleştirme sonrası non manyetik ürüne uygulanan aşamalı flotasyon deney koşulları	32
Çizelge 4.1. -10+2 mm cevherden elde edilen -2+1 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri.....	35
Çizelge 4.2. -10+2 mm cevherden elde edilen -1+0,425 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri.....	36
Çizelge 4.3. -10+2 mm cevherden elde edilen -0,425+0,250 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri.....	36
Çizelge 4.4. -10+2 mm cevherden elde edilen -0,250+0,150 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri.....	36
Çizelge 4.5. -2 mm cevherden elde edilen -2+1 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri	37
Çizelge 4.6. -2 mm cevherden elde edilen -1+0,425 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri.....	38
Çizelge 4.7. -2 mm cevherden elde edilen -0,425+0,250 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri.....	38
Çizelge 4.8. -2 mm cevherden elde edilen -0,250+0,150 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri.....	38
Çizelge 4.9. Cevherin CaO içeriğinin düşürülmesine yönelik flotasyon şartları ve kimyasal analiz sonuçları	43
Çizelge 4.9. Cevherin CaO içeriğinin düşürülmesine yönelik flotasyon şartları ve kimyasal analiz sonuçlarının devamı	44
Çizelge 4.10. Flotasyon beslenen ve batan ürünlerinin sinterleme sonrası sırlı ve sırsız yüzeylerdeki pürüzlülük değişimi	46
Çizelge 4.11. Custamine 9024 toplayıcı reaktifiyle yapılan mika flotasyonu deney şartları ve kimyasal analiz sonuçları	48
Çizelge 4.12. A4 toplayıcı reaktifiyle yapılan mika flotasyonu deney şartları ve kimyasal analiz sonuçları	48
Çizelge 4.13. Demir mineral flotasyonu deney şartları ve elde edilen kimyasal analiz sonuçları	50
Çizelge 4.14. Tüm zenginleştirme işlemleri sonrası elde edilen ürünlerin kimyasal analizleri ve sinterleme özellikleri	53
Çizelge 4.15. Numunelerin sinterleme özellikleri	54
Çizelge 4.16. Sinterlenmiş numunelerin yüzey pürüzlülüğü ölçümleri.....	56

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Seramik karolar, içinde yaşadığımız konutlarda yer ve duvar yüzeylerinde kaplama malzemesi olarak kullanılan inorganik malzeme içerikli ürünlerdir. Seramik karolar gelişen teknoloji ile sırlı, sırsız, duvar-yer-granit (porselen), iç-dış mekân olmak üzere çeşitli sınıflarda üretilmektedir. Seramik temel anlamda “çok yüksek sıcaklıkta pişirilmiş toprak” olarak tanımlanmıştır. Seramik bünyeler tabiattan elde edilen kil, kaolen, kuvars ve feldspat hammaddeleriyle reçetelere göre hazırlanırlar, rutubetli granül haline getirilerek preslenir ve yüksek sıcaklıkta fırınlanarak sinterlenirler (Seramik’in Alfabesi, b.t.).

Seramik kaplama malzemeleri uzun yıllardır iç ve dış mekânlarda kullanılmakta olup bundan sonra da kolay temizlenmesi, sağlamlığı, düşük su emme gibi özelliklerinden dolayı daha uzun yıllar kullanılacağı öngörülmektedir. Bu sektör ülkemize istihdam ve döviz girdisi sağlayan, ülke ekonomisinde etkin ve önemli yeri olan bir sanayi dalıdır. 2008 yılında 800 Milyon Dolar olarak gerçekleşen ihracat geliri 2023 yılında 3,5 Milyar Dolar olarak hedeflenmektedir (Özer, 2013).

Son yıllarda porselen karo üreticileri üstün teknik özellikli karolar yapabilmek için yeni malzemeler ile üretimini devamlı olarak yenilemektedirler. Porselen karoların üretiminde yüksek miktarlarda Na-K Feldspat, nefelinli siyenit, talk, bor ürünleri, vollastonit ve cam-seramik fritler gibi alternatif ergitici malzemeler kullanılmaktadır (Dondi, 1994).

Siyenit temel olarak iri kristalli bir magmatik derinlik kayacı olup, nefelinin kimyasal formülü ise $\text{Na}_3\text{KAlSi}_4\text{O}_{16}$ 'dır. Siyenitin içindeki az miktardaki kuvarsın ve/veya bir miktar feldspatın yerini nefelin aldığı anda ortaya nefelinli siyenit çıkmış olur (Feldspat Raporu, b.t.).

Seramik ve cam endüstrisinde, nefelinli siyenit, feldspatlar gibi bünyeye alkali sağlamak suretiyle seramik kompozisyonlarının veya camın ergime sıcaklığını düşürerek pişirimi hızlandırmakta ve doğalgaz tasarrufunu desteklemektedir. Bunun yanında bünyeye alümina sağlayarak, termal ve kimyasal dayanıklılık kazandırmakta ve sonuç olarak cam endüstrisinde çizilmeye ve kırılmaya karşı dayanıklılık vermektedir (Potter, 2004).

Seramik kaplama malzemelerinin üretiminde kullanılan hammaddeler doğadan elde edildiği için saf olarak alınamamakta ve yapılarında üretimde kalite kayıplarına yol açabilecek safsızlıklar içerebilmektedirler. Seramik üretimine olumsuz etki eden bu safsızlıkların bazıları literatürde Na-amfibol (hastingsit-barkevit), Na-piroksen (egirinojit-

egirin serisi), biyotit, muskovit ve melanit (Ti-granat) olarak belirtilmiştir (Bayhan ve Girgin, 1993).

Endüstriyel hammaddelerdeki zenginleştirme işlemlerinde hammaddelerin safsızlıklarının giderilmesi amacıyla mineral türlerine ve tane boyutlarına göre çeşitli cevher hazırlama işlemleri kullanılmaktadır. Manyetik özelliğe sahip minerallerin ayrılmasında kuru-yaş manyetik ayırma yöntemleri, ağır ve hafif özgül ağırlığa sahip minerallerin ayrılmasında gravite yöntemleri, minerallerin yüzey özelliklerine göre ayrılmasında flotasyon, çeşitli kimyasal maddelerin içerisinde çözünme farklılığına göre liç yöntemleri uygulanmaktadır. Feldspatlardan demir içeren empüritelerinin uzaklaştırılmasında manyetik ayırma yöntemi uygulanırken mika, kuvars ve oksit ayırımının yapılması amacıyla flotasyon yöntemleri kullanılmaktadır. Ayrıca manyetik ayırma ve flotasyon yöntemi birbirinin kombinasyonu olarak ta kullanılabilmektedir (Sümer ve Kaya, 1995; Saklar ve Oktay, 2003; Seyrankaya, 2003).

Bu tez kapsamında Kırşehir Bölgesi'nden alınan ve seramik bünye üretiminde kullanılan nefelinli siyenit hammaddesinin yapısındaki empüritelerin (mika mineralleri, kalsiyumlu mineraller, demir mineralleri vb.) kuru manyetik ayırma ve flotasyon yöntemleriyle uzaklaştırılması araştırılmıştır. Zenginleştirilmiş hammadde numunelerinin granül hale getirilip şekillendirildikten sonra sırsız ve sırlı olarak sinterlenerek yüzey pürüzlülüğü ve pişme özellikleri açısından korelasyonu çalışmanın özgün tarafını oluşturmaktadır.

Çalışmada Kale Seramik Yozgat Fabrikaları'ndan alınan -10 mm tane boyutundaki Kırşehir nefelinli siyeniti kullanılmıştır. Kuru manyetik ayırma deneyleri numunenin bir kısmı çeneli kırıcıdan geçirilerek -2 mm boyutunda diğer kısmı ise -2 mm tane boyutuna elenerek çeşitli besleme hızları (40, 80, 120, 160 devir/dk) ve bıçak açıları değiştirilerek gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerde özellikle demir+titan oranının değişikliği kimyasal analizler yöntemiyle incelenmiştir. Kalsit ayırımı için yapılan flotasyon deneylerinde tüvenan numune -150+38 µm boyutuna elenmiş hammadde kullanılmış ve asidik, bazik, doğal pH'da deneyler yapılmıştır. Bundan sonraki mika, demir ve kuvars ayırımı için yapılan flotasyon deneylerinde kuru manyetik ayırmadan elde edilen manyetik olmayan kısım öğütüldükten sonra -212+38 µm boyut aralığına eleme vasıtasıyla getirilerek kullanılmıştır.

1.1. Tezin Amacı

Seramik bünye üretiminde kullanılan Kırşehir Nefelinli Siyenit hammaddesinin cevher zenginleştirme yöntemleri kullanılarak üretimde kalite kaybına yol açan safsızlıkların uzaklaştırılarak seramik kalite ergitici üretimi çalışmanın amacını oluşturmaktadır. Bu bağlamda Kırşehir Bölgesi'nden alınan nefelinli siyenit hammaddesi boyut küçültme ve sınıflandırma ardından kuru manyetik ayırma ve flotasyon işlemlerine kademeli şekilde tabi tutularak her zenginleştirme kademesinden alınan numunelerin yer karosu şartlarında sinterleme özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca sırlı ve sırsız olarak sinterlenmiş tabletlerin yüzey pürüzlülüğü açısından incelenmesi metot yönünden yeni bir bakış açısı getirmektedir.

1.2. Nefelinli Siyenit

Nefelinli siyenit veya nefelin siyenit, feldspatik mineral veya feldspatoid grubu bir mineral/endüstriyel hammadde olarak bilinir. Nefelinli siyenit; silis açısından fakir/silisçe doymun olmayan çoğunlukla açık renkli bir kayaç olup, albit ve mikroklin türü feldspat ile nefelinden oluşur. Mineral oranları çoğunlukla %48-54 albit, %18-23 mikroklin ve %20-25 nefelindir. Kayaçta az miktarda muskovit, biyotit, korund, hornblend ve magnetit minerali bulunur (Demir ve ark., 2015).

1.2.1. Nefelinli Siyenit'in Kullanım Alanları

Nefelinli siyenit temel anlamda cam, seramik, plastik sanayii, boya, inşaat ve kaplama sektörlerinde kullanım alanı bulmaktadır. Seramik alanında bünye ve frit kompozisyonlarında kullanılabilmektedir. Bünyeye yüksek alkali içeriği nedeniyle ergiticilik kazandırarak pişirim süresini azaltma sağlaması nedeniyle tercih sebebi olmaktadır. Nefelinli siyenit hammaddesinin yanında gelebilecek biyotit, muskovit, kalsit mineralleri gibi safsızlıklar bünyede kalite kaybına yol açabilmektedir.

1.3. Tane Boyut Küçültme

Endüstriyel hammaddeler genellikle tane boyut küçültme işlemine tabi tutulduktan sonra ilgili alanlarda kullanılabilmektedir. Ayrıca cevher hazırlama yöntemlerine göre tane serbestleşmesi sağlamak amacıyla da tane boyut küçültme işlemleri gerekmektedir. Cevher hazırlamada tane boyut küçültme işlemleri kırma ve öğütme anlamında ikiye ayrılmıştır. Tane boyutunu küçültmek için en az 10 mm boyutlu tane elde edilinceye kadar yapılan

boyut küçültme işlemine kırma denmektedir. 1 cm altında yapılan boyut küçültme işlemlerine öğütme denilmektedir.

1.4. Kuru Manyetik Ayırma

Manyetik ayırma manyetik duyarlılığa sahip minerallerin manyetik kuvvet uygulanarak karışımdan ayrılması prensibine dayalı cevher hazırlamada kullanılan bir yöntemdir. Ayırma işlemi sırasında taneler manyetik kuvvet, sürtünme ve merkezkaç kuvveti bileşkesinde hareket ederek ayırma yapılmaktadır. Bu yöntem ayırma ortamına göre kuru ve yaş olarak uygulanabilmektedir. Yaş ayırmada ortam olarak su kullanılırken kuru manyetik ayırmada ise ortam olarak hava kullanılmaktadır. Tanelere uygulanan manyetik alan şiddetine göre de düşük ve yüksek alan şiddetli kuru manyetik ayırıcılar bulunmaktadır. Kuru manyetik ayırma daha çok cevherin ilk temizleme aşamasında kullanılan yöntemdir ve yaş kuru manyetik ayırma yöntemlerine göre yatırım maliyeti daha düşük olmaktadır.

1.5. Flotasyon

Flotasyon sıvı ortamda yapılan mineral ayırma işlemi olarak tanımlanmaktadır. Bu işlem gang ve cevher minerallerinin yüzey özelliklerinin farklılığına dayalıdır. Flotasyon prosesinde hidrofobik (suyu sevmeyen) parçalar süspansiyon içerisinde dağılmış olan hava kabarcıklarına tutunarak köpük fazında toplanırken hidrofilik (suyu seven) taneler ise süspansiyon içerisinde kalmaktadır. Bu yöntem öğütme işleminde iyi bir tane serbestleşmesi gerçekleştiğinde daha iyi sonuçlar vermektedir. Flotasyonda toplayıcı, canlandırıcı, bastırıcı, dağıtıcı, pH ayarlayıcı ve köpürtücü türlerinde kimyasal malzemeler kullanılmaktadır. Flotasyon prosesinde mekanik ve mekanik olmayan cihazlar kullanılmaktadır. Mekanik cihazlarda karıştırma yaparak süspansiyon içerisindeki katının homojen olarak kalmasını sağlayan pervane bulunmaktadır ve bu cihazlara Denver, Wemco hücreleri örnek olarak gösterilebilir. Mekanik olmayan cihazlarda karıştırma işi basınçlı hava kullanılarak yapılmaktadır ve bu cihazlara örnek olarak kolon, Jameson hücreleri gösterilebilir. Flotasyona tane boyutu ve özgül ağırlık, PKO, hava kabarcığı boyutu, karıştırma kuvveti, kondisyonlama süresi, cevherin pülpte kalma süresi, parçacık yüzey yükü, süspansiyon pH'ı, reaktif türü, reaktif miktarı, köpük stabilitesi ve yıkama suyu gibi faktörler etki etmektedir.

1.6. Sinterleme

Sinterleme preslenmiş tozların yüksek sıcaklık uygulanarak mukavemet ve bütünlük gibi teknik özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla yapılan bir toz metalürjisi yöntemidir. Seramik üretim prosesinde doğadan alınan hammaddeler reçete oranlarına göre karıştırılıp tane boyut küçültme işlemi uygulandıktan sonra rutubet verilerek granül haline getirilmektedir. Granül haline getirilen tozlar sonrasında yüksek basınçlarda preslenerek sırasıyla dekor işlemleri uygulanmakta ve sinterleme işlemine sokulmaktadır. Sinterleme işlemi sürecinde de katı ve sıvı faz sinterlemesi birlikte gerçekleştirilerek ürünlere sınıflarına göre su emme, mukavemet gibi teknik özellikler verilmeye çalışılmaktadır.

1.7. Yüzey Pürüzlülüğü

Yüzey pürüzlülüğü teknik anlamda yüzeydeki çukurlara göre gerçek yüzeydeki en kısa frekans ölçümü veya düzensiz kısa dalga boyu uzunlukları olarak tanımlanmaktadır. Yüzey pürüzlülüğündeki değişiklik görsel farklılıkların yanında malzemelerin diğer teknik özelliklerinde de farklılıklara yol açmaktadır. Yüzey pürüzlülüğünün değerlendirilmesinde çeşitli parametreler kullanılmaktadır. Bunların içlerinden R_a bir örnekleme boyu üzerindeki ortalama çizgisinin altında ve üstünde kalan mutlak düzensiz pürüzlülüklerin aritmetik ortalaması, R_q aritmetik ortalama sapmaların karekökü anlamında bir parametre ve R_z profil değerlendirme boyunca en yüksek beş tepe ve en düşük beş çukurun ortalamasının yükseklik farkı olarak tanımlanmaktadır. Yüzey pürüzlülüğünü değerlendirmek amacıyla farklı alet ve yöntemler kullanılmaktadır. Bunların arasından en önemlileri elektriksel çalışan sivri uçlu cihazlar, dokunarak yüzeyin değerlendirildiği ve bu durumun mekanik çalışan cihazlarla ölçülmesi, değişik tipli ışık interferans mikroskopları ve yüzey kopyaları elde etme yöntemi değerlendirilebilir.

BÖLÜM 2

ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Bayhan ve Girgin (1993), Bayındır-Akpınar bölgesindeki nefelin siyenitlerin cam-seramik endüstrisinde kullanımı amacıyla zenginleştirilmesiyle ilgili çalışmalar yapmışlardır. Deneylerde -0,589 mm boyutuna getirilmiş kimyasal analiz olarak %56,63 SiO₂, %19,46 Al₂O₃, %2,97 Fe₂O₃, %0,31 TiO₂, %2,45 CaO, %6,23 Na₂O, %8,36 K₂O, %0,39 MgO, %0,15 MnO ve %0,15 P₂O₅ şeklindedir. Zenginleştirme deneyleri kapsamında CARPCO Model WHIMS 3X4 L yüksek alan şiddetli yaş manyetik ayırıcıyla -0,589+0,147 ve -0,147 mm besleme boyutlarında 5000-22000 Gauss alan şiddetlerinde manyetik ayırma deneyleri yapılmıştır. Deneyler sonucunda %72 verimle %0,16 Fe₂O₃ içerikli konsantre elde edilebilmiştir. Konsantrenin kimyasal analiz dikkate alınarak yapılan mineralojik bileşiminde %15,17 nefelin, %61,03 ortoklas ve %23,80 albit minerallerinin olduğu hesaplanmış ve bu haliyle seramik-cam endüstrisi için düşük sıcaklıkta çalışma olanağı sağlayacağı düşünülmüştür.

Gökalp ve Ulu (1993), Bursa-Orhaneli-Yeşiller siyenitleriyle ilgili safsızlıkların uzaklaştırılması amacıyla cevher zenginleştirme çalışmaları yapmışlardır. Öncelikle cevheri mineralojik açıdan incelemişler ve elek analizleriyle birlikte ortoklas ve albitin yeterli serbestleşmeye -297 µm boyutunda ulaştığı, renk verici mafik, ağır ve opak minerallerin çoğunun 40-100 µm boyutlarında bulunduğu, titanit, zirkon ve bazı opak minerallerin 40 µm'den daha küçük tanecikler halinde bulunduğunu görmüşlerdir. Dolayısıyla cevher hazırlama çalışmalarına beslenen numunenin tane boyutunu -297+53 µm olarak belirlemişlerdir. Beslenen numunenin yapılan kimyasal analizinde %7,0 K₂O, %5,0 Na₂O ve %1,85 Fe₂O₃ içeriğine sahip olduğu görülmüştür. Cevher zenginleştirme çalışmaları kapsamında Carpco laboratuvar tipi ayırıcıyla kuru manyetik ayırma çalışmaları yapılmıştır. Manyetik ayırma çalışmalarında tambur dönme hızı ve manyetik alan şiddeti değiştirilerek deneyler yapılmış ve en uygun değerlere 60 devir/dk, 20000 Gauss alan şiddetinde %7,6 K₂O, %5,0 Na₂O ve %0,48 Fe₂O₃ içerikli konsantre %71,99 verimle elde edilerek ulaşılmıştır. Flotasyon deneylerinde hücre olarak Denver laboratuvar tipi hücre kullanılmıştır. 1. kademede mika ayırımında H₂SO₄ kullanılarak pH 3,5'e düşürülmüş, köpürtücü olarak gazyağı ve amin tipi toplayıcı kullanılmıştır. 2. kademede renkli mineral ayırımında pH 3,5'te H₂SO₄ ile tutularak, köpürtücü olarak gazyağı ve sülfonat tipi toplayıcı kullanılmıştır. 3. kademede feldspat, kuvars ayırımında pH, HF kullanılarak 2,5'e getirilmiş, köpürtücü olarak gazyağı kullanılmış ve amin tipi toplayıcı

kullanılmıştır. Deney sonucunda 3. kademedan alınan numune miktar olarak az ve nitelik olarak 2. kademedan alınan konsantreyle benzer olduğu için birleştirilmişlerdir. Sonuç olarak %8,24 K₂O, %5,37 Na₂O ve %0,36 Fe₂O₃ içerikli konsantre ağırlıkça %82,12 elde edilmiştir.

İbrahim ve ark. (2002), Mısır çölünün doğusundaki Gabel Abu-Khrug ve El-Kahfa bölgelerinden aldıkları iki farklı nefelinli siyenit numunelerinden demirli safsızlıkların temizlenmesi amacıyla çeşitli tiplerde yüksek alan şiddetli kuru manyetik ayırıcılarla çalışmalar yapmışlardır. Gabel Abu-Khrug ve El-Kahfa bölgelerinden alınan numunelerin karakterizasyon çalışmalarında sırasıyla %17,1-18,4 Al₂O₃, %12,3-14,6 Na₂O+K₂O ve %5,3-6 Fe₂O₃ içerikli oldukları görülmüştür. Numunelere Franz izodinamik laboratuvar tipi ayırıcıyla yapılan tane serbestleşmesi analizleri sonucunda -0,053 mm boyutunda en iyi serbestleşmeye sahip olacağı düşünülmüştür. Ding bantlı yüksek alan şiddetli kuru manyetik ayırma deneyleri sabit bant hızı 2 m/dk, farklı besleme miktarları (12-24-36-48 kg/sa) ve farklı manyetik alan şiddeti (1,0-1,3 T) şartlarında yapılmıştır. Bu deneyler sonucunda 1,3 T manyetik alan şiddetinde, -0,125+0,045 mm boyutunda Abu-Khrug ve El-Kahfa için sırasıyla %1,3 ve %0,58 Fe₂O₃ içerikli konsantreler elde edilmiştir. Carpcu rulolu manyetik ayırıcısıyla yapılan deneyler farklı bant hızları (2-4-6-10 m/dk), farklı besleme miktarları (12-24-36-48 kg/sa) ve 0,96 T manyetik alan şiddeti şartlarında yapılmıştır. Carpcu rulolu manyetik ayırıcısıyla yapılan deneylerde ise -0,125+0,045 mm besleme boyutu ve 24 kg/saat besleme miktarında aynı sırayla %0,72 ve %0,61 Fe₂O₃ içerikli konsantreler elde edilmiştir. Sabit mıknatıslı Magnaroll manyetik ayırıcısıyla yapılan deneyler 4 m/dk bant hızı, farklı besleme miktarları (6-12-18-24-30 kg/sa) ve 1,45 T manyetik alan şiddeti şartlarında yapılmıştır. Sabit mıknatıslı Magnaroll manyetik ayırıcısıyla 1,45 T manyetik alan şiddetinde, 12 kg/saat besleme miktarı ve 4 m/dk bant hızında yapılan denemede aynı sırayla %0,24 ve %0,28 Fe₂O₃ içerikli konsantrelere ulaşılmıştır. Bu haliyle numunelerin yerel seramik endüstrisinde kullanılabileceği, kehribar camı ve fiber cam için uluslararası standartları sağlayacağını göstermişlerdir.

Das ve Dana (2003), sodyum ve potasyum feldspatlı porselen bünyelerin sinterlenme davranışlarını pişme sonrası yığın yoğunluğu, su emme ve eğilme mukavemeti açısından incelemişlerdir. Deneysel çalışmalarda %60 kaolen, %10 kuvars, %30 sodyum ve potasyum feldspatları ayrı ayrı kullanarak iki farklı bünye elde etmişler ve bünyelerin kimyasal analizlerini potasyum feldspatlı bünye için %61,83 SiO₂, %29,64 Al₂O₃, %0,92 Fe₂O₃, %0,73 TiO₂, %1,07 CaO, %0,60 MgO, %1,12 Na₂O, %3,58 K₂O; sodyum feldspatlı bünye için %62,86 SiO₂, %29,65 Al₂O₃, %0,81 Fe₂O₃, %0,59 TiO₂, %1,03 CaO, %0,61

MgO, %3,60 Na₂O, %0,40 K₂O olarak bulmuşlardır. Oluşturulan kompozisyonlar değirmende 74 µm üstü malzeme %1,5 ağırlıkça olacak şekilde öğütülmüş, sonrasında kurutularak dikdörtgen ve yuvarlak olacak şekilde 450–500 kg/cm² spesifik basınçta preslenmiştir. Şekillendirilen numuneler etüvde rutubeti %0,5'in altında olacak şekilde kurutulmuştur. Kurutulan yuvarlak şekilli tabletler 10°C/dk hızında 1200°C'ye kadar ısıtılarak dilatometrede yoğunlaşma değerleri ölçülmüştür. Buradan sodyum feldspatlı bünyenin 1171°C ve potasyum feldspatlı bünyenin 1195°C'de maksimum yoğunluk değerlerine ulaştığı görülmüştür. Dilatometreden elde edilen potasyum ve sodyum feldspatlı kompozisyonların sırasıyla yığın yoğunlukları 2,39 g/cc ve 2,41 g/cc; su emme değerleri %0,45 ve %0,27 olarak bulunmuştur. Dikdörtgen şekilli numuneler ise 18°C/dk hızında 1160-1200°C aralığında sinterlenerek pişme sonrası yığın yoğunluk, lineer küçülme, su emme, eğilme mukavemetleri ve renk değerleri (L) ölçülmüştür. Potasyum ve sodyum feldspatlı bünyelerin sırasıyla 1200°C'deki yaklaşık lineer küçülmeleri %12,3 ve %12,5, yığın yoğunlukları 2,36 g/cc ve 2,42 g/cc, su emme %0,6 ve %0,1, eğilme dayanımı 51 Mpa ve 53 Mpa, renk değeri (L) 69 ve 73 olarak ölçülmüştür. Sodyum feldspatlı bünyenin potasyumluya göre 1200°C'de daha yüksek yığın yoğunluğu, eğilme dayanımı, renk değeri (L) ve daha düşük su emmeye sahip olduğu görülmüş tüm bu özellikleriyle daha iyi sinterleme özelliklerine sahip olduğu düşünülmüştür.

Saklar ve Oktay (2003), Yozgat Bölgesi'nde bulunan Sarıhacılı ve Kayabağı granitlerinin feldspat yönünden zenginleştirilmesiyle ilgili çalışma yapmışlardır. Numunelerin mineralojik analizlerinde ortoklaz, plâjiyoklâz, kuvars bulunmaktadır. Yanında biyotit, muskovit, hematit ve az miktarda rutil renk verici mineraller olarak görülmüştür. Kimyasal analizlerinde ise renk verici kısmı oluşturan Fe₂O₃ oranları Sarıhacılı için %2,37 ve Kayabağı için %1,76 değerlerindendir. Manyetik ayırma deneyleri -600+75 µm boyutunda yüksek alan şiddetli sabit mıknatıslı rulo tipi kuru manyetik ayırıcı (permroll) kullanılarak yapılmıştır. Manyetik ayırma deneylerinde Sarıhacılı ve Kayabağı için sırasıyla Fe₂O₃ oranları %0,22 ve %0,20, ağırlıkça %91,84 ve %90,79 olarak elde edilmiştir. Flotasyon deneylerinde ise öğütülerek -170 µm'a getirilen malzeme -25 µm altı şlam atılmak suretiyle önce mika ve sonrasında oksit flotasyona tabi tutulmuştur. Mika flotasyonu %30 PKO, toplayıcı olarak 300 g/t Tallow amin asetat (ARMAC T) kullanılarak 3 dk koşullandırma süresinde köpürtücü olarak 30 g/t MIBC kullanılarak 2,8 pH'da yapılmıştır. Sarıhacılı ve Kayabağı için mika ayırımı amacıyla yapılan flotasyon deneyleri sonucunda sırasıyla %0,08 ve %0,12 Fe₂O₃ içerikli malzeme %79,76 ve %85,40 ağırlıkça elde edilmiştir. Oksit flotasyonu %30 PKO, 1. kademede 6,5-7 pH'da toplayıcı

olarak 2000 g/t Na-oleat kullanılmış, 2. kademede ise 5 pH'da toplayıcı olarak Sarıhacılı için 400 g/t ve Kayabağı için 500 g/t R825 kullanılmıştır. Koşullandırma süresi olarak 5 dk tercih edilmiştir ve köpürtücü olarak 40 g/t MIBC kullanılmıştır. Sarıhacılı ve Kayabağı için oksit ayrımı amacıyla yapılan flotasyon deneyleri sonucunda sırasıyla %0,10 ve %0,13 Fe₂O₃ içerikli malzeme %81,75 ve %85,88 ağırlıkça elde edilmiştir.

Bayat ve ark. (2006), feldspat flotasyonunda farklı katyon tipi toplayıcıların uygulamasını çalışmışlardır. Çalışmalarda Kaltun Madencilik'ten öğütülmüş -0,3+0,063 mm boyutundaki feldspat malzemesi kullanılmıştır. Kullanılan numunenin kimyasal analizi %66,87 SiO₂; %19,46 Al₂O₃; %0,103 Fe₂O₃; %0,358 TiO₂; %1,23 CaO; %0,07 MgO; %10,83 Na₂O; %0,34 K₂O; %0,19 P₂O₅ şeklindedir. Mineralojik analizinde ise yüksek miktarda albit az miktarlarda ise ortoklaz, kuvars, mika mineralleri (muskovit ve biotit), rutil ve kil mineralleri görülmüştür. Flotasyon deneylerinde katyonik toplayıcı olarak Cytec firmasından AERO 3030, AERO 801 ve AERO 825 kullanılmıştır. Deneyler Denver tipi laboratuvar cihazında 1400 devir/dk'da gerçekleştirilmiştir. Toplayıcı kondisyonlama süresi 5 dk, ortam pH'ı 2,5-3,5 olacak şekilde bütün deneylerde aynı PKO'da çalışılmıştır. pH, H₂SO₄ ile ayarlanmıştır. Yüzdürme süresi de 2 dk olarak belirlenmiştir. Feldspattan demir ve titanyum minerallerinin ayrımında AERO 801 (200 g/t), AERO 825 (200 g/t) ve AERO 3030 C (200 g/t) birlikte kullanılarak %67,06 SiO₂; %19,49 Al₂O₃; %0,018 Fe₂O₃; %0,135 TiO₂; %0,98 CaO; %0,02 MgO; %11,02 Na₂O; %0,22 K₂O; %0,02 P₂O₅ içerikli konsantre elde edilmiştir.

Burat ve ark. (2006), Bursa-Orhaneli'nden aldıkları nefelinli siyenit cevherinin kimyasal ve mineralojik analizlerini yaptıktan sonra zenginleştirme işlemleri kapsamında manyetik ayırma, flotasyon ve bunların birleşimleri olacak şekilde deneyler yapmışlardır. Deneylerde kullanılan beslenen cevherin kimyasal analizi %67,36 SiO₂, %16,87 Al₂O₃, %1,37 Fe₂O₃, %0,19 TiO₂, %4,37 Na₂O, %6,76 K₂O, %0,98 CaO, %0,07 MgO ve %1,70 K.K. şeklindedir. Yüksek alan şiddetli ayırıcıyla yapılan kuru manyetik ayırma deneylerinde renk verici minerallerin uzaklaştırılması amacıyla -200+38 µm boyutundaki malzemeye 0,5-3,5 A aralığındaki 7 farklı şiddette manyetik alan kuvveti uygulanmış ve sonuç olarak %0,17 Fe₂O₃ ve %0,18 TiO₂ içerikli ürün %74,5 ağırlıkça elde edilmiştir. 4 kademeli flotasyon deneylerinde köpürtücü olarak çam yağı ve toplayıcı olarak potasyum oleat kullanılmıştır. -200 ve -100 µm besleme boyutunda flotasyon deneylerinde elde edilen sonuçlar sırasıyla %0,59 Fe₂O₃; %0,11 TiO₂ ve %0,70 Fe₂O₃; %0,11 TiO₂ şeklindedir. Flotasyon deneylerinden alınan -200+38 µm boyutundaki malzemeler yüksek alan şiddetli kuru manyetik ayırıcıya beslenmiş %0,08 Fe₂O₃ ve %0,09 TiO₂ içerikli

konsantre %56,6 ağırlıkça elde edilmiştir. Flotasyon deneylerinden alınan -100 µm boyutundaki malzeme Jones tipi yaş manyetik ayırıcıya beslendiğinde ise %0,17 Fe₂O₃ ve %0,10 TiO₂ içerikli malzemenin %60,2 ağırlıkça elde edildiği görülmüştür. Son olarak -200 µm boyutundaki cevher Jones tipi yaş manyetik ayırıcıdan geçirilerek flotasyona beslenmiş, %0,20 Fe₂O₃ ve %0,09 TiO₂ içerikli konsantre %64,7 ağırlıkça elde edilmiştir. Deneyler sonucunda cam ve seramik üretiminde kullanılabilecek konsantre elde edilebileceği görülmüştür.

Burat ve ark. (2007), Bayramiç yöresindeki potasyum feldspat türü hammaddeden kuvars ve renk verici minerallerin manyetik ayırma, flotasyon ve bunların birleşimi şeklinde ayrıştırılmasıyla ilgili çalışmalar yapmışlardır. Numunenin kimyasal analizi %77,21 SiO₂, %12,35 Al₂O₃, %0,26 Fe₂O₃, %0,08 TiO₂, %1,95 Na₂O ve %6,32 K₂O şeklindedir. İnce kesit mikroskobik analizlerde temel olarak ortoklas ve kuvars; minör olarak ta albit, pertit, kaolin, mika mineralleri (biyotit ve muskovit), klorit, serüsit, turmalin, almandin, titanyum mineralleri (rutil ve sfen), hornblend, pirit, hematit ve limonit görülmüştür. %80 miktarında feldspat-kuvars tane serbestleşmesinin 200 ve 150 µm boyutu altında olduğu tespit edilmiştir. Numune -150 µm boyutuna getirilerek flotasyon deneyinden önce renk verici mineraller uzaklaştırılarak konsantre sağlamak amacıyla yüksek alan şiddetli Jones manyetik ayırıcısıyla manyetik ayırma deneyleri yapılmıştır. Manyetik ayırma deneyleri %15 PKO'da, 50 L/sa besleme miktarı ve 6,8 A şiddeti sabit tutularak yapılmıştır. Flotasyon deneyleri %20 PKO'da, Denver tipi hücrede 1200 devir/dk karıştırma hızında gerçekleştirilmiştir. Flotasyon deneyleri 1. kademedeki 5 dk kondisyonlama ve diğer her bir kademedeki 3 dk toplayıcı karıştırması şeklinde uygulanmıştır. Flotasyon deneyleri toplayıcı türü-miktarının ve pH düzenleyicinin feldspat-kuvars ayırımına etkisinin belirlenmesi amacıyla yapılmıştır. Bu deneyler 2-3 pH seviyesinde ve her flotasyon deneyinin ilk kademesinde köpürtücü olarak çam yağı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Flotasyon deneyleri şlam atılarak ve atılmadan gerçekleştirilmiş, pH düzenleyici olarak ayrı ayrı HF ve H₂SO₄ kullanılmış ve katyonik toplayıcı olarak ise GTAP ve Flotigam V-4343 kullanılmıştır. Deneyler sonucunda flotasyon için şlam atılmasının gerekli, HF'in H₂SO₄'e göre kuvars-feldspat ayırımında daha etkin ve toplayıcı olarak ise GTAP'a göre Flotigam V-4343'ün daha verimli olduğu görülmüştür. HF varlığında Flotigam V-4343 kullanılarak yapılan flotasyon deneyinde %10,40 K₂O, %2,60 Na₂O, %0,29 Fe₂O₃ içerikli feldspat konsantresi ve %0,48 K₂O, %0,36 Na₂O, %0,07 Fe₂O₃, %96,77 SiO₂ içerikli kuvars konsantresi elde edilmiştir. Yüksek alan şiddetli manyetik ayırmaya ilaveten aynı şartlarda flotasyon deneyi yapılarak

%10,75 K₂O, %2,84 Na₂O, %0,16 Fe₂O₃ içerikli feldspat konsantresi ve %0,48 K₂O, %0,42 Na₂O, %0,07 Fe₂O₃, %96,20 SiO₂ içerikli kuvars konsantresi elde edilmiştir. Bu haliyle cam ve seramik sektörü için uygun malzeme üretilebileceği düşünülmüştür.

Karagüzel ve ark. (2009), feldspat flotasyonunda cevherde bulunan RMM'lerin reaktif tüketimine olan etkisini incelemişlerdir. Yaptıkları çalışmaların birinci kısmında saf albitin flotasyon verimine reaktif miktarının etkisi görülerek ardından %100 albit elde edilen cevhere RMM ilave edilmiş ve flotasyon verimindeki değişim incelenmiştir. Bu deneylerde 1250 devir/dk karıştırma hızı, %20 PKO, tane boyutu -212+38 µm, köpürtücü olarak 50 g/t çamyağı, toplayıcı türü ve miktarı olarak ayrı ayrı 25-50-75-100 g/t GTAP ve 50-100-150-200 g/t ARMAC TD, doğal pH, 4 dk şartlandırma süresi, 1 dk köpürtücü süresi ve 2 dk köpük alma süresi şartlarında yapılmıştır. Saf albit numunesi ile yapılan flotasyon deneylerinde %100 flotasyon verimleri GTAP ve Armac TD için sırasıyla 100 ve 200 g/t toplayıcı miktarında elde edilmiştir. Saf albit numunesine farklı oranlarda RMM katkısı (%1-3-5-6-10)'nın etkisini görmek için yapılan flotasyon deneylerinde %5 RMM ilavesinde G-TAP'ta flotasyon verimi %90 düşerken, Armac TD'de %50 azaldığı görülmüştür. İkinci kısımda ise tüvenan cevher üzerindeki bu etki manyetik ayırma öncesi ve sonrası flotasyon deneyleri yapılarak araştırılmıştır. Bu deneylerde gnays numuneleri kullanılmıştır. Manyetik ayırma deneyleri -1+0,3 mm tane boyutu, 92,5° bıçak açısı, 10000 Gauss manyetik alan şiddeti ve 50-100 gr/dk besleme hızı koşullarında yapılmıştır. Bu şartlarda Fe₂O₃ oranı %1,28'den %0,19'a düşmüştür. Manyetik ayırma deneylerinden alınan konsantre ve önceki tüvenan numune tane boyutu seramik bilyalı değirmende -212 µm'a getirilerek -38 µm boyutu şlam olarak atılmış flotasyon deneylerinde ise bu boyut grubu kullanılmıştır. Altere gnays'ın manyetik ayırma öncesi ve sonrası elde edilen numunelerle yapılan flotasyon çalışmalarında cevherdeki RMM'lerin saf numunelerdeki gibi doğal numunede de reaktif tüketimini artırdığı görülmüştür. Cevher içerisinde biotit, demir oksit gibi mineral yüzdesi fazla olduğunda reaktif tüketimini azaltmak için flotasyon öncesi cevherin bu minerallerden manyetik ayırma ile temizlenmesi önerilmiştir.

Salem ve ark. (2009), farklı oranlarda nefelinli siyenit içeren porselen bünyelerin dilatometre kullanarak sinterleme küçülmesi davranışlarını incelemişlerdir. Çalışmada nefelinli siyeniti potasyum feldspatı azaltmak ve diğer bileşenleri sabit tutmak suretiyle %5, %10 ve %15 oranında bünnyeye girmişlerdir. Dilatometreyle 10°C/dk hızında 1225°C'ye kadar çıkılarak bünyelerin % küçülme değerleri ölçülmüştür. STD, %5, %10 ve %15 nefelin içeren bünyelerin % küçülme ve su emme değerleri sırasıyla 4,90, 0,74; 6,42, 0,16; 6,52, 0; 6,55, 0 olarak bulunmuştur. %10 nefelinli siyenit içeren bünyenin sinterleme

sonrası küçülme ve yoğunlaşma açısından en uygun şartları içerdiği görülmüştür. Nefelinli siyenit'in porselen bünyede küçülmeyi arttırırken camsı faz viskozitesini düşürdüğü gözlemlenmiştir.

Kademli ve Gülsoy (2012), Reichert spirali ve sarsıntılı masa kullanarak mika – feldspat ayrımı çalışması yapmışlardır. Deneylerde kullanılan Çine Akmaden kaynağından alınan feldspat numunesinin kimyasal analizi %65,01 SiO₂, %20,09 Al₂O₃, %0,73 Fe₂O₃, %0,25 TiO₂, %1,82 CaO, %0,20 MgO, %1,95 Na₂O, %6,32 K₂O ve %0,42 K.K şeklindedir. Numune öncelikle çeneli kırıcıyla -2 mm tane boyutuna kırılmış ve ilave kırma işlemlerine döner kırıcıyla devam edilmiştir. Ayırmaya olumsuz etkileri olabileceğinden dolayı 74 µm tane boyutu altındaki malzeme kuru elemeye elenmiştir. Reichert spiraliyle yapılan ön deneylerde besleme hızı için en uygun değer 1 dm³/sn olarak ve bıçak konumunu değiştirmenin ara ürün ve konsantre arasında fark yaratmadığı bulunmuştur. Asıl Reichert spirali deneyleri kapalı devre, iç ve dış bıçak konumu ise sabit olacak şekilde, -850+74, -600+74, -425+74, -300+74, -212+74 µm tane boyutlarında, %15-20-25 PKO ve 1 dm³/sn besleme oranlarında yapılmıştır. Sarsıntılı masası deneyleri ise besleme hızı 1 dm³/sn olarak seçilmiş, bıçak açıları sabit tutulmuş, -850+74, -600+74, -425+74, -300+74, -212+74 µm tane boyutlarında, %15-20-25 PKO şartlarında yapılmıştır. Bu deneylerle Reichert spirali ve sarsıntılı masa feldspat-mika ayrımı açısından karşılaştırılmıştır. Yapılan çalışmalar sonucunda beslenen tane boyutu arttıkça ayırma veriminin ciddi oranda düştüğü gözlemlenmiştir. Her iki ayırıcı için de tane boyutu küçüldükçe daha iyi mika ayrımının yapıldığı görülmüştür. %15 PKO ve -212+74 µm tane boyutu şartlarında spiral ayırıcı için ağırlıkça %70 ve %0,07 Fe₂O₃ içerikli; sarsıntılı masa için ağırlıkça %76 ve %0,27 Fe₂O₃ içerikli konsantreler deneylerdeki en düşük Fe₂O₃ içerikli konsantreler olarak elde edilmiştir. %15 PKO ve -850+74 µm tane boyutlarında spiral ayırıcı için ağırlıkça %82 ve %0,85 Fe₂O₃ içerikli; sarsıntılı masa için ağırlıkça %66 ve %0,83 Fe₂O₃ içerikli konsantreler deneylerdeki en yüksek Fe₂O₃ içerikli konsantreler olarak elde edilmiştir. Dolayısıyla -850+74 ve -600+74 µm tane boyutlarında ayırım hemen hemen gözlemlenmemiş, hatta demir içeriğinin arttığı görülmüştür. Sonuç olarak Reichert spirali ve sarsıntılı masa için -212 µm tane boyutunda çalışmanın gerekliliği ve Reichert spiraliyle daha iyi sonuçların elde edildiği görülmüştür.

Jena ve ark (2014), Hindistan - Odisha eyaleti Koraput bölgesinden temin edilen nefelinli siyenitlerinden manyetik ayırma, flotasyon, liç ve kavurma sonrası liç yöntemlerini karşılaştırarak potasyum ayrımı yapmaya çalışmışlardır. Alınan malzemenin kimyasal analizi temel bileşenler olarak %2,8 Fe₂O₃, %19,9 Al₂O₃, %55,5 SiO₂, %3,8

CaO, %11,1 Na₂O ve %5,4 K₂O şeklindedir. Yapılan XRD analizinde ise nefelin minerali yanında biotit, mikroklin ve anortit mineralleri görülmüştür. Numune tane boyut küçültme amacıyla çeneli ve döner kırıcıdan geçirilmiş, sırasıyla %80'i 35 ve 1 mm tane boyutun altında malzeme üretilmiştir. Bundan sonraki öğütme işlemlerinde bu malzeme kullanılmıştır. Bilyalı değirmende numune 5 ve 10 dk olacak şekilde öğütülmüş ve %80'inin geçtiği elek açıklığı sırasıyla 360 ve 150 µm olarak bulunmuştur. Planeter değirmende numune 5 ve 10 dk olacak şekilde öğütülmüş ve %80'inin geçtiği elek açıklığı ise sırasıyla 30 ve 10 µm olarak bulunmuştur. Zenginleştirme çalışmaları kapsamında bilyalı değirmende öğütülen malzemeye farklı alan şiddetlerinde yüksek alan şiddetli yaşı manyetik ayırma deneyleri uygulanmıştır. %11 K₂O içerikli ve %12 ağırlıkça konsantre elde edilmiştir. Flotasyon deneyi bilyalı değirmenden öğütülmüş olarak alınan malzemeyle doğal pH'da, dispersant olarak 500 g/t sodyum silikat, köpürtücü olarak 50 g/t MIBC ve toplayıcı olarak 1100 g/t oleik asit kullanılarak yapılmıştır, %8,4 K₂O içerikli ve %18 ağırlıkça konsantre elde edilmiştir. Liç deneylerinde öncelikle sülfürik asit ve hidroklorik asitin potasyum liçine etkileri incelenmiş ve sülfürik asidin daha etkili olduğu görüldüğünden liç deneylerine bununla devam edilmiştir. Bilyalı ve planeter değirmenden alınan malzemeler ayrı ayrı 85°C sıcaklıkta, 60 dk sürede, 2,5 katı/sıvı oranında, 1000 devir/dk karıştırma hızında 1,8 M sülfürik asit kullanılarak liç deneyleri yapılmıştır. Bilyalı ve planeter değirmenlerden alınan numunelere liç uygulanmasıyla elde edilen konsantreler sırasıyla %1,47 - %2,2 K₂O içerikli ve %26,9 - %40,3 ağırlıkça olacak şekilde elde edilmişlerdir. Klorlu kavurma deneylerinde bilyalı ve planeter değirmenlerden alınan numuneler %45 CaCl₂ olacak şekilde dozajlanarak ve CaCl₂'ün ergime sıcaklığının 860°C olması nedeniyle 900°C'de kavrulduktan sonra 15 dk suda çözündürme şeklinde yöntem uygulanmıştır. Planeter değirmenden elde edilen numuneye klorlu kavurma uygulayarak %5,43 K₂O içerikli ve %99,6 ağırlıkça konsantre elde edilmiştir.

Gaied ve Gallala (2015), Güneybatı Tunus'ta bulunan Gafsa bölgesi Sidi Aich masifindeki feldspatların fiziksel ve fizikokimyasal deneylerle zenginleştirme olanaklarını araştırmışlardır. Numunenin mineralojik analizinde temel olarak kuvars ve mikroklin, minör olarak ise albit, kaolinit ve illit içerdiği görülmüştür. Cevher zenginleştirme çalışmaları kapsamında flotasyon deneyleri yapılmıştır. Flotasyon deneylerinde cevher 250 µm altına elenmiş elek üstü seramik değirmenle öğütülerek 250 µm altına getirilmiştir. Malzemenin tamamı -250 µm boyutuna getirilmiştir. Bu haliyle numune %0,28 Fe₂O₃, %89,85 SiO₂, %0,15 Na₂O, %2,94 K₂O kimyasal analize sahiptir. Numuneye öncelikle 63 µm'lik elekten elenerek %1,7349 Fe₂O₃ içerikli ağırlıkça %10,36 şlam atılmıştır. Daha

sonra geriye kalan -250+63 μm boyutundaki malzeme petrolyum sülfonat tipi toplayıcı olan E526, 200 g/t kullanılarak renk verici minerallerin uzaklaştırılmaya çalışılmıştır. Sonuçta yüzen malzemede %2,559 Fe_2O_3 alınmış, batanda ise %0,14 Fe_2O_3 içerikli malzeme kalmıştır. Flotasyon deneylerinin 2. aşamasında ise kuvars-feldspat ayrımı yapılmaya çalışılmıştır. Bu kapsamda kuvars bastırmak için HF yerine farklı bir kombinasyon HF ile kıyaslanarak denenmiştir. İlk deneyde 2000 g/t miktarında %40'lık HF kullanılarak pH 2-3 aralığına getirilmiş ve sonrasında toplayıcı olarak 600 g/t AERO3030 kullanılarak feldspat-kuvars ayrımı yapılmaya çalışılmıştır. Bu deneyde %59,73 SiO_2 , %0,53 Na_2O , %15,92 K_2O içerikli yüzen malzeme %28,22 ağırlıkça elde edilmiştir. İkinci deneyde ise pH ayarlayıcı olarak H_2SO_4 kullanılmış ve toplayıcı olarak ise eşit oranda karıştırılan Custamine 9007 ve E526 kullanılmıştır. Bu deneyde ise %65,63 SiO_2 , %3,83 Na_2O , %12,7 K_2O içerikli yüzen malzeme %26,07 ağırlıkça elde edilmiştir. Bu deneylerden kuvars-feldspat ayrımı için HF kullanmanın daha verimli olduğu görülmektedir.

Taşıyıldız (2015), kuvars, kaolen ve nefelinli siyenit oranlarındaki farklılığın ideal stoneware bünye üzerine etkilerini görmek amacıyla oluşturduğu bünyeleri 1200°C'de sinterleyerek bileşimlerin özelliklerini fiziksel açıdan incelemiştir. Kaolen oranının etkilerini araştırmak amacıyla, reçete kompozisyonunda %25 oranında kili sabit tutarak, nefelin %70'ten %10'a azaltmış, kaoleni %10'dan %70'e arttırmıştır. Nefelinli siyenit oranı düşürülüp, kaolen oranı arttıkça boyutça sinterleme sonrası çekme %12,46'dan %8,00'e, pişme mukavemeti 312,78 kg/cm^2 'den 187,24 kg/cm^2 'ye, deformasyon 64,72 mm'den 12,87 mm'ye, düşmüş; su emme %0,02'den %12,56'ya çıkmıştır. Nefelin oranının etkisini incelemek amacıyla, reçete bileşiminde kaolen %10 ve kil %20 olacak şekilde sabit tutulmuş, kuvars %60'tan %0'a azaltılıp nefelin %10'dan %70'e arttırılarak bünye özelliklerine etkileri araştırılmıştır. Nefelinli siyenit miktarı artırılıp, kuvars miktarı azaltıldıkça boyutça pişme sonrası çekme %1,45'ten %12,46'ya, pişme mukavemeti 89,92 kg/cm^2 'den 312,78 kg/cm^2 'ye, deformasyon değerleri 2,94 mm'den 64,72 mm'ye artmış, su emme değeri %21,8'den %0,02'ye azalmıştır. Sonuç olarak ideal stoneware bünye üretiminde nefelinli siyenit'in kaolen ve kuvars'a göre su emme ve pişme mukavemeti özelliklerine olumlu etki ederken deformasyon değerine olumsuz etki ettiği görülmüştür. Bunların da nefelin'in camsı faz oluşumunu sağladığı ve camsı faz viskozitesini düşürme özelliklerinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

BÖLÜM 3

MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

3.1.1. Deneylerde Kullanılan Malzemeler

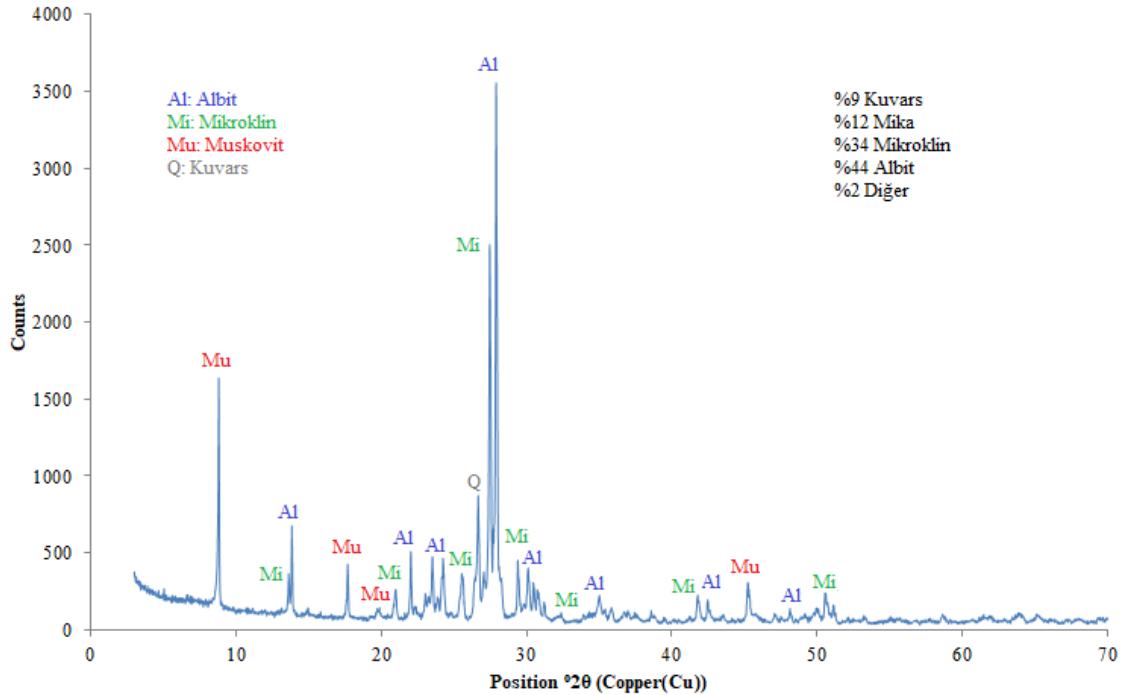
3.1.1.1. Nefelinli Siyenit

Nefelinli siyenit hammaddesi seramik bünye üretiminde yüksek alkali içeriği nedeniyle ergitici olarak kullanılan önemli bir hammaddedir. Çalışmalarda Yozgat Kaleseramik Masse Hazırlık Tesisleri'ndeki kırıcıdan geçirilerek -10 mm boyutuna elenmiş hammadde kullanılmıştır. Bu haliyle numunenin XRF cihazıyla oksit analizi yapılmış ve Çizelge 3.1'de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Tesis'ten alınan -10 mm tane boyutlu nefelinli siyenit kimyasal analizi

Oksitler	K.K.	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
% Oran	2,13	61,33	20,57	0,35	0,82	1,61	0,26	4,82	7,70

Numunenin XRD cihazıyla kantitatif mineralojik analizi yapılmış ve Şekil 3.1'de verilmiştir.



Şekil 3.1. Tesis'ten alınan -10 mm tane boyutlu nefelinli siyenit kantitatif mineralojik analizi

3.1.1.2. Sülfürik Asit

Flotasyon deneylerinde pH ayarlama amaçlı Merck marka H_2SO_4 kullanılmıştır.

3.1.1.3. Sodyum Hidroksit

Flotasyon deneylerinde pH ayarlama amaçlı NaOH kullanılmıştır.

3.1.1.4. R801, R825, DER NA7, A4, Custamin 9024, Flotinor SM15

Cytec firması tarafından üretilen sülfonat tipi R801, R825 ve Derboteks firması tarafından üretilen yağ asidi bazlı DER NA7 flotasyon deneylerinde kalsiyumlu minerallerin uzaklaştırılmasında toplayıcı olarak kullanılmıştır. Arrmaz firmasından Custamine 9024 ve Derboteks firmasından A4 reaktifleri flotasyon deneylerinde mika minerallerinin uzaklaştırılması amacıyla toplayıcı olarak kullanılmışlardır. Clariant firması tarafından üretilen Flotinor SM15 anyonik toplayıcı olarak flotasyon deneylerinde demirli minerallerin ayrılması amacıyla kullanılmıştır. Flotasyon deneylerinde kullanılan toplayıcılar saf su ile ağırlıkça %1'lik çözeltiler halinde hazırlanıp kullanılmıştır. DER NA7 suda çözünmesi zor olduğundan dolayı ağırlıkça damlalar halinde flotasyon hücresine direk olarak beslenmiştir. Flotasyon deneyleri şebeke suyu kullanılarak yapılmıştır.

3.1.2. Deneylerde Kullanılan Cihazlar

3.1.2.1. Çeneli Kırıcı

Ocaktan gelen tüvanan nefelinli siyenit cevheri manyetik ayırma işlemleri için uygun boyuta getirebilmek için boğaz açıklığı ayarlanabilen MERTEST marka laboratuvar tipi çeneli kırıcı kullanılarak boyutu kademeli olarak küçültülmüştür. Kırma işlemlerinde kullanılan çeneli kırıcı Şekil 3.2'de görülmektedir.



Şekil 3.2. Laboratuvar tipi çeneli kırıcı

3.1.2.2. TYLER Elek Serisi

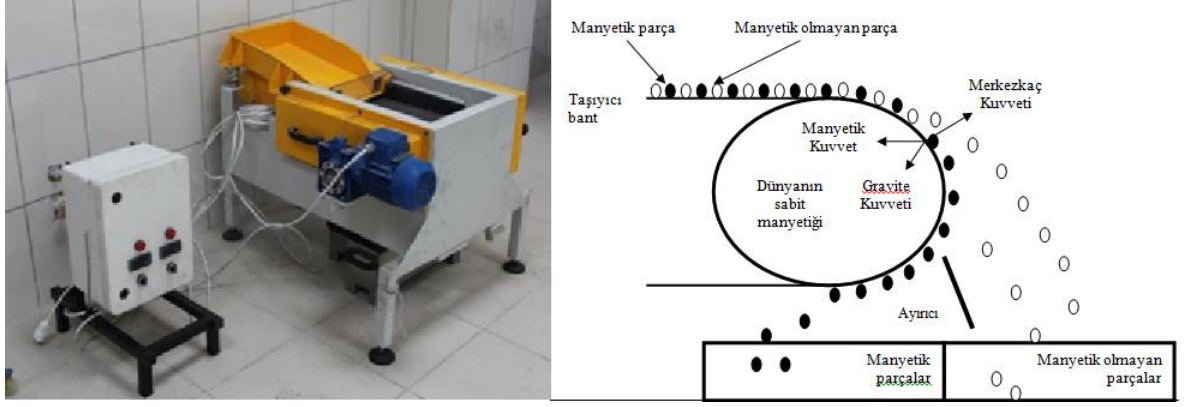
Kırma ve öğütme işlemi uygulanan malzemelerin zenginleştirme işlemine uygun tane boyut grubuna getirilmesi için TYLER elek serisi kullanılmıştır. Şekil 3.3'te deneylerde kullanılan elek serisi görülmektedir.



Şekil 3.3. Eleme işlemlerinde kullanılan Tyler elek serisi

3.1.2.3. Kuru Manyetik Ayırıcı

Kuru manyetik ayırma deneyleri için manyetik alan şiddeti sabit 18000 Gauss'luk rulolu ve bantlı REMS tipi yüksek alan şiddetli kuru manyetik ayırıcı kullanılmıştır. Manyetik ayırıcıya beslenen cevher öncelikle titreşimli bir besleyiciye beslenmektedir. Bu şekilde cevher tanelerinin bant üzerine düzgün şekilde yayılması sağlanmış olur. Cevher manyetik tamburun üzerinden geçerken ayırmaya etki eden kuvvetlerin etkisi altında hareket etmeye başlar ve manyetik ürün tambura yapışarak hareket ederken manyetik olmayan ürün parabolik bir hareket yaparak manyetik alandan çıkar. Aynı zamanda manyetik ayırıcının bıçağı ayarlanarak ayırma daha etkin bir hale getirilir. Manyetik ayırıcı 13 mm'den 0,075 mm'ye kadar etkin bir ayırma için kullanılabilir. Ayırıcının hammadde besleme hızı, bant hızı ve bıçak açısı gibi parametreleri değiştirilebilmektedir. Deneylerde kullanılan manyetik ayırıcı ve cihazın çalışma prensibi Şekil 3.4'te görülmektedir (Horasan, 2010).



Şekil 3.4. Yüksek alan şiddetli bantlı kuru manyetik ayırıcı ve cihazın çalışma prensibi

3.1.2.4. Seramik Bilyalı Değirmen

Nefelinli siyemit hammaddesinin flotasyona uygun ince tane boyutuna getirmek için laboratuvar tipi seramik bilyalı değirmen kullanılmıştır. Öğütme işlemlerinde kullanılan değirmen Şekil 3.5’te görülmektedir.



Şekil 3.5. Seramik bilyalı değirmen

3.1.2.5. Isıtıcı Manyetik Karıştırıcı

Flotasyon deneyleri için reaktif çözeltileri hazırlamak amacıyla Scilogex marka manyetik karıştırıcı kullanılmıştır. Şekil 3.6’da deneylerde kullanılan ısıtıcı manyetik karıştırıcı verilmiştir.



Şekil 3.6. Isıticılı manyetik karıştırıcı

3.1.2.6. Flotasyon Cihazı

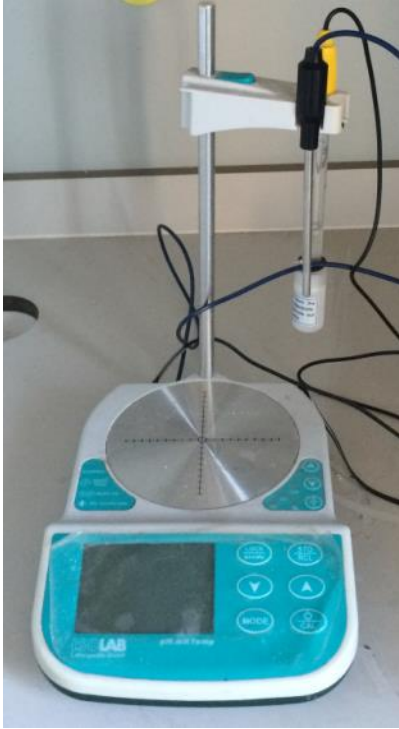
Flotasyon ile zenginleştirme deneylerinde tabanı dökme demirden; destek kolunu ve kolu, sürüş muhafazası dökme alüminyumdan imal edilmiş, DENVER D-12 Modeli benzeri tasarımlı ve pervane hızı 700-2600 devir/dk arasında kademesiz olarak ayarlanabilen Ünal marka cihazla çalışılmıştır. Deneylerde kullanılan flotasyon cihazı Şekil 3.7’de görülmektedir.



Şekil 3.7. Flotasyon cihazı

3.1.2.7. pH Metre

Flotasyon deneylerinde ortamın pH'ını deęiřtirmek iin kullanılan asit ve bazlarla ayarlama iřlemi Isolab Laborgerate GmbH marka pH metre yardımı ile yapılmıřtır. řekil 3.8'de deneylerde kullanılan pH metre grlmektedir.



řekil 3.8. pH metre

3.1.2.8. Hassas Terazı

Btn deneylerdeki miktar lmlerinde ve Radwag marka hassas terazi kullanılmıřtır. řekil 3.9'da tartımlarda kullanılan hassas terazi verilmiřtir.



řekil 3.9. Hassas terazi

3.1.2.9. Etüv

Yapılan çalışmada sulu öğütme ve flotasyon deneylerinden sonra filtrasyon işlemi yapılan numunelerin kurutulması için Nüve marka FN 055 model etüv kullanılmıştır. Kurutma işlemlerinde kullanılan etüv Şekil 3.10’da verilmiştir.



Şekil 3.10. Etüv

3.1.2.10. X-Ray Spektrofotometre (XRF) Cihazı

Zenginleştirme çalışmalarına beslenen ve elde edilen ürünlerin kimyasal analizleri Kale Seramik ARGE merkezinde bulunan PANALYTICAL Marka AXIOS MAX modeli X-Ray Spektrofotometre cihazı (XRF) ile yapılmıştır (Şekil 3.11).



Şekil 3.11. X-ray Spektrometre cihazı (XRF)

3.1.2.11. X-Ray Difraktometre (XRD) Cihazı

Zenginleştirme çalışmalarına beslenen ve elde edilen ürünlerin mineralojik analizlerinde Kale Seramik ARGE merkezinde bulunan PANALYTICAL Marka X'PERT PRO MPD Difraktometre kullanılmıştır (Şekil 3.12).



Şekil 3.12. X-Ray Difraktometre cihazı (XRD)

3.1.2.12. El Presi

Zenginleştirme işlemleri öncesi ve sonrası elde edilen ürünlerin sinterleme davranışlarının testi için 5x10 cm ve 5x5 cm boyutundaki tabletler Kale Seramik ARGE merkezinde bulunan Nannetti marka Mignon model laboratuvar tipi el presinde 360 kg/cm² spesifik basınçta preslenmiştir (Şekil 3.13).



Şekil 3.13. Nannetti el presi

3.1.2.13. Yüzey Pürüzlülük Cihazı

Yüzey pürüzlülüğü ölçümlerinde Mitutoyo marka Surftest-SJ-210 model portatif yüzey pürüzlülük cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.14).



Şekil 3.14. Mitutoyo Surftest SJ 210 yüzey pürüzlülüğü ölçüm cihazı

3.1.2.14. Optik Mikroskop

Sinterlenmiş numunelerinin yakınlaştırılmış yüzey görüntüleri dijital kamera bağlantılı Dino-Lite marka optik mikroskopla ölçülmüştür. Yüzey görüntüleri bilgisayar ortamına Dino Capture 2.0 programıyla işlenmiş ve incelenmiştir. Numuneleri 46 kat büyütülerek görüntü alınmıştır.



Şekil 3.15. Dino Lite optik mikroskop

3.2. Yöntem

3.2.1. Kırma ve Eleme İşlemi

Tüvenan cevher kademeli olarak çeneli kırıcı ile boyutu -10 mm'ye indirildikten sonra numune azaltma (konileme-dörtleme) yöntemi ile manyetik zenginleştirme deneyleri için gerekli numune alınmıştır. Ardından, cevher çeneli kırıcının boğaz açıklığı 2 mm'ye ayarlanması ile tüm cevherin 2 mm altına geçmesi sağlanmıştır. -2 mm cevher kuru manyetik zenginleştirme işlemleri öncesi manyetik ayırıcının ayırma veriminin artırılması amacı ile $2+1$, $-1+0,425$, $-0,425+0,250$ ve $-0,250+0,150$ mm tane boyutlarına gruplandırılmıştır.

3.2.2. Eleme İşlemi

Kuru manyetik ayırma deneylerine beslenecek malzemelerin $-2+1$, $-1+0,425$, $-0,425+0,250$ ve $-0,250+0,150$ mm tane boyutlarına gruplandırılması amacıyla kuru eleme işlemleri yapılmıştır.

Flotasyon işlemi ince tane boyutlarında yapılan bir işlem olduğundan kalsiyumlu minerallerin ayrılması amacıyla flotasyon işleminde kullanılacak hammaddenin tane boyutu kuru eleme yöntemiyle $-150+38$ μm ve yaş eleme yöntemiyle $-212+38$ μm boyutlarına getirilmiştir. -10 mm boyutlu cevherin kuru elek analizi Çizelge 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.2. -10 mm boyutlu cevherin elek analizi

Boyut Grubu (mm)	% Miktar
-10+2	90,7
-2+1	2,8
-1+0,425	2,5
-0,425+0,250	1,3
-0,250+0,150	0,8
-0,150	1,9

3.2.3. Öğütme İşlemi

Manyetik zenginleştirme işlemleri ile belli bir orana kadar cevherin içerdiği manyetik safsızlıklar uzaklaştırılmıştır. Fakat manyetik zenginleştirme ile uzaklaştırılamayan manyetik mineraller ve cevherin içerdiği diğer manyetik olmayan

safsızlıkların uzaklaştırılması için flotasyon deneyleri öncesi cevher tane serbestleşmesi amacı ile öğütme işlemine tabii tutulmuştur. Manyetik olmayan -2+0,150 mm malzeme laboratuvar tipi 31 cm iç boy, 18,6 cm iç çapında öğütücü ortam olarak alümina bilyelerin kullanıldığı değirmende 40 dk süresince öğütülerek -212 μ m boyutuna indirilmiştir. Flotasyon deneylerinde -212 μ m malzeme şlamın negatif etkisinden kurtulmak maksadıyla 38 μ m'den elenerek atılmıştır. Flotasyon deneyleri -212+38 μ m tane boyut aralığında yapılmıştır. Değirmene beslenen bilya boyut dağılımı Çizelge 3.3'te verilmiştir.

Çizelge 3.3. Değirmene beslenen bilya boyut dağılım ve miktarları

Bilya Boyutu (mm)	Ağırlıkça Miktar (gr)	Ağırlıkça Oran (%)
75	1593	36,7
60	1089	25,1
40	634	14,6
20	1030	23,6
Toplam	4346	100

3.2.4. Kuru Manyetik Ayırma Deneyleri

Kuru manyetik ayırma deneylerinde besleme tane boyutuna bağlı olarak cihazın bant devir hızı, besleme hızı, bıçak açısı gibi parametrelerin cevherin manyetik zenginleştirilebilirliğine olan etkisi araştırılmıştır. Bant devir hızı 40, 80, 120, 160 devir/dk, besleme hızları 6,5 – 11,5 g/sn, bıçak açısı 30 – 110° olarak belirlenmiştir. Kuru manyetik ayırma deneylerinde -10 mm altına kırılan cevher 2 mm'lik elekten elenmiş ve elek altına geçen kısım -2+1, -1+0,425, -0,425+0,250, -0,250+0,150 mm boyut aralıklarında sınıflandırılmış ve manyetik ayırıcıya beslenmiştir. -10+2 mm'lik elek üstü kısım 2 mm altına kırılarak cevher tekrar -2+1, -1+0,425, -0,425+0,250, -0,250+0,150 mm boyutlarına sınıflandırılıp manyetik ayırıcıdan geçirilmiştir. Burada -10 mm cevherin iki farklı şekilde boyutlandırılarak manyetik ayırıcıdan geçirilmesinin nedeni -10 mm cevher direk 2 mm'lik elekten elendiğinde 2 mm üstü malzeme ile 2 mm altı malzemede belirgin bir renk farkı olmasıdır. Manyetik zenginleştirme deneylerine beslenen her bir boyutun kimyasal analiz sonuçları Çizelge 3.4 ve Çizelge 3.5'te görüldüğü gibidir.

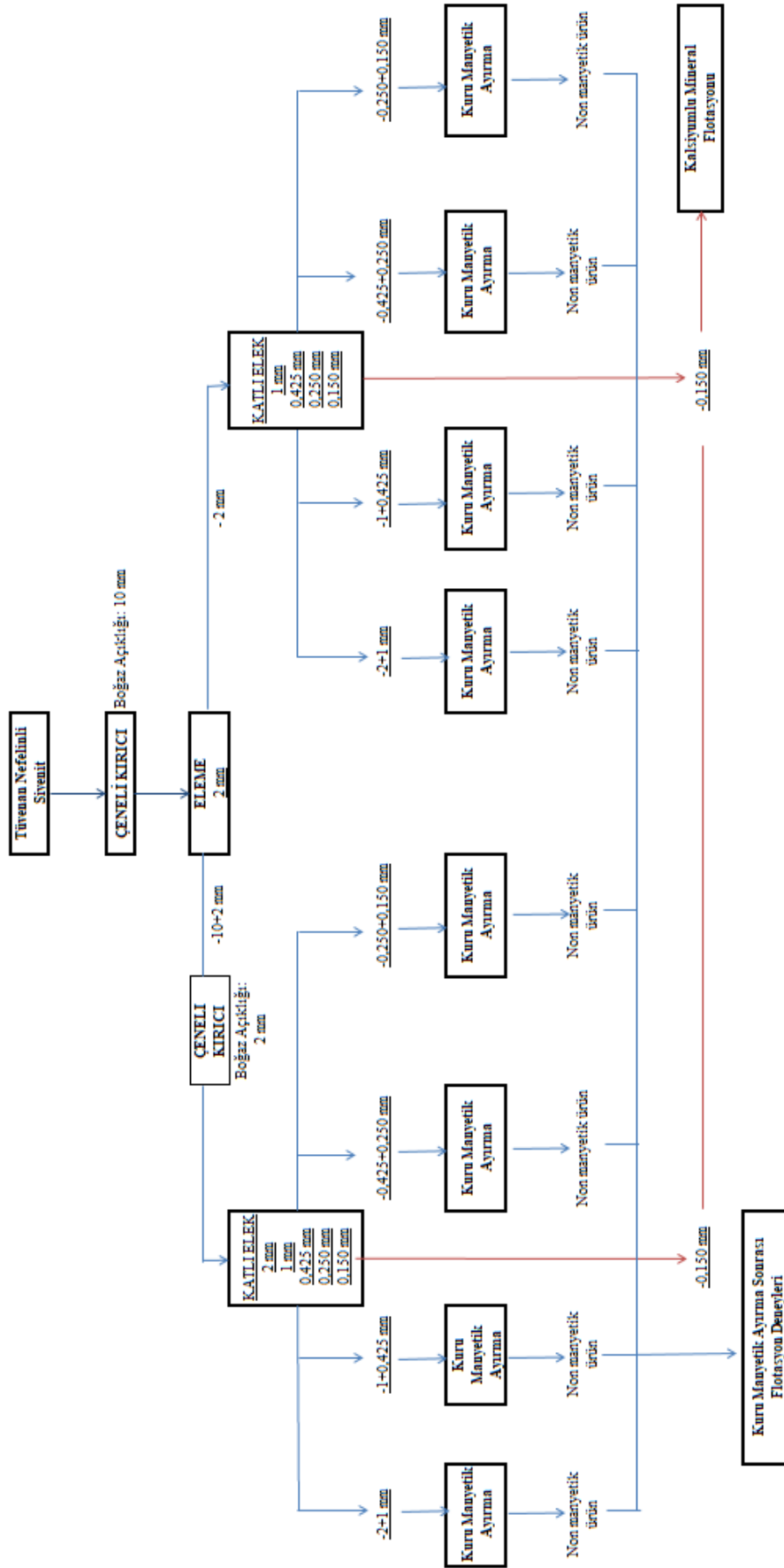
Çizelge 3.4. Çeneli kırıcı sonrası elde edilen -10+2 mm cevherin -2 mm'ye kırılıp boyutlandırılması sonrası elde edilen ürünlerin kimyasal analiz sonuçları

Boyut (mm)	Miktar %	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
-2+1	49,3	1,7	62,1	21,3	0,3	0,7	1,0	0,2	4,3	8,2
-1+0,425	29,5	1,9	62,2	21,2	0,3	0,8	1,2	0,2	4,3	7,6
-0,425+0,250	13,8	2,7	60,2	21,8	0,3	1,1	1,9	0,4	4,3	7,1
-0,250+0,150	7,4	3,2	59,1	22,2	0,3	1,3	2,4	0,4	4,3	6,5

Çizelge 3.5. Çeneli kırıcı sonrası elde edilen -10 mm cevherin -2 mm'den elenerek boyutlandırılması sonrası elde edilen ürünlerin kimyasal analiz sonuçları

Boyut (mm)	Miktar %	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
-2+1	38,7	2,1	61,4	21,4	0,3	1,0	1,4	0,3	4,2	7,6
-1+0,425	33,1	3,0	60,4	20,9	0,3	1,3	2,1	0,4	3,8	7,4
-0,425+0,250	16,9	3,7	58,0	22,0	0,3	1,8	2,7	0,5	3,7	6,8
-0,250+0,150	11,3	4,9	56,2	22,9	0,4	2,1	3,0	0,6	3,5	6,1

Ocaktan gelen tüvenan cevherin -10 mm altına kırılıp elenerek elde edilen -2 mm ve -10+2 mm malzemelerin manyetik zenginleştirme deneyleri Şekil 3.16'da verilen akım şemasına uygun olarak yapılmıştır.



Şekil 3.16. Kuru manyetik ayırma deneyleri akım şeması

3.2.5. Flotasyon Deneyleri

Flotasyon deneyleri manyetik ayırma sonrası elde edilen manyetik olmayan ürünlerde mevcut olan kalsiyum, mika ve demir içeren mineralleri uzaklaştırarak seramik kalite ürün üretmek amaçlı yapılmıştır.

3.2.5.1. Kalsiyum İçeren Mineralleri Uzaklaştırma Amaçlı Flotasyon Deneyleri

Çizelge 3.3 ve Çizelge 3.4'te manyetik zenginleştirmeye beslenen ürünlerin kimyasal analizlerine bakıldığında CaO içeriğinin boyut incelidikçe arttığı gözlenmektedir. Aynı şekilde bu ürünlerle yapılan ön flotasyon çalışmalarında ortam pH'sının asidik ortama çekilmesi için aşırı miktarda asit sarfiyatının olması, ortamda asit varlığı ile çözünerek ortam pH'sını artıran minerallerin varlığını bize göstermiştir. Bir diğer önemli husus ta cevherde önemli miktarda var olan karbonatlı minerallerin uzaklaştırılmadığı takdirde, yer karosu seramiklerinde pişme sırasında gaz çıkışı nedeniyle yüzey ve ebat hatalarına sebep olarak hatalı malzeme oluşmasına dolayısıyla da ürün kayıplarına neden olacağıdır. Bu veriler ışığında öncelikle cevherden ortam pH'sının ayarlanmasında zorluklara neden olan minerallerin uzaklaştırılması amacıyla manyetik zenginleştirme deneylerine beslenmeyen Şekil 3.14'teki akım şemasına göre elde edilen -150 µm malzeme kalsitli minerallerin uzaklaştırılması amacıyla CaO içeriği fazla olduğundan -38 mikrondan elenerek kullanılmıştır. Çizelge 3.6'da flotasyon deneylerinde kullanılan malzemenin kimyasal analizi verilmiştir.

Çizelge 3.6. Kalsiyumlu minerallerin uzaklaştırılması amacıyla flotasyon deneylerine beslenen -150+38 µm ve -38 µm boyutlu şlamin kimyasal analizi ve miktarları

Boyut (µm)	% Miktar	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
-150+38	66,7	4,2	57,3	22,7	0,5	1,5	3,1	0,5	4,6	5,4
-38	33,3	6,3	55,6	21,5	0,4	3,6	3,8	1,3	3,1	4,0

Flotasyon deneyleri asidik, doğal ve bazik pH'larda yapılmıştır. Ortam pH'larını ayarlamak için analitik kalite H₂SO₄ ve NaOH kullanılmıştır. Deneylerde kalsitli minerallerin uzaklaştırılmasında toplayıcı olarak sülfonat türü R801 ve R825 ve yağ asidi olarak DER NA7 kullanılmıştır. Asit ve bazla ortam pH'sının ayarlanması, 1 Molarlık stok çözeltilerinden flotasyon hücresine damla damla eklenerek yapılmıştır. R801 ve R825'le hazırlanan %1'lik stok çözeltilerinden hesapla bulunan hacimce miktarlarda toplayıcı ilavesiyle fakat DER NA7 ise suda çözünmediğinden stok çözelti hazırlamadan direk olarak damla damla ilave edilmiştir. Deneyler %15 PKO'da yapılmıştır. Tüm flotasyon işlemleri boyunca pervane

(impeller) hızı 1100 devir/dk olarak sabit alınmıştır. Deneylerde %15 katı oranında hazırlanan pülp öncelikle katı sıvı arasında iyon alış verişinin gerçekleşmesi amacıyla hücre içerisinde 5 dakika karıştırılmıştır. Ardından ortam pH'sı asit ve baz kullanılarak istenilen pH'ya gelene kadar ilave edilerek ayarlanmıştır. pH ayarlandıktan sonra toplayıcı ilave edilerek 3 dk kondisyonlama süresi verilmiştir. Kondisyonlama sonrası 2 dk süre ile köpük alınmıştır. Kalsiyumlu mineralleri ayırma amacıyla yapılan flotasyon deneylerinde kullanılan reaktif türü, miktarı, pH seviyeleri ve deney şartları Çizelge 3.7'de verilmiştir.

Çizelge 3.7. Kalsiyumlu minerallerin ayırımı amacıyla yapılan flotasyon deney şartları

Beslenen: -150+38 µm boyutlu malzeme	
Asidik pH: 4,5 (H ₂ SO ₄ ile); Doğal pH: 7,9; Bazik pH: 9,5 (NaOH ile)	
Pülp karıştırma süresi: 5 dk, %15 PKO	
Toplayıcı ile kondisyonlama süresi: 3 dk	
Toplayıcı türleri: R801, R825, DER NA7	
Toplayıcı miktarları (g/t)	Asidik pH için 1000, 2000
	Doğal pH için 500, 1000, 1500, 2000
	Bazik pH için 500, 1000, 1500, 2000
Köpük alma süresi: 2 dk	

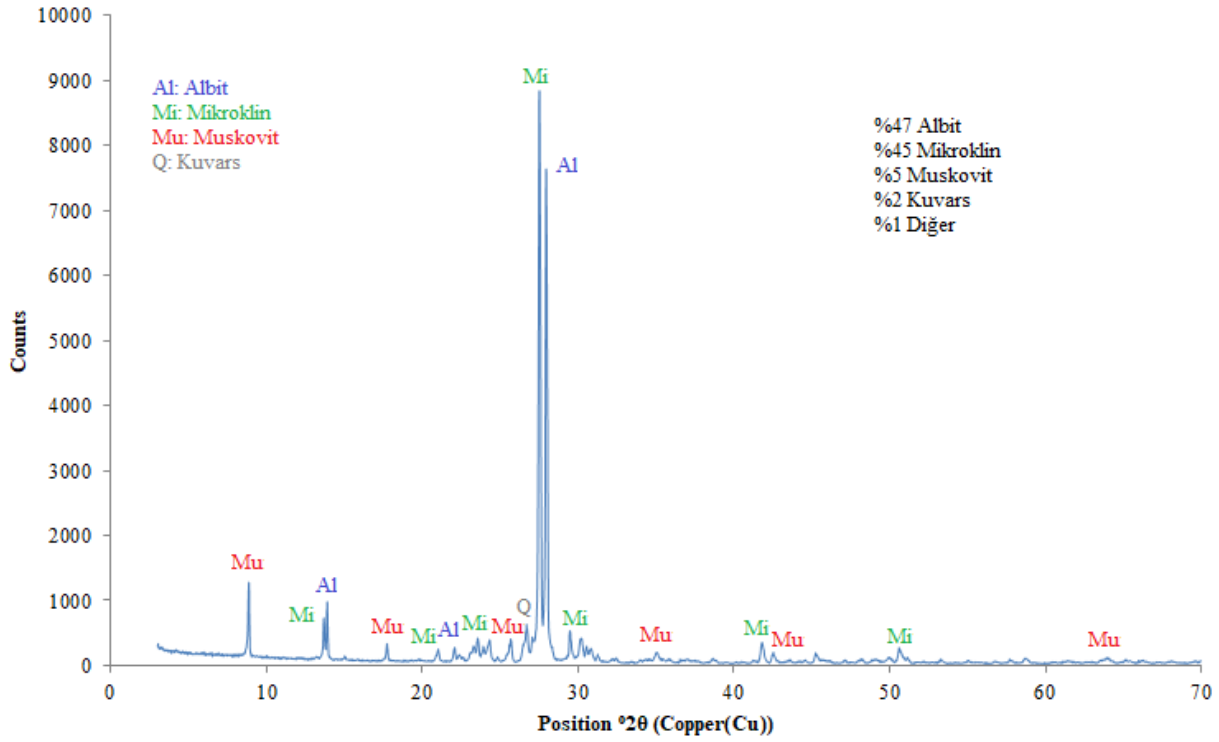
3.2.5.2. Manyetik Zenginleştirme Sonrası Elde Edilen Ürünlerin Flotasyon Deneyleri

Bu aşamada manyetik zenginleştirme sonrası demirli minerallerin uzaklaştırılması sonrası elde edilen non-manyetik ürünlerden seramik kalite feldspat üretimine yönelik olarak flotasyon deneyleri yapılmıştır. Bu deneylerde manyetik zenginleştirme konsantrelerinin (non-manyetik ürünler) birleştirilmesi ile elde edilen (-2+0,150 mm) malzeme flotasyon beslemesi olarak kullanılmıştır (Çizelge 3.8).

Çizelge 3.8. Manyetik zenginleştirme sonrası flotasyon deneylerine beslenen -212+38 µm ve -38 µm boyutlu şlam malzemelerin miktar ve kimyasal analizleri

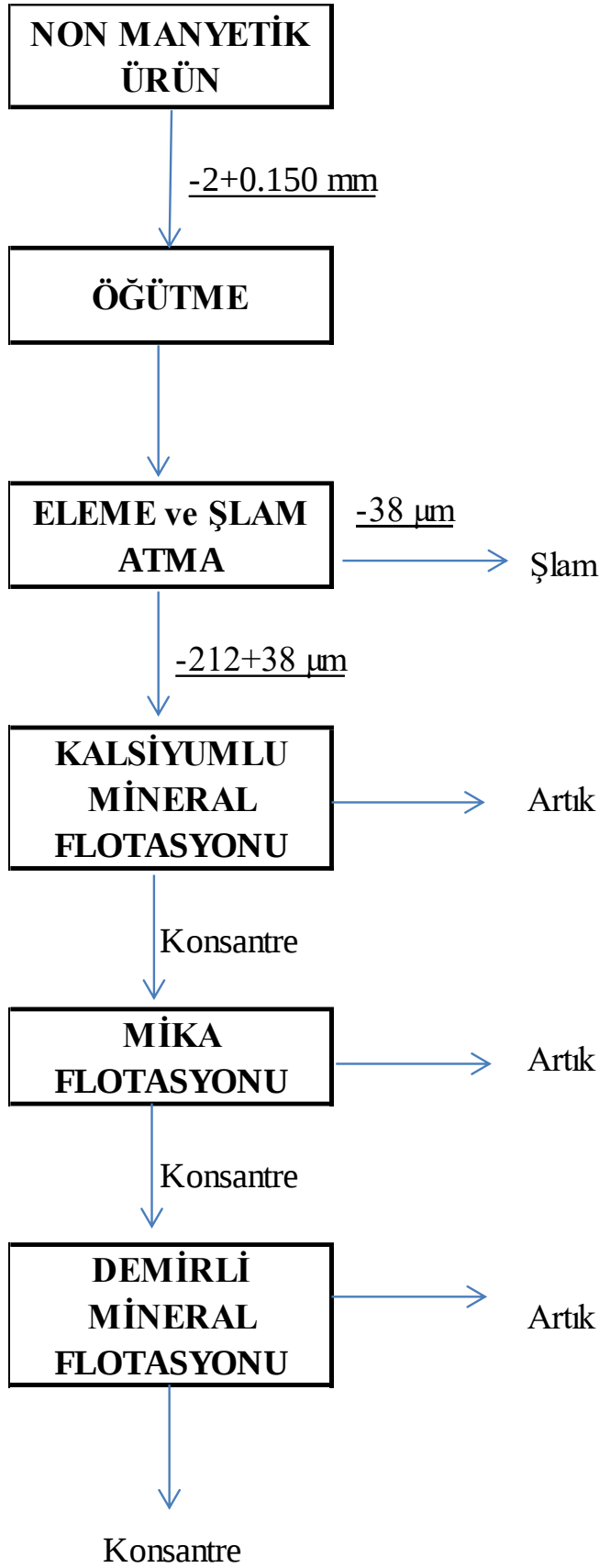
Boyut µm	Miktar %	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
-212+38	63	1,07	63,39	20,75	0,17	0,26	0,63	0,11	4,67	8,74
-38	37	2,13	62,29	20,09	0,2	0,74	1,77	0,33	5,08	7,07

Aynı aşamadaki flotasyon deneylerine beslenen -212+38 µm boyutlu malzemenin kantitatif mineralojik analizi Şekil 3.17'de görülmektedir.



Şekil 3.17. Manyetik zenginleştirme sonrası flotasyon deneylerine beslenen -212+38 µm boyutlu malzeme kantitatif mineralojik analizi

Flotasyon deneyleri öncesi -2+0,150 mm malzeme seramik bilyalı değirmende öğütülerek boyutu 212 µm altına indirilmiştir. Flotasyon deneyleri öncesi şlamın negatif etkisinden kurtulmak amacıyla -212 µm malzeme 38 µm'den elenerek -38 µm'lik boyut şlam olarak atılıp, -212+38 µm boyutu flotasyon beslemesi olarak kullanılmıştır. Seramik kalite feldspat üretimine yönelik beslenen malzemedeki safsızlıkların uzaklaştırılması için flotasyon deneyleri kademeli olarak yapılmıştır. İlk kademe olarak cevherin içerdiği kalsiyumlu minerallerin uzaklaştırılmasına yönelik olarak doğal pH'da Bölüm 3.2.5.1'de elde edilen optimum şartlarda flotasyon deneyleri yapılmış ve kalsiyumlu mineraller yüzdürülmüştür. Ardından birinci kademe batan ürünle pH 3-3,5 arasında mika minerallerinin uzaklaştırılması amacıyla Custamine 9024 ve A4 türü amin tipi katyonik toplayıcılarla flotasyona devam edilerek mika mineralleri yüzdürülmüştür. Daha sonra mika flotasyonu batanıyla asidik pH 3-3,5 arası demirli minerallerin uzaklaştırılması amacıyla Flotinor SM15 ile demir uzaklaştırmaya yönelik flotasyon deneyleri yapılmıştır. Deneyler Şekil 3.18'de verilen akım şemasına göre ve Çizelge 3.9'daki deney şartlarında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.18. Kuru manyetik zenginleştirme sonrası uygulanan aşamalı flotasyon deneyleri akım şeması

Çizelge 3.9. Kuru manyetik zenginleştirme sonrası non manyetik ürüne uygulanan aşamalı flotasyon deney koşulları

1. AŞAMA	Beslenen: Kuru manyetik ayırma sonrası 2+1, -1+0,425, -0,425+0,250, -0,250+0,150 mm boyut gruplarının manyetik olmayan ürünlerinin öğütülerek -212+38 µm boyuta getirilmiş hali
	Doğal pH: 7,9
	Süspansiyon karıştırma süresi: 5 dk, %15 PKO
	Toplayıcı reaktif türü – miktarı: DER NA7 – 500 g/t
	Toplayıcı reaktif kondisyonlama süresi: 3 dk
	Köpük alma süresi: 2 dk
2. AŞAMA	Beslenen: 1. aşama flotasyon deneyi sonucu elde edilen batan
	Asidik pH: 3,5; pH ayarlayıcı: H ₂ SO ₄
	Süspansiyon karıştırma süresi: 5 dk, %15 PKO
	Toplayıcı reaktif kondisyonlama süresi: 3 dk
	Toplayıcı reaktif türleri: Custamin 9024 ve A4
	Toplayıcı reaktif miktarları: 100, 200, 300, 500, 1000, 1500 g/t
3. AŞAMA	Köpük alma süresi: 2 dk
	Beslenen: 2. aşama flotasyon deneyi sonucu elde edilen batan
	Asidik pH: 3,5; pH ayarlayıcı: H ₂ SO ₄
	Süspansiyon karıştırma süresi: 5 dk, %15 PKO
	Toplayıcı reaktif kondisyonlama süresi: 3 dk
	Toplayıcı reaktif türü: Flotinor SM15
M A	Toplayıcı reaktif miktarları: 100, 200, 300 g/t
	Köpük alma süresi: 2 dk

3.2.6. Sinterleme Testleri

Çalışmalarda malzeme değişiminin sinterleme üzerine etkilerinin incelenmesi amacıyla tüvenan cevher -2 mm boyutuna kırılarak kuru manyetik ayırma deneyleri sonrası birleştirilmiş, -2+0,150 mm boyutlu manyetik olmayan ürün, kuru manyetik ayırma sonrası -2+0,150 mm boyutlu manyetik olmayan ürün değirmende öğütülerek -212+38 µm boyutundaki ikinci kısım flotasyon deneylerine beslenen ürün, ikinci kısım flotasyon deneylerinde kalsit ayırımı yapılmış birinci aşama batan, kalsit ve mika mineralleri ayırımı yapılmış ikinci aşama batan ve kalsiyumlu, mika, demirli minerallerin ayırımı yapılmış üçüncü aşama batan toplam 6 ürün alınarak yer karosu pişirim şartlarında sırlı ve sırsız olacak şekilde sinterlenmiştir. Pişme davranışları için 300 gram katı numune, %0,45 cam suyu ve %0,16 STPP ile elek üstü malzeme miktarı 63 µm için maksimum %2 olacak şekilde hazırlanan çamur 150 µm'lik elekten geçirilip etüvde 105°C'de kurutulmuştur. Kurutulan çamur agatta öğütülmüş, %6 rutubetlendirilerek 360 kg/cm² sıkıştırma basıncında 5x5 cm'lik dairesel ve

5x10 cm'lik dikdörtgen şekilli tabletler basılmıştır. Hazırlanan tabletler yine etüvde 105°C'de kurutulduktan sonra yer karosu şartlarında pişirilmiştir. Pişirme sonrası tabletler küçülme, su emme ve renk değerleri olacak şekilde sinterleme özellikleri açısından incelenmiştir. Küçülme ölçümü tabletlerin pişirme öncesi ve sonrası kumpasla ölçülerek aradaki farkın ilk ölçüme göre % değeri şeklinde verilmiştir. Küçülme değeri TSE EN 10545-2 standardına uygun şekilde yapılmıştır. Su emme testi TSE EN 10545-3 standardına uygun olarak yapılmıştır. Renk ölçümleri ise TSE EN 10545-16 standardına uygun olacak şekilde yapılmıştır.

3.2.7. Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümü

Çalışmanın bu bölümünde sinterlenmiş numunelerinin yüzey pürüzlülüğü ölçülerek yüzey düzgünlüğüyle ilgili bilgi edinilmeye çalışılmıştır. Bu amaçla sinterleme sonrası numunelere Mitutoyo Surftest SJ 210 portatif yüzey pürüzlülük cihazı ölçümler yapılmıştır. Cihaz ölçümler öncesinde standart kalibrasyon bloğu kullanılarak kalibre edilmiştir. Pürüzlülük tanım olarak işleyici bir takımın, yüzeyin bir ucundan diğer ucuna gitmesiyle oluşan pek çok çizikli, düzensiz kısa dalga boyu uzunluklarıdır. Cihaz ile yüzey pürüzlülüğü ölçümünde cihaza bağlı bir kalem uç yüzey boyunca ilerlemekte ve çıktıları parametre olarak ekranda okunmaktadır. Yüzey pürüzlülüğünün değerlendirilmesinde birçok parametre kullanılmaktadır. Bu çalışmada yüzey pürüzlülüğünün değerlendirilmesinde Ra, Rz ve Rt parametreleri kullanılmıştır. Bu parametreleri tanımlamak gerekirse Ra bir örnekleme boyu üzerindeki ortalama çizgisinin altında ve üstünde kalan mutlak düzensiz pürüzlülüklerin aritmetik ortalamasıdır. Rz parametresini ISO sistemi profil değerlendirme boyunca en yüksek beş tepe ve en düşük beş çukurun ortalamasının yükseklik farkı olarak tanımlar. Rt tüm ölçüm uzunluğu için maksimum yükseklik ile maksimum derinliğin toplamıdır. Örneklem boyu olarak 4 mm, ölçüm mesafesi olarak 0,8 mm seçilerek 5 tepe ve 5 çukura göre değerlendirme yapılmıştır. Yüzey pürüzlülüğü ölçümünde bu parametreler her numune için 5 defa ölçülmüş ve bunların aritmetik ortalamaları alınarak değerlendirilmiştir. Pürüzlülük ölçümleri ISO 1997'ye göre yapılmıştır.

BÖLÜM 4

ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

4.1. Yüksek Alan Şiddetli Kuru Manyetik Ayırma Deneyleri

Seramik sektöründe kullanılan hammaddelerde, seramiğin rengini ve yüzey kalitesini olumsuz etkileyen en önemli safsızlıklar demir ve titan içeriğidir. Hammaddelerden demir ve titan uzaklaştırılması fiziksel, fiziko-kimyasal veya kimyasal yöntemlerle yapılmaktadır. Hammaddelerin içerdiği bu safsızlıklara neden olan minerallerin uzaklaştırılmasında endüstride yaygın olarak yüksek alan şiddetli kuru ve yaş manyetik ayırıcılar sırasıyla iri ve ince boyutlarda kullanılmaktadır. Manyetik ayırma ile uzaklaştırılması mümkün olmayan cevherlerden demir ve titan minerallerinin uzaklaştırılmasında günümüzde yaygın olarak kullanılan bir diğer metot ise flotasyon yöntemidir. Seramik sektöründeki bünye reçetelerinde feldspatlar ergitici amaçlı olarak kullanılmaktadır. Bu tez kapsamında, seramik reçetelerinde ergitici anlamında feldspat hammaddesi olarak Kırşehir nefelinli siyenitinin kullanımına yönelik araştırmalar yapılmıştır. Bu maksatla öncelikle nefelinli siyenit cevherinin içerdiği demir ve titan minerallerinin uzaklaştırılmasına yönelik olarak yüksek alan şiddetli kuru manyetik zenginleştirme deneyleri gerçekleştirilmiştir. Deneyler Yozgat Kaleseramik Masse Hazırlık tesisinden gelen tüvenan nefelinli siyenit 10 mm'ye çeneli kırıcıda kırılıp ardından -10+2 mm ve -2 mm boyut gruplarına sınıflandırılıp ardından bu boyutlarda manyetik ayırma verimini artırmak amacıyla daha dar boyut gruplarına sınıflandırılarak manyetik ayırıcıdan geçirilerek zenginleştirmeye tabi tutulmuştur. Deneyler Bölüm 3'teki Şekil 3.16'ya uygun olarak gerçekleştirilmiştir.

Şekil 3.16'dan görüldüğü üzere kuru tüvenan nefelinli siyenit cevheri yüksek alan şiddetli Permroll tipi zenginleştirme cihazına beslenerek manyetik (artık), ara ürün ve non-manyetik (konsantre) ürün olmak üzere üç farklı ürün alınmıştır. Yüksek alan şiddetli kuru manyetik ayırma deneylerinde farklı boyutlar için bıçak açısı ve hammadde besleme hızı gibi parametreler değiştirilerek deneyler yapılmıştır. Manyetik zenginleştirme öncesi (Şekil 3.1) ve sonrası (Şekil 4.1, Şekil 4.2) cevherin içerdiği minerallerin türlerindeki değişimi gözlemlemek amacıyla mineralojik analiz çalışmaları yapılmıştır. Aynı şekilde deneylere beslenen ve sonrası elde edilen her bir ürüne safsızlıkların cevherden uzaklaştırılıp uzaklaştırılmadığını takip etmek amacıyla kimyasal analiz yapılmıştır. Deneyler sonrası çalışmaları daha kolay takip etmek amaçlı, elde edilen tüm sonuçlardan yararlanarak metalürjik tablolar oluşturulmuştur.

Şekil 3.16 takip edildiğinde tüvenan cevher 10 mm altına kırıldıktan sonra iki farklı (-

10+2 mm ve -2 mm) boyut grubuna ayrılmıştır. Bu her iki boyut grubu arasında çıplak gözle bakıldığında belirgin bir renk farklılığının olduğu görüldüğünden bu iki boyut birleştirilmeden ayrı ayrı olarak manyetik ayırıcıdan geçirilmiştir.

4.1.1. -10+2 mm Boyutlu Cevherin Yüksek Alan Şiddetli Kuru Manyetik Ayırma Deneyleri

-10+2 mm cevher tane serbestleşmesini gerçekleştirmek için Şekil 3.16'daki akım şemasından da görüldüğü üzere boyutu 2 mm altına indirilip -2+1 mm, -1+0,425 mm, -0,425+0,250 mm, -0,250+0,150 mm ve -0,150 mm boyut gruplarına ayrılmıştır. -0,150 mm boyut grubu kuru manyetik ayırma için uygun bir boyut olmadığından bu boyut grubu hariç diğer tüm boyutlar manyetik ayırıcıya beslenmiştir. İnce boyutlarda taneler arası etkileşimler ve salkımlaşma nedeniyle kuru manyetik ayırmayla etkin bir ayırma yapılamamaktadır (Hacıfazlıoğlu, 2011). Manyetik ayırma deneylerinde her bir boyut için deneyler yapılmadan önce tanelerin bant üzerinde tek tek manyetik alana gireceği şekilde besleme miktarları ön testler öncesinde belirlenerek her bir boyut için sabit besleme miktarında cevher, farklı bant hızlarında (40, 80, 120, 160 devir/dk) ve farklı bıçak açılarından geçirilerek yüksek alan şiddetli kuru manyetik ayırıcıdan ürünler alınmıştır. Manyetik ayırıcıdan elde edilen ürünler manyetik (M), ara ürün (AÜ), konsantre (K) olmak üzere kodlanmış ve metalürjik denge tablolarında gösterilmiştir. Deneyler sonrası her bir boyut grubu için elde edilen ürünlerin miktarsal ve kimyasal analizleri Çizelge 4.1, 4.2, 4.3 ve 4.4'te görüldüğü gibidir.

Çizelge 4.1. -10+2 mm cevherden elde edilen -2+1 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri

Bant Devir Hızı (devir/dk)	Ürün	Besleme Hızı (g/s)	Bıçak Açısı (°)	Miktar (%)	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
BESLENEN					1,7	62,1	21,3	0,3	0,7	1,0	0,2	4,3	8,2
40	M	6,5	30	15,7	2,1	59,6	21,9	0,3	2,4	1,6	0,4	3,7	7,8
	AÜ		35	18,7	2,2	60,9	22,4	0,3	0,7	1,2	0,3	4,1	7,9
	K			65,6	1,4	63,5	20,5	0,1	0,4	1,0	0,2	4,5	8,3
80	M	9,5	30	9,9	2,3	59,2	21,3	0,3	2,9	1,8	0,4	3,7	7,6
	AÜ		40	18,8	2,5	59,4	23,5	0,3	0,9	1,4	0,3	3,9	7,8
	K			71,3	1,1	63,9	20,4	0,1	0,3	0,9	0,2	4,6	8,3
120	M	11	30	6,4	2,1	59,2	19,7	0,4	4,1	2,4	0,4	3,8	7,3
	AÜ		50	10,7	2,5	59,2	23,9	0,4	1,1	1,1	0,3	3,6	7,6
	K			82,9	1,6	62,8	21,1	0,2	0,4	0,8	0,2	4,4	8,3
160	M	11,5	30	3,5	2,4	58,7	18,5	0,7	5,7	2,7	0,4	4,0	6,2
	AÜ		100	6,7	2,5	59,0	23,2	0,3	1,7	1,6	0,4	3,4	7,8
	K			89,8	1,6	62,5	21,3	0,2	0,5	0,9	0,2	4,4	8,3

Çizelge 4.2. -10+2 mm cevherden elde edilen -1+0,425 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri

Bant Devir Hızı (devir/dk)	Ürün	Besleme Hızı (g/s)	Bıçak Açısı (°)	Miktar (%)	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
BESLENEN					1,9	62,2	21,2	0,3	0,8	1,2	0,2	4,3	7,6
40	M	6,5	30	18,0	2,8	57,8	22,6	0,3	2,8	1,9	0,4	3,4	7,7
	AÜ		35	43,9	2,4	61,9	21,2	0,3	0,5	1,2	0,2	4,5	7,7
	K			38,1	1,2	64,4	20,2	0,4	0,3	1,0	0,2	4,6	7,6
80	M	9,5	30	11,1	3,2	56,2	22,4	0,4	4,1	2,2	0,5	3,1	7,5
	AÜ		40	19,3	2,9	59,8	22,8	0,5	0,7	1,7	0,3	3,7	7,4
	K			69,6	1,5	63,8	20,6	0,1	0,4	1,0	0,2	4,6	7,7
120	M	11	30	6,2	3,4	55,8	21,1	0,6	5,8	2,3	0,5	3,0	6,9
	AÜ		50	10,7	3,3	57,6	24,0	0,3	1,3	1,9	0,4	3,3	7,9
	K			83,1	1,6	63,4	20,8	0,4	0,3	1,0	0,2	4,5	7,6
160	M	11,5	30	3,5	3,4	54,8	18,6	0,6	9,0	2,8	0,6	3,2	6,3
	AÜ		100	9,5	4,1	56,7	23,8	0,3	1,6	1,9	0,4	3,0	8,0
	K			87,0	1,6	63,1	21,1	0,4	0,4	1,1	0,2	4,4	7,6

Çizelge 4.3. -10+2 mm cevherden elde edilen -0,425+0,250 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri

Bant Devir Hızı (devir/dk)	Ürün	Besleme Hızı (g/s)	Bıçak Açısı (°)	Miktar (%)	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
BESLENEN					2,7	60,2	21,8	0,3	1,1	1,9	0,4	4,3	7,1
40	M	6,5	30	40,3	4,0	56,5	23,0	0,3	2,4	2,3	0,4	3,3	7,5
	AÜ		35	9,5	3,6	58,6	22,3	0,2	0,8	2,8	0,3	4,0	7,3
	K			50,2	1,7	64,2	20,4	0,4	0,3	1,6	0,2	4,9	6,2
80	M	9,5	30	20,8	4,4	53,9	23,9	0,4	3,6	2,8	0,5	2,5	7,5
	AÜ		40	9,8	4,3	55,8	24,3	0,3	1,2	2,6	0,4	3,1	7,8
	K			69,4	2,0	62,7	20,4	0,0	0,3	1,7	0,2	5,0	7,4
120	M	11	30	12,4	4,5	52,5	24,4	0,6	5,1	2,4	0,6	2,2	7,3
	AÜ		50	9,9	4,8	55,3	24,2	-0,3	0,9	2,6	1,5	3,0	7,3
	K			77,7	2,1	62,1	21,1	0,3	0,5	1,7	0,2	4,7	7,0
160	M	11,5	30	7,1	4,5	51,0	22,8	0,7	8,3	2,4	0,7	2,2	6,7
	AÜ		100	11,0	4,5	54,0	25,6	0,3	1,9	2,5	0,5	2,4	8,1
	K			81,9	2,4	61,9	21,3	0,3	0,4	1,8	0,2	4,6	7,0

Çizelge 4.4. -10+2 mm cevherden elde edilen -0,250+0,150 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri

Bant Devir Hızı (devir/dk)	Ürün	Besleme Hızı (g/s)	Bıçak Açısı (°)	Miktar (%)	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
BESLENEN					3,2	59,1	22,2	0,3	1,3	2,4	0,4	4,3	6,5
40	M	6,5	30	84,6	3,4	58,5	22,5	0,3	1,5	2,5	0,4	4,1	6,7
	AÜ		35	0,0					0,0				
	K			15,4	2,1	62,9	19,8	0,2	0,4	2,5	0,2	5,7	5,9
80	M	9,5	30	58,7	3,6	56,9	23,6	0,4	1,9	2,4	0,5	3,6	6,9
	AÜ		40	0,0					0,0				
	K			41,3	2,5	62,1	20,4	0,3	0,5	2,4	0,2	5,3	5,9
120	M	11	30	38,5	3,8	56,4	23,9	0,7	2,4	2,4	0,5	3,2	6,6
	AÜ		50	24,8	3,5	59,0	22,6	0,3	0,8	2,4	0,3	4,2	6,5
	K			36,7	2,3	62,2	20,4	0,2	0,5	2,4	0,2	5,4	6,1
160	M	11,5	30	21,2	4,4	53,1	25,2	0,4	4,1	2,1	0,6	2,4	7,3
	AÜ		100	23,8	3,7	57,8	23,5	0,3	1,1	2,4	0,4	3,7	7,0
	K			55,0	2,6	61,7	20,7	0,2	0,5	2,5	0,2	5,3	6,1

Çizelge 4.1, 4.2, 4.3 ve 4.4 incelendiğinde -10+2 mm malzemeden üretilen farklı boyutların yüksek alan şiddetli manyetik ayırmada zenginleştirilmesi sonrasında tüm boyutlarda elde edilen ürünlerde manyetik olmayan ürünlerin (konsantrelerin) Fe_2O_3 ve TiO_2 içeriklerinin önemli miktarda azaldığı görülmektedir. En iyi ayırma şartlarının her bir boyut için bant devir hızı artırıldığında elde edildiği görülmektedir. Bant devir hızı artırıldıkça daha temiz bir manyetik ürün elde edilmekte ve feldspat kaçağı da azalmaktadır. Bant hızı arttıkça feldspat kaçağındaki azalmayı manyetik ürünlerdeki Na_2O içeriğindeki azalmaya karşılık K_2O içeriklerindeki artış doğrulamaktadır. Şekil 4.1 ve 4.2’de manyetik ürüne ve konsantreye yapılan XRD sonuçlarından bu durum net bir şekilde görülmektedir. Şekiller incelendiğinde manyetik ürün yapısında demir ve titan yer alan mika türü minerallerin miktarındaki artışa karşılık konsantrede mika türü minerallerin azalması bu duruma bir kanıttır.

4.1.2. -2 mm Boyutlu Cevherin Yüksek Alan Şiddetli Kuru Manyetik Ayırma Deneyleri

Bu bölümde de tüvenan cevher -10 mm boyutuna kırıldıktan sonra -2 mm’ye elenmiştir. 2 mm altı cevher -2+1, -1+0,425, -0,425+0,250, -0,250+0,150 mm ve -0,150 mm boyutlarına ayrılarak -0,150 mm hariç manyetik ayırma deneylerine tabi tutulmuştur. Deneyler Bölüm 4.1.1’de anlatıldığı şekilde yapılmıştır. Deneyler sonrası her bir boyut grubu için elde edilen ürünlerin miktarsal ve kimyasal analizleri Çizelge 4.5, 4.6, 4.7 ve 4.8’de görüldüğü gibidir.

Çizelge 4.5. -2 mm cevherden elde edilen -2+1 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri

Bant Devir Hızı (devir/dk)	Ürün	Besleme Hızı (g/s)	Bıçak Açısı (°)	Miktar (%)	K.K.	SiO_2	Al_2O_3	TiO_2	Fe_2O_3	CaO	MgO	Na_2O	K_2O
BESLENEN					2,1	61,4	21,4	0,3	1,0	1,4	0,3	4,2	7,6
40	M	6,5	30	17,6	3,1	59,0	21,2	0,5	2,8	2,0	0,5	3,5	7,0
	AÜ		35	41,7	2,3	61,3	21,5	0,1	0,8	1,4	0,3	4,0	8,1
	K			40,7	1,7	62,4	21,5	0,2	0,4	1,2	0,2	4,4	7,8
80	M	9,5	30	11,5	2,9	58,0	21,3	0,5	3,4	2,2	0,5	4,2	6,8
	AÜ		40	18,0	3,1	58,7	23,3	0,3	1,1	1,9	0,4	3,6	7,4
	K			70,5	1,8	62,7	21,2	0,4	0,4	1,3	0,3	4,2	7,6
120	M	11	30	6,8	3,3	57,4	19,2	0,5	6,1	2,5	0,6	3,5	6,5
	AÜ		50	14,9	3,3	58,9	22,7	0,4	1,3	2,2	0,5	3,4	7,2
	K			78,3	1,8	62,4	20,9	0,3	0,5	1,3	0,3	4,6	7,8
160	M	11,5	30	4,3	2,9	56,8	18,6	0,6	7,4	2,6	0,6	3,5	6,3
	AÜ		100	11,3	3,1	59,3	22,0	0,4	1,8	1,9	0,5	3,5	7,4
	K			84,4	2,0	61,9	21,6	0,2	0,6	1,3	0,3	4,2	7,8

Çizelge 4.6. -2 mm cevherden elde edilen -1+0,425 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri

Bant Devir Hızı (devir/dk)	Ürün	Besleme Hızı (g/s)	Bıçak Açısı (°)	Miktar (%)	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
BESLENEN					3,0	60,4	20,9	0,3	1,3	2,1	0,4	3,8	7,4
40	M	6,5	30	32,4	3,5	57,1	22,0	0,3	3,0	2,6	0,6	3,1	7,3
	AÜ		35	18,8	3,0	59,7	21,9	0,2	1,0	2,2	0,4	3,7	7,7
	K			48,8	2,1	62,2	20,8	0,2	0,5	1,6	0,3	4,4	7,7
80	M	9,5	30	19,8	4,1	55,9	21,4	0,4	4,2	3,0	0,6	2,9	7,0
	AÜ		40	28,8	3,3	59,2	22,4	0,3	0,9	2,5	0,5	3,4	7,2
	K			51,4	2,3	62,1	20,4	0,2	0,5	1,9	0,3	4,4	7,6
120	M	11	30	10,4	3,8	54,7	20,8	0,6	6,9	2,8	0,7	2,7	6,4
	AÜ		50	23,6	4,1	57,3	22,9	0,2	1,4	2,5	0,5	3,1	7,7
	K			66,0	2,4	62,2	20,0	0,2	0,5	2,2	0,3	4,3	7,7
160	M	11,5	30	5,7	3,1	53,7	18,9	0,8	10,4	2,8	0,9	2,8	5,7
	AÜ		100	12,8	4,4	56,4	23,3	0,4	1,7	2,7	0,6	2,7	7,5
	K			81,5	2,4	61,1	21,8	0,3	0,5	1,8	0,3	4,0	7,5

Çizelge 4.7. -2 mm cevherden elde edilen -0,425+0,250 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri

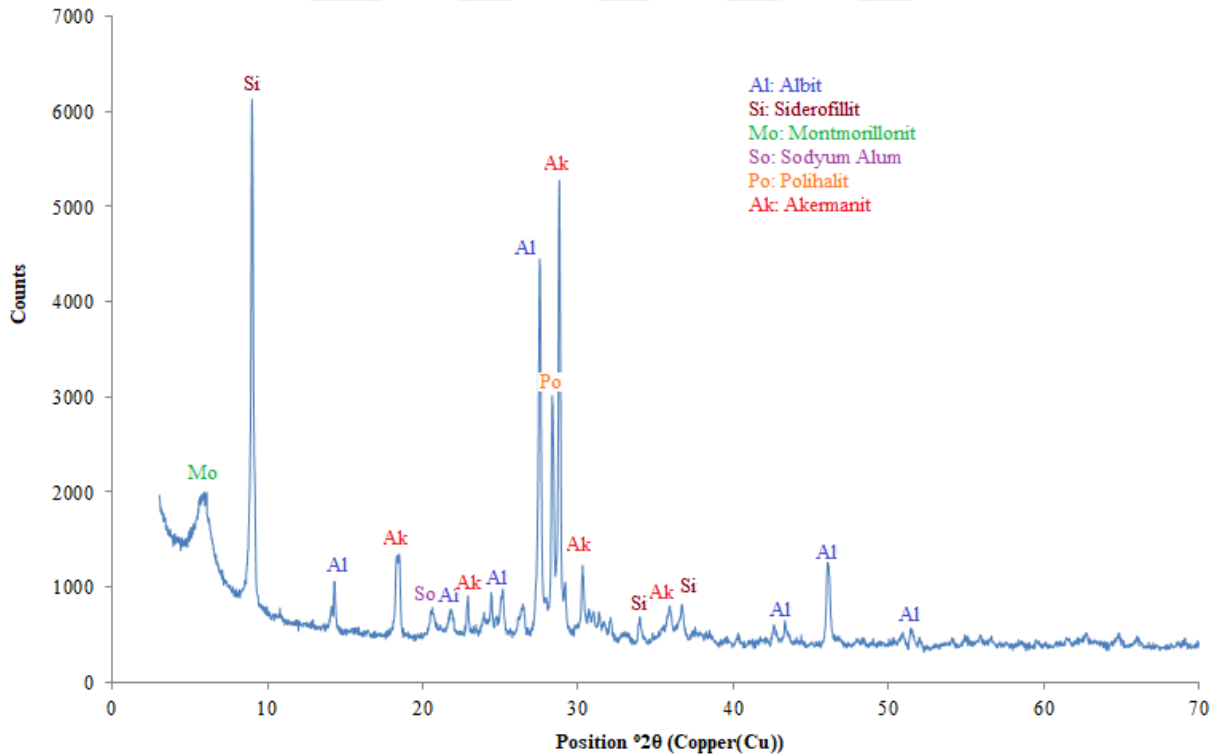
Bant Devir Hızı (devir/dk)	Ürün	Besleme Hızı (g/s)	Bıçak Açısı (°)	Miktar (%)	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
BESLENEN					3,7	58,0	22,0	0,3	1,8	2,7	0,5	3,7	6,8
40	M	6,5	30	63,9	4,3	56,2	22,7	0,4	2,4	2,8	0,6	3,1	7,1
	AÜ		35	10,8	3,7	59,3	21,6	0,4	0,9	2,9	0,4	3,9	6,5
	K			25,3	2,5	61,6	20,3	0,2	0,5	2,3	0,3	5,1	6,7
80	M	9,5	30	37,6	4,5	55,1	22,7	0,4	3,4	2,9	0,7	2,8	6,9
	AÜ		40	13,7	4,4	56,5	23,2	0,4	1,3	3,1	0,5	3,2	7,1
	K			48,7	3,0	60,7	20,7	0,3	0,6	2,6	0,3	4,6	6,6
120	M	11	30	19,1	5,0	53,1	22,8	0,5	5,3	3,0	0,8	2,4	6,6
	AÜ		50	13,9	4,7	55,3	24,0	0,4	1,6	3,0	0,6	2,7	7,3
	K			67,0	3,2	60,0	21,6	0,2	0,8	2,6	0,4	4,2	6,9
160	M	11,5	30	10,1	4,7	51,1	21,4	0,7	8,9	3,0	1,0	2,2	6,1
	AÜ		100	14,7	4,9	54,5	24,5	0,4	1,9	3,1	0,7	2,4	7,3
	K			75,2	3,1	59,8	21,6	0,4	0,8	2,7	0,4	4,2	6,7

Çizelge 4.8. -2 mm cevherden elde edilen -0,250+0,150 mm boyutlu nefelinli siyenit için yapılan kuru manyetik ayırma deneyleri

Bant Devir Hızı (devir/dk)	Ürün	Besleme Hızı (g/s)	Bıçak Açısı (°)	Miktar (%)	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
BESLENEN					4,9	56,2	22,9	0,4	2,1	3,0	0,6	3,5	6,1
40	M	6,5	30	93,2	4,0	56,6	23,0	0,3	2,1	3,0	0,6	3,6	6,3
	AÜ		35	0,0					0,0				
	K			6,8	3,3	60,9	19,7	0,2	0,7	3,6	0,3	5,4	5,2
80	M	9,5	30	68,6	5,5	54,5	23,7	0,5	2,6	2,9	0,7	2,9	6,2
	AÜ		40	0,0					0,0				
	K			31,4	3,4	59,8	21,2	0,1	0,8	3,3	0,4	4,8	5,8
120	M	11	30	40,8	4,6	54,5	23,8	0,3	3,3	3,0	0,7	2,9	6,5
	AÜ		50	22,7	4,4	56,6	23,4	0,3	1,4	3,1	0,6	3,5	6,4
	K			36,5	3,2	60,2	21,1	0,2	0,8	3,2	0,4	4,8	5,7
160	M	11,5	30	20,2	4,6	52,0	23,9	0,5	5,4	2,9	0,9	2,8	6,4
	AÜ		100	22,3	4,6	55,2	24,6	0,3	1,7	3,0	0,7	3,0	6,7
	K			57,5	3,5	59,2	21,7	0,2	1,1	3,2	0,4	4,5	5,8

Çizelge 4.5, 4.6, 4.7 ve 4.8 incelendiğinde Bölüm 4.1.1'dekine paralel sonuçlar elde edilmiştir. Her bir boyutta yapılan manyetik ayırma deneylerinde bant hızının demir ve titan ayırımı üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu gözlenmiştir. En iyi ayırma sonuçları her bir boyut için 160 devir/dk bant hızında elde edilmiştir.

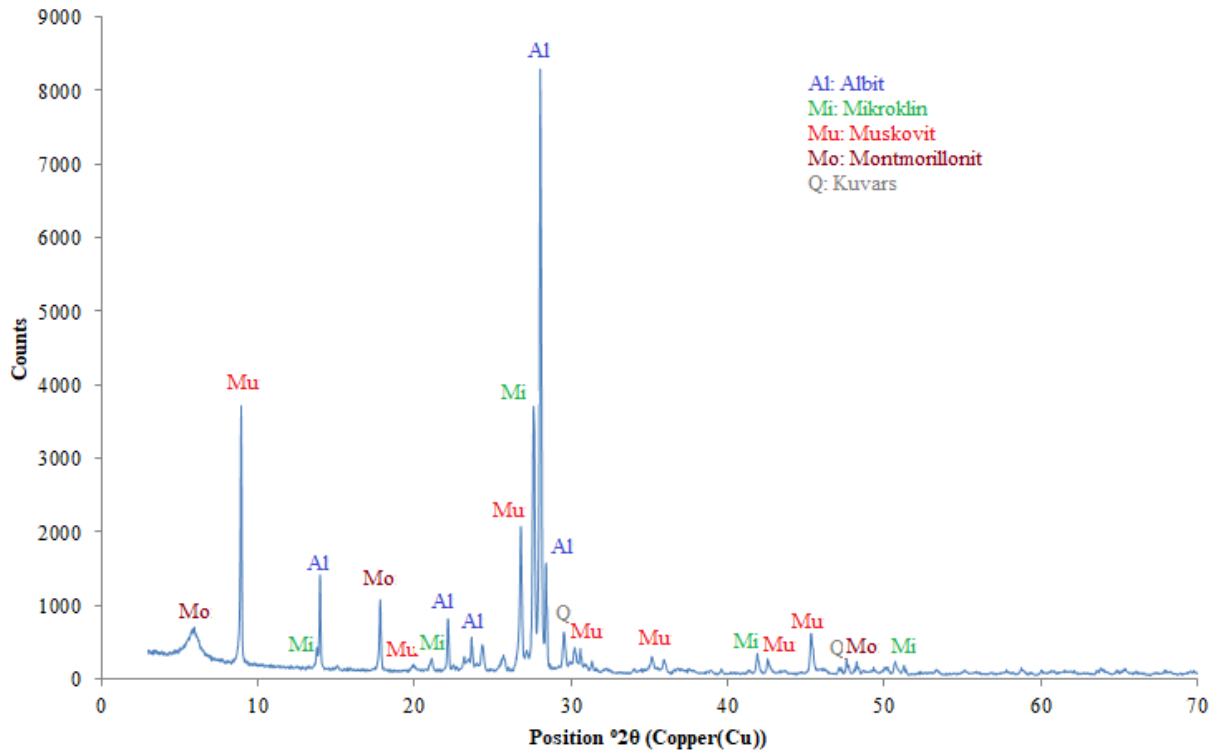
-2 mm boyutlu malzemeye yapılan kuru manyetik ayırma deneylerinde manyetik ürünün içerisindeki mineral türlerini belirlemek amacıyla -0,425+0,250 mm boyutu, 160 devir/dk bant devir hızı, 11,5 g/sn besleme hızı ve 30° bıçak açısı şartlarında manyetik ürün alınmış ve içerdiği mineral türlerini belirlemek amacıyla mineralojik analiz yapılmıştır. Şekil 4.1'de görüldüğü üzere manyetik ürünün mineralojik analizinde akermanit ($\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$), polihalit ($\text{K}_2\text{Ca}_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), sodyum alüminyum sülfat ($\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12(\text{H}_2\text{O})$), kloritli montmorillonit ($\text{Na}_{0.2}\text{Ca}_{0.1}\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_{10}$), siderofillit ($\text{KFe}_2^{2+}\text{Al}(\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_{10})(\text{OH})_2$) ve albit ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) mineralleri görülmektedir. Numunenin kimyasal analizine bakıldığında %8,3 Fe_2O_3 içeriği bir mika minerali olan biyotit'in bir çeşidi siderofillit mineralinden geldiği anlaşılmaktadır.



Şekil 4.1. -0,425+0,250 mm boyutu, 160 devir/dk bant devir hızı, 11,5 g/sn besleme hızı ve 30° bıçak açısı şartlarından elde edilen manyetik ürün mineralojik analiz sonucu

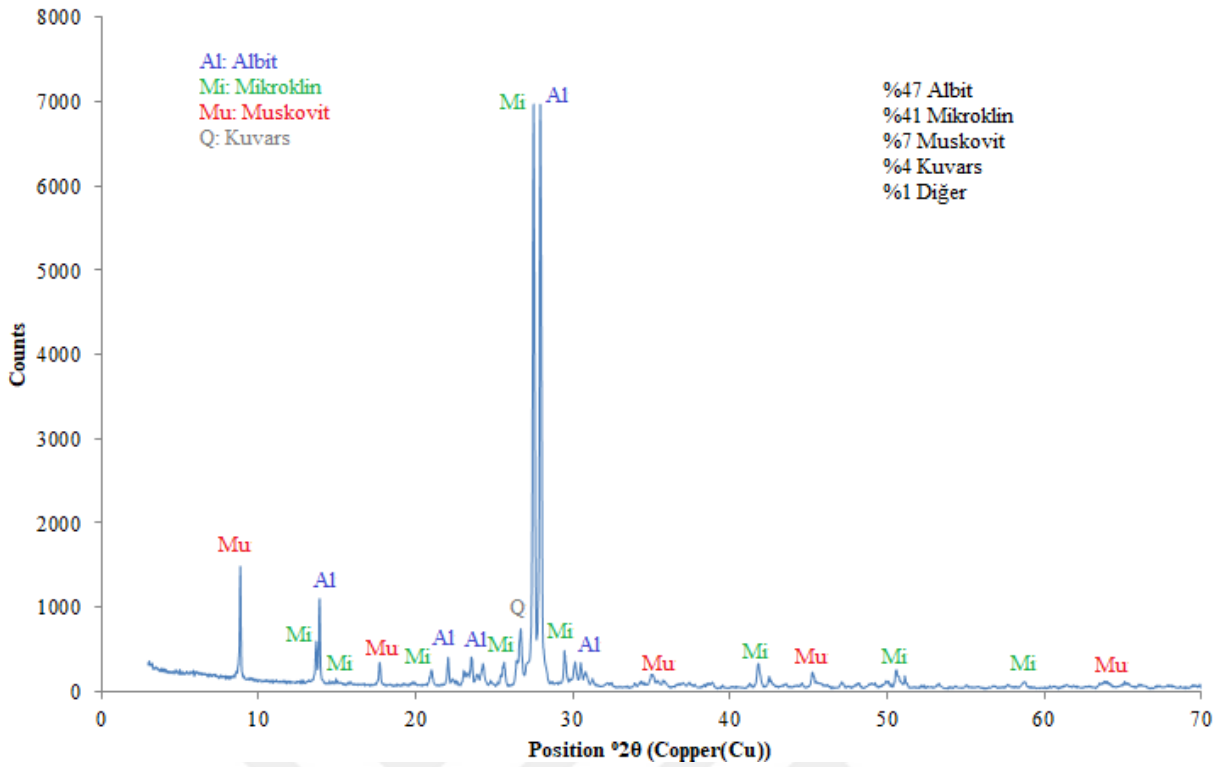
Kuru manyetik ayırma deneylerinde manyetik olmayan konsantrenin mineral içeriğini saptamak amacıyla -0,250+0,150 mm boyutu, 80 devir/dk bant devir hızı, 9,5 g/sn besleme

hızı ve 40° bıçak açısı şartlarında yapılan deneyin konsantre ürünü alınmış ve mineralojik analize verilmiştir. Yapılan mineralojik analiz sonucu konsantrenin içeriğinde albit ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$), mikroklin (KAlSi_3O_8), kuvars (SiO_2), montmorillonit ($\text{Na}_{0.2}\text{Ca}_{0.1}\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_{10}$) ve muskovit ($\text{KAl}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_{1.8}\text{F}_{0.2}$) minerallerinin olduğu Şekil 4.2’de görülmektedir. Şekil 4.1 ve 4.2’den açıkça görüldüğü üzere manyetik ayırma sonucu elde edilen manyetik ürün ve manyetik olmayan ürün (konsantre) arasında içerdikleri mineraller bakımından oldukça büyük farklılık görülmektedir. Bu da manyetik ayırmanın nefelinli siyenit numunesi için kaba konsantre elde etmek için önemli bir yöntem olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.2. -0,250+0,150 mm boyutu, 80 devir/dk bant devir hızı, 9,5 g/sn besleme hızı, 40° bıçak açısı şartlarından elde edilen konsantre mineralojik analizi

Flotasyon deneylerine daha temiz malzeme sağlamak ve flotasyon verimini arttırmak amacıyla kuru manyetik ayırma deneylerindeki her boyut grubu için elde edilen konsantre ürünler birleştirilmiştir. -2+0,150 mm boyutundaki konsantre ürünün içerdiği mineral türü ve miktarlarını saptamak amacıyla kantitatif mineralojik analizi yapılmıştır (Şekil 4.3).



Şekil 4.3. Kuru manyetik zenginleştirme deneylerinin konsantre ürünlerin birleştirilmesiyle elde edilen flotasyon besleme malzemesinin kantitatif mineralojik analizi

4.2. Flotasyon Deneyleri

Manyetik zenginleştirme sonrası elde edilen nefelinli siyenit cevheri konsantrelerini seramik sektörüne daha uygun hale getirmek yani manyetik zenginleştirme ile uzaklaştırılamayan safsızlıkların uzaklaştırılmasına yönelik, endüstride feldspat minerallerinin zenginleştirilmesinde yaygın olarak kullanılan flotasyon tekniği ile çalışmalara devam edilmiştir. Öncelikle cevher yapısında manyetik zenginleştirmeyele uzaklaştırılamayan demirli minerallerin uzaklaştırılmasına yönelik flotasyon deneyleri yapılmaya başlanmış ve deneyler esnasında ortam pH'sının düşürülmesi sırasında aşırı miktarda asit sarfiyatının olduğu gözlemlenmiştir. Aynı şekilde cevherin manyetik ayırma deneylerine beslenen boyutlarının kimyasal analizlerine de bakıldığında CaO içeriğinin yüksek olduğu ve boyut incelidikçe de CaO içeriğinin önemli miktarda arttığı gözlemlenmiştir. Seramik sektöründe özellikle yer karosu üretiminde kalsitin pişirilmesi sırasında CO₂ şeklinde ani gaz çıkışlarına neden olarak sır yüzeyinde deliklenmeler şeklinde yüzey pürüzlülüğü artışına neden olmaktadır. Bu gözlem ve bulgular ışığında öncelikle cevherin yapısında yer alan CaO kaynağı minerallerin uzaklaştırılmasına yönelik olarak flotasyon deneyleri yapılmıştır. Ardından mika flotasyonu ve ağır mineral flotasyon deneyleri yapılmıştır.

4.2.1. Cevherin CaO İeriğinin Düşürölmesine Yönelik Flotasyon Deneyleri

Nefelinli siyenit cevheri içerisindeki önemli miktarda asit sarfiyatına ve reaktif tüketimine ve aynı zamanda seramik kalitesini olumsuz olarak etkileyen kalsiyumlu minerallerin (kalsit) uzaklaştırılmasına yönelik olarak flotasyon deneyleri manyetik zenginleştirme işlemine tabi tutulmayan -0,150 mm boyutundaki cevherle yapılmıştır. Flotasyon deneylerinde -0,150 mm cevherin seçilme nedeni manyetik ayırmaya beslenen cevherlerin boyut incelidikçe CaO oranının artmasıdır. En yüksek CaO içeriğı -0,150 mm altı cevherde (%3,3) olduğundan dolayı bu boyutla çalışmalara devam edilmiştir. Deneylerde kullanılan -0,150 mm cevher numunesi ile öncelikle cevherin içerdiki şlam boyutundaki malzemenin flotasyon üzerine olacak negatif etkisinden kurtulmak için cevher 38 mikrondan elenerek şlam boyutu atılmıştır. -150+38 µm boyutlu malzeme deneylerde kullanılmıştır. Deneyler öncesi literatür incelendiğinde yağ asitleri ve sülfonatların sırasıyla kalsit ve demir uzaklaştırılmasına yönelik olarak kullanıldığı saptanmıştır (Şahin, 2008; Saklar ve Oktay, 2003). Bu doğrultuda cevherin CaO içeriğini düşürmek ve aynı zamanda demirli empüriteleri de uzaklaştırmak amacıyla sülfonat türü R801, R825 ve yağ asidi türü DER NA7 flotasyon deneylerinde toplayıcı olarak kullanılmıştır. Ü farklı toplayıcının cevherin CaO içeriğinin düşürölmesine yönelik olarak doğal, asidik ve bazik pH'larda flotasyon deneyleri yapılmıştır. CaO içeriğinin düşürölmesine yönelik yapılan flotasyon deney koşulları ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.9'da verilmiştir.

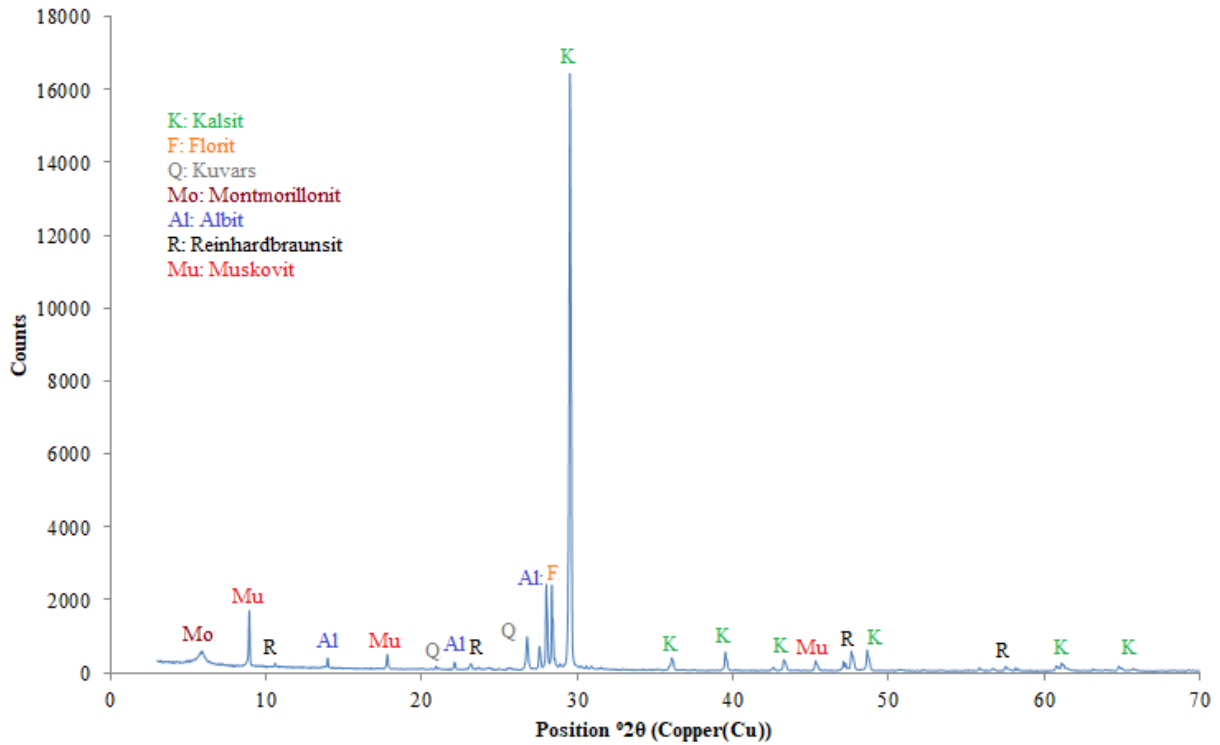
Çizelge 4.9. Cevherin CaO içeriğinin düşürülmesine yönelik flotasyon şartları ve kimyasal analiz sonuçları

Toplayıcı Reaktif	Reaktif Miktarı (g/t)	pH	Miktar (%)	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	ZrO ₂	BaO	P ₂ O ₅	SO ₃	Mn ₃ O ₄	
R825	1000	ASİDİK (pH: 4,5)	1,2	9,7	38,0	15,7	0,4	3,6	21,8	1,0	1,7	3,2	0,2	3,7	0,5	0,3		
	2000		2,4	8,5	44,2	19,5	0,7	5,0	11,6	1,0	2,0	4,1	0,6	1,8	0,3	0,1	0.1	
	BATAN		97,6	2,3	60,2	23,7	0,3	1,7	0,4	0,4	5,0	5,9						
	500	DOĞAL (pH: 7,9)	2,4	22,1	18,3	7,1	0,2	1,2	44,1	0,6	1,1	1,5		2,1	0,3	0,4	0.7	
	1000		6,4	10,9	26,4	9,8	0,3	1,7	43,6	0,6	1,9	2,2	0,0	1,1	0,3	0,2	0.6	
	1500		9,1	8,2	33,4	12,2	0,5	2,0	35,8	0,6	2,6	2,7	0,0	0,8	0,2	0,1	0.4	
	2000		11,4	6,9	37,9	13,8	0,6	2,2	30,1	0,6	3,0	3,1	0,1	0,6	0,2	0,1	0.4	
	BATAN		88,6	2,8	59,9	23,5	0,3	1,6	0,6	0,5	4,7	5,7						
	500	BAZİK (pH: 9,5)	2,5	26,1	15,9	5,9	0,3	0,9	44,9	0,5	1,1	1,2		2,1	0,4	0,3	0.4	
	1000		5,9	16,7	25,2	9,2	0,4	1,4	40,6	0,6	1,9	2,0	0,0	1,1	0,3	0,1	0.4	
	1500		8,8	12,1	32,9	11,8	0,5	1,8	33,1	0,6	2,7	2,6	0,1	0,7	0,2	0,1	0.4	
	2000		12,0	10,4	38,6	14,0	0,5	2,0	26,0	0,6	3,2	3,1	0,1	0,5	0,2	0,1	0.3	
	BATAN		88,0	2,5	59,9	23,5	0,3	1,8	0,6	0,5	4,9	5,9						
	R801	1000	ASİDİK (pH: 4,5)	1,3	7,2	46,4	19,4	0,6	4,9	10,3	1,0	2,3	4,3	0,4	1,9	0,4	0,8	
		2000		2,4	6,1	49,7	20,8	0,7	5,1	6,7	1,0	2,7	4,8	0,5	1,1	0,2	0,4	0.0
BATAN		97,6		2,0	60,8	23,5	0,3	1,8	0,5	0,4	4,8	5,8						
500		DOĞAL (pH: 7,9)	2,8	28,3	34,7	15,4	0,3	1,2	12,2	0,6	2,0	3,5		0,9		0,4	0.1	
1000			5,6	28,8	32,8	14,8	0,3	1,2	14,7	0,6	1,8	3,5	0,0	0,7	0,0	0,2	0.2	
1500			8,8	24,0	34,6	15,8	0,3	1,3	16,4	0,6	1,9	3,8	0,0	0,5	0,0	0,1	0.2	
2000			12,3	25,1	35,2	16,2	0,3	1,3	14,4	0,6	1,9	4,0	0,0	0,4	0,0	0,1	0.1	
BATAN			87,7	2,8	60,4	22,6	0,6	1,6	1,1	0,4	4,9	5,4	0,1					
500		BAZİK (pH: 9,5)	3,9	16,6	36,8	15,6	0,3	1,7	20,6	0,8	2,0	3,6		1,1	0,3	0,3		
1000			10,2	12,9	42,5	18,4	0,3	1,7	15,5	0,7	2,5	4,4	0,0	0,5	0,1	0,1	0.1	
1500			19,7	9,2	48,3	20,9	0,3	1,7	10,0	0,7	3,0	5,2	0,0	0,3	0,1	0,1	0.1	
2000			34,8	7,0	51,9	22,3	0,4	1,6	6,7	0,6	3,4	5,6	0,0	0,2	0,0	0,0	0.0	
BATAN			65,2	2,8	60,3	22,1	0,4	1,8	1,3	0,4	5,1	5,5						
BESLENEN			100	4,2	57,3	22,7	0,5	1,5	3,1	0,5	4,6	5,4						

Çizelge 4.9. Cevherin CaO içeriğinin düşürülmesine yönelik flotasyon şartları ve kimyasal analiz sonuçlarının devamı

Toplayıcı Reaktif	Reaktif Miktarı (g/t)	pH	Miktar (%)	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	ZrO ₂	BaO	P ₂ O ₅	SO ₃	Mn ₃ O ₄	
DER NA7	1000	ASİDİK (pH: 4,5)	2,0	10,2	38,0	16,2	0,6	5,2	22,2	1,0	1,5	3,2	0,6		0,7			
	2000		3,9	10,2	43,0	18,5	0,5	5,0	14,3	1,0	1,9	3,9	0,7	0,1	0,5	0.0	0.0	
	BATAN		96,1	2,4	60,4	23,6	0,3	1,7	0,4	0,4	4,7	5,9						
	500	DOĞAL (pH: 7,9)	5,0	33,1	6,9	2,4	0,4	1,7	52,2	0,4	0,3	0,5		1,0	0,4		0.4	
	1000		6,3	27,3	16,4	5,5	0,6	2,7	42,7	0,5	1,1	1,0	0,2	0,9	0,3	0.0	0.4	
	1500		8,8	20,7	28,1	9,3	0,7	3,4	31,3	0,6	2,3	1,8	0,3	0,6	0,2	0.0	0.3	
	2000		11,7	16,3	36,4	11,9	0,7	3,2	23,9	0,6	3,1	2,3	0,3	0,5	0,2	0.0	0.2	
	BATAN		88,3	2,3	60,9	23,7	0,2	1,3	0,4	0,4	4,8	5,9						
	500	BAZİK (pH: 9,5)	4,1	25,1	17,1	7,7	0,4	1,6	42,3	0,5	0,8	1,7		1,4	0,5		0.3	
	1000		8,4	22,2	24,6	11,0	0,5	2,3	32,8	0,6	1,3	2,6	0,2	0,8	0,2	0.0	0.3	
	1500		11,1	18,2	30,9	14,6	0,6	2,7	25,6	0,6	1,6	3,5	0,3	0,6	0,2	0.0	0.2	
	2000		13,5	15,8	36,2	15,5	0,6	2,7	21,2	0,6	2,3	3,6	0,3	0,5	0,1	0.0	0.2	
	BATAN		86,5	2,2	61,2	23,1	0,2	1,6	0,4	0,4	4,9	5,7						
	BESLENEN			100	4,2	57,3	22,7	0,5	1,5	3,1	0,5	4,6	5,4					

Kalsiyum içeren minerallerin uzaklaştırılmasına yönelik flotasyon deneyleri yüzen ve batan ürünlerinin kimyasal analizlerinde yüzen kısımlarda önemli miktarda CaO içeriğinin arttığı buna karşılık batan ürünlerde önemli miktarda azaldığı görülmüştür. Çizelge 4.9 incelendiğinde kullanılan üç farklı toplayıcıdan en iyi sonuçlar DER NA7 > R825 > R801 şeklinde elde edilmiştir. En iyi pH'ın doğal pH (7,9) olduğu saptanmıştır. pH 4,5'te de iyi sonuçlar elde edildiği görülmekte fakat pülpün pH'sının 4,5'e çekilmesi sırasında oldukça fazla asit sarfiyatının olduğu görülmüştür. Bu durum flotasyon sonrası elde edilen ürünlerin ağırlıkları toplamının flotasyon beslemesine göre ağırlıkça %10 azalması, bir miktar mineralin pH ayarlaması sırasında asitle çözündüğünü göstermektedir. Bundan dolayı cevherin CaO içeriğinin düşürülmesinde flotasyon deneylerinin doğal pH'da yapılmasına karar verilmiştir. Aynı şekilde, flotasyon deneyleri sonrası elde edilen flotasyon yüzen ürüne yapılan mineralojik analiz sonrası, kalsiyum kaynağı minerallerin uzaklaştırıldığı açık bir şekilde görülmektedir. 500 g/t DER NA7 kullanılarak doğal pH'da yüzdürülen numunenin mineralojik analizi Şekil 4.4'te görülmektedir.



Şekil 4.4. 500 g/t DER NA7 ile Doğal pH'da yüzen numune mineralojik analizi

Şekil 4.4'te yüzen numunede kalsiyum elementi içeren mineraller kalsit (CaCO_3), florit (CaF_2) ve reinhardbraunsite ($\text{Ca}_5(\text{SiO}_4)_2(\text{OH})_{1.5}\text{F}_{0.5}$) olarak bulunmuştur. Tek pişirim yer karolarında bünyedeki karbonatlı minerallerin sıcaklıkla parçalanması sonucu gaz çıkışı

reaksiyonlarını sır tabakasındaki frit ergimeden önce tamamlaması bir zorunluluktur. Aksi takdirde yüzeyde pinhole (iğne deliği) denilen hatalara neden olacaktır (Tunalı, 2014). Cevherin CaO içeriğindeki değişimin pişirme sırasında meydana getirdiği hataları açıklamak amacıyla yüzey pürüzlülük cihazı ile ölçümler yapılmıştır. Öncelikle flotasyon öncesi ve sonrası numunelerle hazırlanan tabletler 1170°C’de sırsız ve sırlı olmak üzere iki farklı şekilde pişirilmiştir. Pişmiş tabletlerle yapılan pürüzlülük ölçümlerinde hem sırlı hem sırsız numunelerin flotasyon beslemesi ve batanı için pürüzlülük değerlerinin (Ra, Rq ve Rz) değiştiği Çizelge 4.10’dan görülmektedir. Flotasyon beslemesinin CaO içeriği düşürüldüğünde (batan) yüzeyde pürüzlülüğün azaldığı net bir şekilde pürüzlülük ölçümleriyle ortaya konmuştur. Bu tabletlerle yapılan sinterleme (pişme) testleri de flotasyonla cevherden CaO’ın yapıdan büyük miktarda uzaklaştırıldığını göstermektedir (Çizelge 4.10). Yapıdan CaO uzaklaştırıldığında flotasyon beslemesine göre batan ürününün renk değerlerinin (L, a ve b) kötüleştiği görülmektedir (EK 1). Çünkü yapıda var olan CaO kaynakları cevherin renginin açılmasına neden olmaktadır.

Çizelge 4.10. Flotasyon beslenen ve batan ürünlerinin sinterleme sonrası sırlı ve sırsız yüzeylerdeki pürüzlülük değişimi

Numune Bilgileri			Birim	Beslenen	DER NA7 Batan
Granül/Toz Rutubeti			%	6	
Sıkıştırma Basıncı			kg/cm ²	360	
Maksimum Pişirim Sıcaklığı			°C	1170	
Pişirim Süresi			dk.	48	
Pişme Küçülmesi			%	8,29	7,95
Su Emme			%	0	0
Renk			L	53,68	44,01
			a	6,24	7,60
			b	7,98	8,97
Yüzey Pürüzlülüğü Sonuçları	Sırsız	Ra	µm	3,03	2,74
		Rq		3,85	3,45
		Rz		22,86	18,52
	Sırlı	Ra		0,51	0,48
		Rq		0,62	0,60
		Rz		2,64	2,56

4.2.2. Mika Minerallerinin ve Demirli Empüritelerin Uzaklaştırılmasına Yönelik Flotasyon Deneyleri

Seramik üretiminde özellikle gaz çıkışı kaynaklı problem yaratabilecek kalsiyumlu minerallerin flotasyon yöntemiyle uzaklaştırılabilecek en uygun şartlar tespit edildikten sonra mika minerallerinin uzaklaştırılması amacıyla optimum flotasyon şartları tespit edilmeye çalışılmıştır. Cevherden mika uzaklaştırma deneylerinde manyetik zenginleştirme işlemlerine tabi tutulan -150 mikron hariç diğer boyutlardan elde edilen manyetik olmayan ürünlerin (Şekil 4.3) birleştirilerek karıştırılması sonrası elde edilen flotasyon beslemesi ile deneysel çalışmalara devam edilmiştir. Mika cevherlerinin flotasyonu asidik katyonik veya bazik anyonik-katyonik yöntemlerle yapılabilmektedir. Asidik katyonik yöntemde öncelikle 100-74 µm boyutu şlam olarak atılmakta ve pH ayarlayıcısı olarak sülfürik asit kullanılarak ortam pH'ı 4'e ayarlanmaktadır. Sonrasında ise amin tipi katyonik kollektörler kullanılarak mika mineralleri yüzdürülmektedir. Bazik anyonik-katyonik flotasyon yönteminde mika mineralleri ortam pH'ı sodyum karbonat ile 8,5-10,5'e ayarlandıktan sonra anyonik ve katyonik kollektör karışımlarıyla yüzdürülebilmektedir. Bu yöntem şlam varlığında bile çalışabilmektedir. Fakat yöntemde biyotit türü mineraller bastırıldığı ve malzemenin içerisindeki biyotit türü olan siderofillit minerallerinin uzaklaştırılmasının gerekliliği asidik katyonik yöntemin tercih edilmesine neden olmuştur (Browning, 1973). Flotasyon deneyleri öncesi boyutu -2+0,150 mm olan malzemenin flotasyon boyutu olan -212 mikron boyutuna getirilmesi amacıyla seramik bilyalı değirmende yaş olarak öğütülerek boyut 212 mikron altına indirilmiştir. Ardından değirmenden alınan malzeme 38 mikrondan yaş olarak elenerek 38 mikron altı şlam olarak atılmıştır. Flotasyon deneylerine -212+38 mikron boyutuna sınıflandırılan malzemeyle devam edilmiştir. Flotasyon beslemesinin mineralojik analizi Şekil 3.17'de verilmiştir. Cevherin CaO içeriğinin düşürülmesi amacıyla Bölüm 4.2.1'de yapılan flotasyon deneylerine göre, doğal pH'da DER NA7 toplayıcısı ile en iyi sonuçların elde edildiği görülmüştür. Mika deneyleri öncesi flotasyon beslemesindeki CaO kaynağı minerallerin uzaklaştırılmasına yönelik olarak doğal pH'da ve 500 g/t DER NA7 konsantrasyonunda flotasyon yapılarak CaO içeren safsızlıklar uzaklaştırılmış, ardından flotasyon batanının pH'sı 3-3,5 arasına düşürülerek mika flotasyonu yapılmıştır. Mika flotasyon deneylerini optimize etmek amacıyla farklı toplayıcı ve miktarlarında deneyler yapılmıştır. Mika flotasyonu için reaktif türü ve miktarı açısından en uygun şartlar tespit edilmeye çalışılmıştır. Mika uzaklaştırma deneylerinde amin tipi Custamine 9024 ve A4 toplayıcıları ile çalışılmıştır. Mika flotasyonu ile ilgili deney şartları ve elde edilen kimyasal analiz sonuçları sırasıyla Çizelge 4.11 ve Çizelge 4.12'de görülmektedir.

Çizelge 4.11. Custamine 9024 toplayıcı reaktifiyle yapılan mika flotasyonu deney şartları ve kimyasal analiz sonuçları

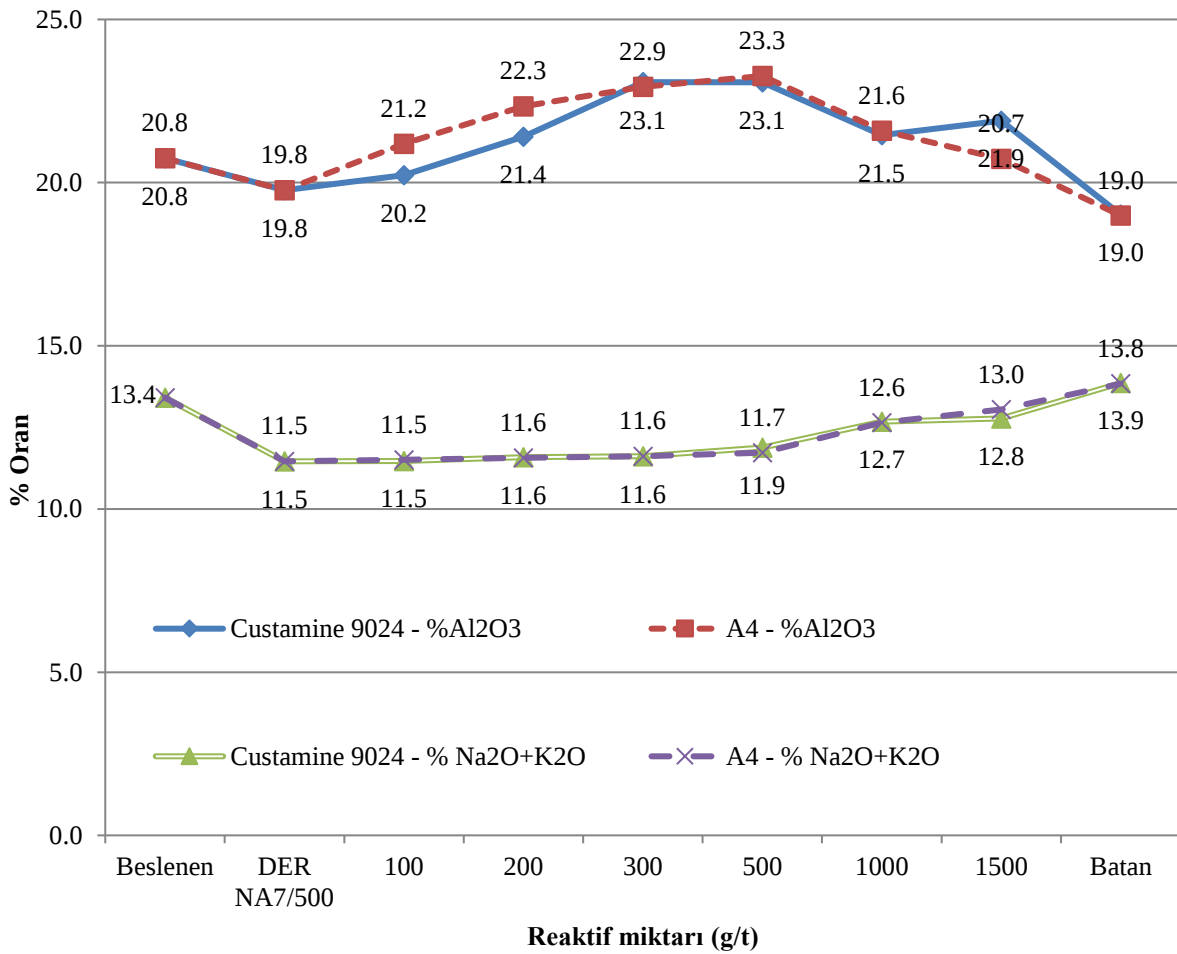
Toplayıcı Reaktif Türü	Reaktif Miktarı (g/t)	pH	Miktar %	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	ZrO ₂	SO ₃
DER NA7	500	8,0	9,8	4,2	56,9	19,8	0,3	0,9	5,2	0,2	4,1	7,3	0,2	0,5
Custamine 9024	100	3,1	10,5	4,2	56,8	20,2	0,3	0,9	4,9	0,2	4,0	7,4		
	200	3,3	12,9	3,9	56,9	21,4	0,3	0,9	4,0	0,2	3,8	7,8		
	300	3,4	16,4	3,7	56,4	23,1	0,3	0,8	3,2	0,2	3,5	8,1		
	500	3,3	21,2	3,2	57,6	23,1	0,3	0,7	2,5	0,2	3,6	8,3		
	1000	3,3	39,0	2,0	61,3	21,5	0,2	0,5	1,4	0,2	4,2	8,5		
	1500	3,4	54,4	1,6	61,7	21,9	0,2	0,4	1,0	0,2	4,3	8,5		
	Batan		45,6	0,4	66,0	19,0	0,2	0,1	0,1	0,1	4,6	9,3		
BESLENEN			100	1,1	63,4	20,8	0,2	0,3	0,6	0,1	4,7	8,7		

Çizelge 4.12. A4 toplayıcı reaktifiyle yapılan mika flotasyonu deney şartları ve kimyasal analiz sonuçları

Toplayıcı Reaktif Türü	Reaktif Miktarı (g/t)	pH	Miktar %	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	ZrO ₂	SO ₃
DER NA7	500	7,8	10,4	4,2	56,9	19,8	0,3	0,9	5,2	0,2	4,1	7,3	0,2	0,5
A4	100	3,1	12,6	4,1	56,6	21,2	0,3	0,9	4,3	0,2	3,8	7,7		
	200	3,3	14,9	3,9	56,4	22,3	0,3	0,9	3,7	0,2	3,6	8,0		
	300	3,3	16,9	3,7	56,4	22,9	0,3	0,9	3,3	0,2	3,5	8,1		
	500	3,3	19,9	3,5	56,9	23,3	0,3	0,8	2,8	0,2	3,5	8,2		
	1000	3,3	39,9	2,0	61,2	21,6	0,1	0,5	1,4	0,2	4,2	8,4		
	1500	3,4	61,0	1,4	62,9	20,7	0,1	0,4	1,0	0,1	4,4	8,6		
	Batan		39,0	0,4	66,0	19,0	0,2	0,1	0,1	0,1	4,5	9,4		
BESLENEN			100	1,1	63,4	20,8	0,2	0,3	0,6	0,1	4,7	8,7		

Mika minerallerinin yüzdürülmesi için yapılan flotasyon deneyleri, cevherden muskovit minerallerinin uzaklaştırılmasına yönelik şekilde olmuştur. Kantitatif mineralojik analiz bu durumu açık bir şekilde göstermektedir. Flotasyon beslemesinin mineralojik analizinde temel anlamda albit, mikroklin, kuvars ve mika minerallerinden oluştuğu görülmüştür (Şekil 3.17). Minerallerin teorik kimyasal oksit analizleri incelendiğinde %Al₂O₃ oranlarının albit, mikroklin, kuvars ve muskovit mineralleri için sırasıyla %20,35, %18,32, %0 ve %38,36 olduğu literatürden bilinmektedir. Mika flotasyonunda cevherden mika minerallerinin uzaklaştırılması cevherin %Al₂O₃ değişimi ve XRD sonuçları değerlendirilerek takip edilmiştir. Dolayısıyla mika flotasyonu ile ilgili en uygun reaktif türü ve miktarı seçilirken öncelikle yüzdürülen numunelerin %Al₂O₃ değişimi baz alınmıştır. Şekil 4.5'te görüldüğü üzere Custamine 9024 ve A4 toplayıcıları aynı reaktif değerleri için yaklaşık benzer oksit değişimleri göstermektedir. Yüzen üründe, %Al₂O₃ değeri 500 g/t toplayıcı miktarına kadar artmakta ve daha sonra azalmaktadır. Yani 500 g/t toplayıcı miktarına kadar mika mineralleri yüzen ürün olarak alınırken 500 g/t üstüne çıkıldığında yüzen ürünle (mika mineralleri) beraber feldspat minerallerinin de geldiği azalan %Al₂O₃ değerlerinden açık bir şekilde görülmektedir. Bu durum ayrıca, Şekil 4.9'da yapılan mineralojik analiz sonrası flotasyon

beslemesi ile flotasyon batanındaki mika minerallerinin değişiminden de görülmektedir. Flotasyon beslemesinde %5 olan mika değeri batanda %2'ye inmektedir. Mika minerallerinin uzaklaştırıldığına kanıt olarak flotasyon batanında beslemeye göre artan %SiO₂ içerikleri de gösterilebilir. Çünkü saf mika minerallerinin %SiO₂ içerikleri %42-45 arasında iken saf feldspat minerallerinin %SiO₂ içerikleri %65-67 civarındadır (Çizelge 4.10, 4.11). Mika minerallerinin uzaklaştırılmasına yönelik flotasyon deneylerinde kullanılan her iki toplayıcı ile benzer sonuçlar alınmış ve en ideal mika uzaklaştırma için toplayıcı miktarı 500 g/t olduğu belirlenmiştir. Ayrıca flotasyon beslenesine göre batanındaki alkali toplamı %13,4'ten %13,9'a çıkmıştır (Şekil 4.5).



Şekil 4.5. Mika minerallerinin uzaklaştırılmasına yönelik yapılan flotasyon deneylerinde Custamine 9024 ve A4 toplayıcı reaktif miktarlarına göre Al₂O₃ ve Na₂O+K₂O değişimi

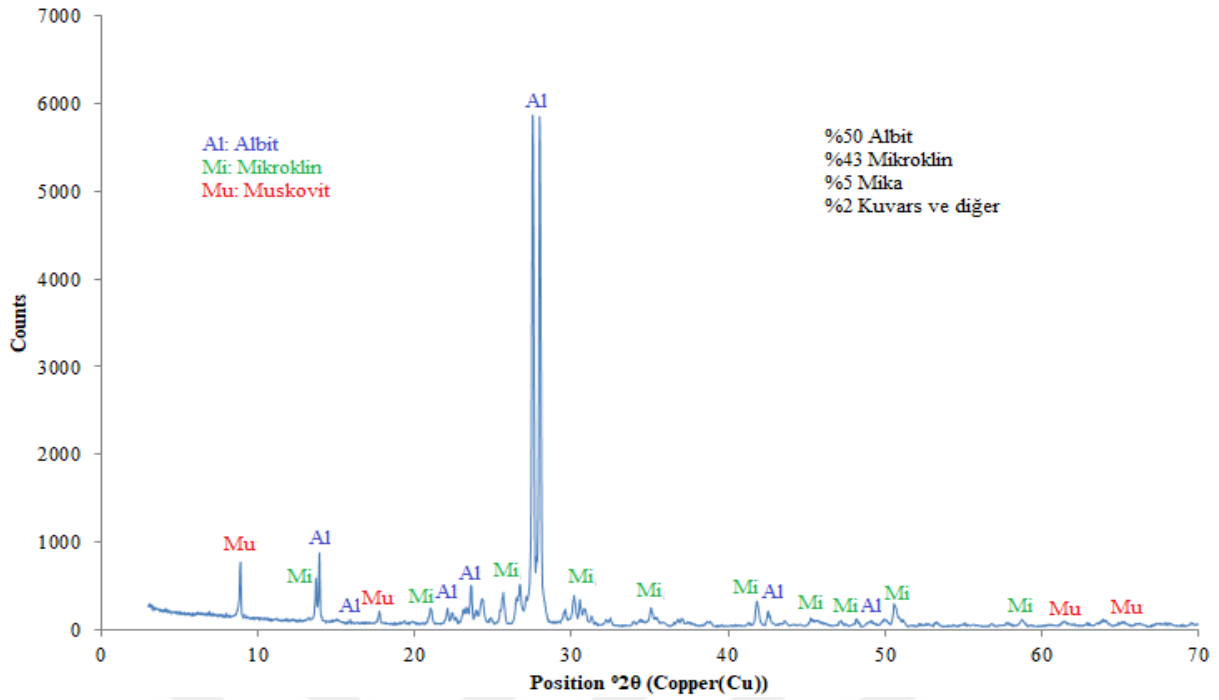
CaO içeren minerallerin uzaklaştırılmasını takiben mika minerallerinin ayrımı amacıyla yapılan flotasyon deneyleri için optimum şartların Custamine 9024 amin tipi toplayıcı ile 500 g/t miktarında olduğu belirlenmiştir. Mika kademesi sonrası batan ürünündeki kalan demirli

empüritelerin uzaklaştırılmasına yönelik 3. kademe flotasyon deneyleri yapılmıştır. Demirli empüritelerinin uzaklaştırılmasına yönelik deneylerde Cytex firması tarafından önerilen Flotiner SM15 toplayıcı reaktifi ile deneysel çalışmalara devam edilmiştir. Bilir ve ark. (1997) iri taneli feldspat zenginleştirilmesinde biyotit uzaklaştırmak için ortam pH'sı 2 olacak şekilde Flotiner SM15 karışımı kullanmışlardır. Flotasyon deneylerinde öncelikle CaO kaynağı mineraller, ardından mika mineralleri ve daha sonra da demirli empüritelerin uzaklaştırılması amacıyla deneyler yapılmıştır. İkinci kademenin batanı ile asidik ortamda (3-3,5 pH) farklı miktarlarda Flotiner SM15 toplayıcı reaktifi kullanılarak demir uzaklaştırması yapılmıştır. Demirli minerallerin ayrımını görmek amacıyla yapılan flotasyon deney şartları ve elde edilen kimyasal analiz sonuçları Çizelge 4.13'te görülmektedir. Demir flotasyonunda yüzen ürünün rengi siyah olmasına rağmen cevherin demir içeriğinde önemli bir değişim olmamıştır. Muhtemelen yüzen ürün miktarının çok az (%3,4) olması demir içeriğini fazla etkilememiştir. Ya da flotasyon boyutunun demir uzaklaştırılması için iri olmasından kaynaklanmaktadır.

Çizelge 4.13. Demir mineral flotasyonu deney şartları ve elde edilen kimyasal analiz sonuçları

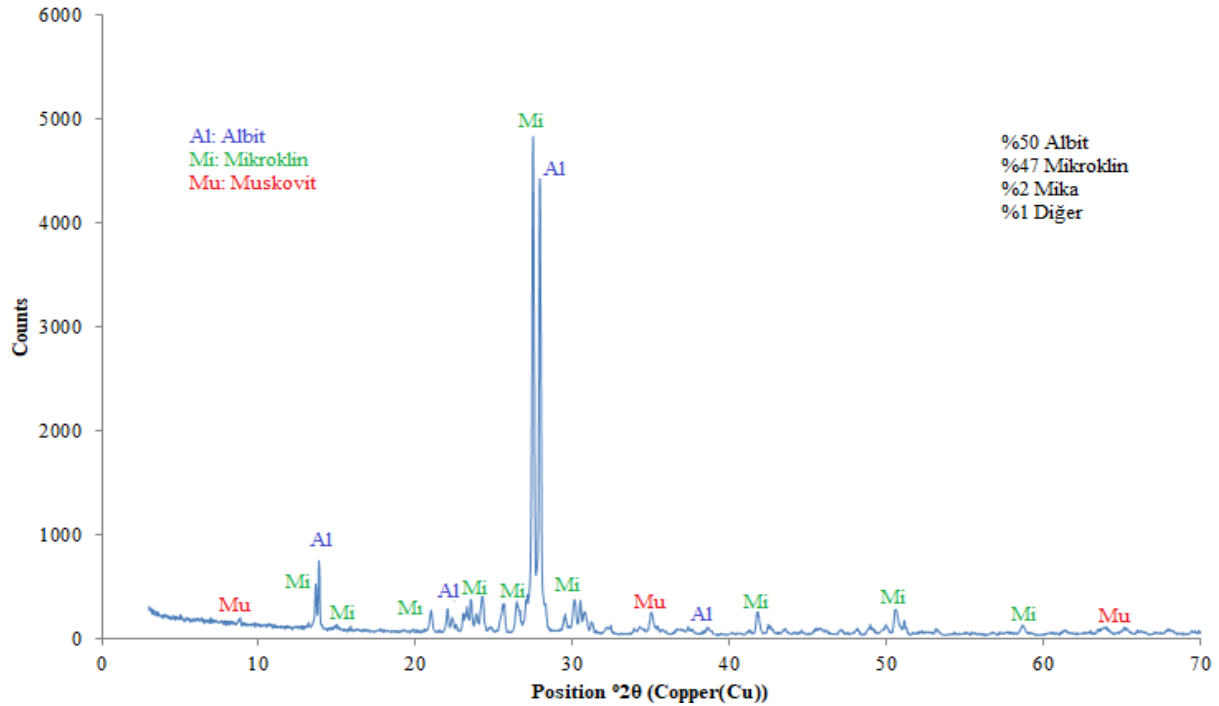
Toplayıcı Reaktif Türü	Reaktif Miktarı (g/t)	pH	Miktar %	K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	ZrO ₂	SO ₃
DER NA7	500	8,1	6,5	5,6	54,6	18,0	0,6	1,1	7,4	0,2	4,5	6,6	0,3	0,8
Custamine 9024	500	3,1	17,8	3,3	57,7	22,1	0,4	0,7	2,8	0,2	3,9	8,2		
Flotiner SM15	100	3,4	19,1	3,3	57,8	22,3	0,4	0,7	2,6	0,2	3,9	8,3		
	200	3,4	20,2	3,2	58,0	22,2	0,3	0,7	2,5	0,2	3,9	8,4		
	300	3,4	21,7	3,0	58,3	22,1	0,3	0,7	2,3	0,2	3,9	8,5		
	Batan		78,3	0,5	65,3	19,6	0,2	0,1	0,1	0,1	5,0	8,9		
BESLENEN			100	1,1	63,4	20,8	0,2	0,3	0,6	0,1	4,7	8,7		

Kademeli flotasyon deneylerinden elde edilen konsantre olarak değerlendirilen batan ürünlerin ayrıca mineralojik analizleri yapılmıştır. Birinci kademe 500 g/t DER NA7 kullanılarak doğal pH'da elde edilen kalsiyumlu mineral ayrımı yapılmış konsantrenin mineralojik analizi Şekil 4.6'da verilmiştir.



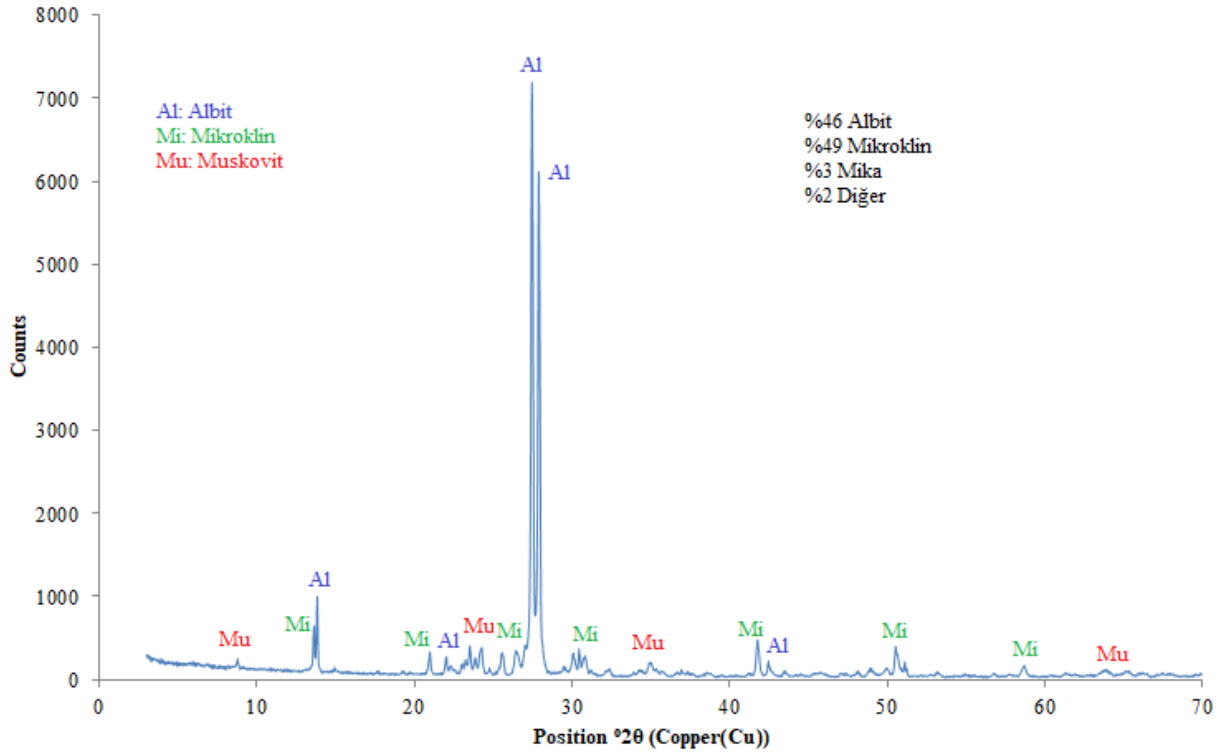
Şekil 4.6. Birinci kademe flotasyondan alınan konsantrenin kantitatif mineralojik analizi

Birinci kademe kalsiyumlu minerallerin ayrıldığı batan konsantreye ikinci kademe asidik pH’da, 500 g/t Custamine 9024 kullanılarak elde edilen mika minerali ayrılmış konsantrenin mineralojik analizi Şekil 4.7’de görülmektedir.



Şekil 4.7. İkinci kademe flotasyondan alınan konsantrenin kantitatif mineralojik analizi

Birinci kademe kalsiyumlu minerallerin ayrıldığı batan konsantreye takiben ikinci kademedeki mika mineralleri uzaklaştırılmış, ikinci kademedeki alınan batan ürüne asidik pH’da 300 g/t Flotınor SM15 kullanılarak elde edilen konsantrenin mineralojik analizi Şekil 4.8’de görülmektedir.

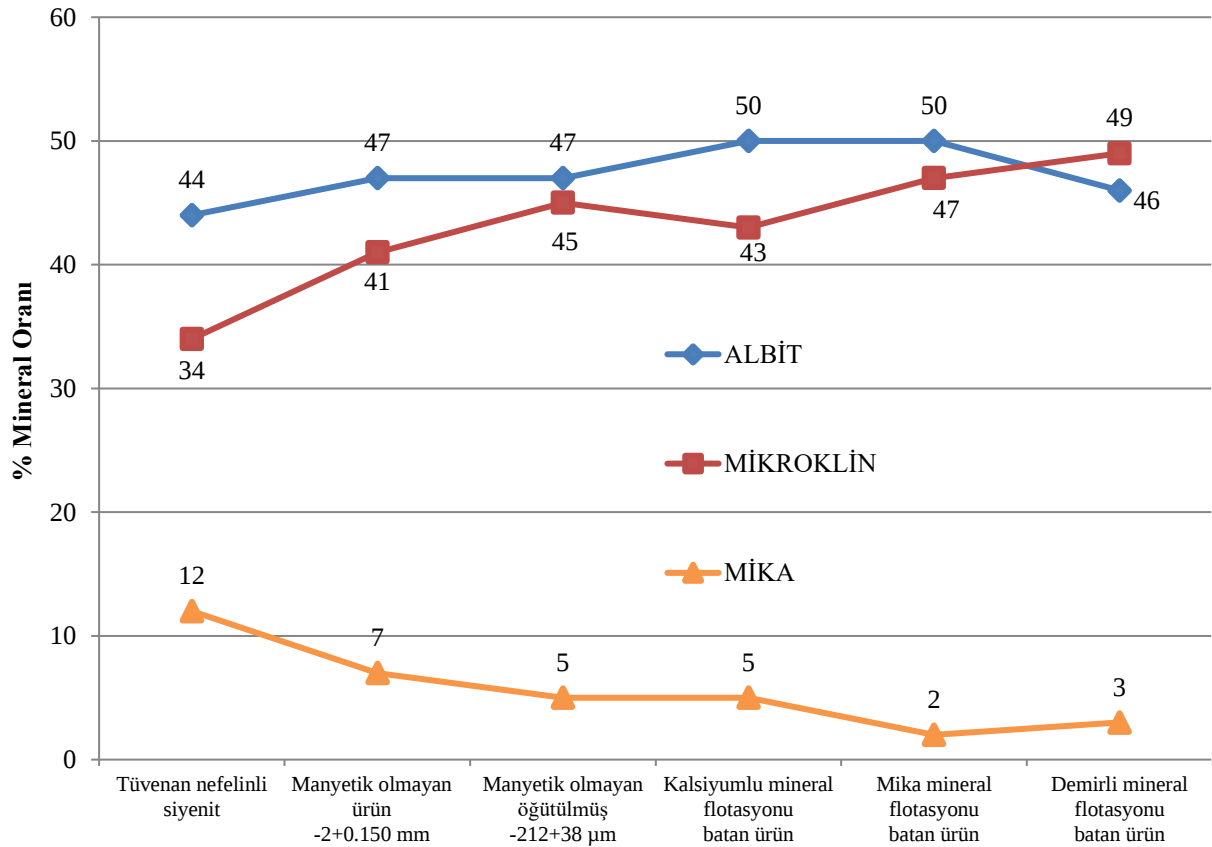


Şekil 4.8. Üçüncü kademe flotasyondan alınan konsantrenin kantitatif mineralojik analizi

Nefelinli siyenit cevherinin tüm zenginleştirme işlemleri sonrası sinterleme (pişme) testleri Çizelge 4.14’te ve içerdiği albit, mikrokin ve mika miktarlarındaki değişim toplu olarak Şekil 4.9’da verilmiştir. Cevher zenginleştirme çalışmaları kapsamında nefelin siyenit tüvenan hammaddesine boyut küçültme, boyuta göre gruplandırma, kuru manyetik ayırma ve flotasyon deneyleri yapılmıştır. Yapılan zenginleştirme deneylerinden elde edilen malzemelerin içerdiği mineral ve miktarlarının değişimlerinin gösterilmesi amacıyla kantitatif mineralojik analizleri yapılmıştır. Yapılan kuru manyetik ayırma, kalsiyumlu mineral flotasyonunu takiben mika flotasyonu ile Kırşehir tüvenan nefelinli siyenitin içerdiği toplam alkali mineral oranı %78 iken %97’ye çıkmıştır. Malzemede mika mineral grubu olarak muskovit ve bünyesinde demir içeren siderofillit minerallerinin bulunduğu görülmüştür. Ayrıca mika mineral oranı zenginleştirme çalışmaları sonucunda %12’den %2’ye kadar azaltılmıştır.

Çizelge 4.14. Tüm zenginleştirme işlemleri sonrası elde edilen ürünlerin kimyasal analizleri ve sinterleme özellikleri

A N A L İ Z	Numune Bilgisi	Tüvenan nefelinli siyenit	Manyetik olmayan ürün -2+0,150 mm	Manyetik olmayan öğütülmüş -212+38 µm	Kalsiyumlu mineral flotasyonu batan ürün	Mika mineral flotasyonu batan ürün	Demirli mineral flotasyonu batan ürün
KİMYASAL ANALİZ	K.K.	2,13	1,36	1,04	0,76	0,48	0,59
	SiO ₂	61,33	63,20	63,55	64,12	64,99	65,47
	Al ₂ O ₃	20,57	20,43	20,45	20,54	19,91	19,28
	TiO ₂	0,35	0,30	0,25	0,27	0,23	0,22
	Fe ₂ O ₃	0,82	0,31	0,25	0,18	0,13	0,15
	CaO	1,61	0,89	0,60	0,12	0,10	0,09
	MgO	0,26	0,17	0,12	0,11	0,08	0,09
	Na ₂ O	4,82	4,83	4,65	4,72	4,90	4,96
	K ₂ O	7,70	8,31	8,89	9,05	9,03	9,05
MİNERALOGİK ANALİZ	Albit	44	47	47	50	50	46
	Mikroklin	34	41	45	43	47	49
	Mika	12			5	2	3
	Muskovit		7	5			
	Kuvars	9	4	2	2		
	Diğer	2	1	1		1	2



Şekil 4.9. Tüm zenginleştirme işlemleri sonrası elde edilen ürünlerin % mineral içeriklerindeki değişimler

4.3. Sinterleme Testleri

Yapılan zenginleştirme çalışmaları sonucu malzemenin seramik özelliklerindeki değişimi incelemek amacıyla sinterleme testleri yapılmıştır. Bu testler tüvenan nefelinli siyenit cevherine, -2+0,150 mm boyut arasındaki kuru manyetik ayırma konsantrelerinin (non-manyetik ürün) karışımına ve bu karışımın öğütülüp elenmesi ile elde edilen -212+38 µm boyutlu flotasyona beslemesine, kademeli flotasyon deneylerindeki birinci, ikinci ve üçüncü kademeler sonucu elde edilen batan konsantrelere uygulanmıştır. 6 farklı malzeme testler öncesi, seramik jet değirmende 63 µm elek üstü malzeme ağırlığı maksimum %2 olacak şekilde öğütülüp etüvde kurutulduktan sonra %6 rutubet verilerek granül haline getirilmiştir. Granül haline getirilen numuneler şekillendirilerek sırlı ve sırsız olarak yer karosu pişirim şartlarında sinterlenmiştir. Sinterlenen numuneler pişme sonrası renk, küçülme ve su emme açısından incelenmiştir. Numunelerin sinterlenme özellikleri Çizelge 4.15 ve fotoğraf görüntüleri EK 2’de verilmiştir.

Çizelge 4.15. Numunelerin sinterleme özellikleri

Numune Bilgisi / Sinterleme Şartları ve Sonuçlar	Pres Basıncı: 360 kg/cm ² Fırın Maksimum Sıcaklığı: 1170°C Fırın Süresi: 48 dk.				
	% Küçülme	% Su Emme	Renk		
			L	a	b
Tüvenan nefelinli siyenit	7,8	0,04	54,61	3,69	5,86
Manyetik olmayan ürün -2+0,150 mm	2,4	16,93	84,89	5,03	9,05
Manyetik olmayan öğütülmüş -212+38 µm	-1,4	23,47	84,47	3,95	8,19
Kalsiyumlu mineral flotasyonu batan ürün	-1,5	22,18	82,63	5,71	11,64
Mika mineral flotasyonu batan ürün	-0,9	26,41	84,31	5,41	10,75
Demirli mineral flotasyonu batan ürün	-1,7	23,13	84,16	4,78	10,63

Çizelge 4.15’te sinterleme testlerinden görüldüğü üzere hammaddelerin alkali feldspat içeriğinin yüksek olması nedeniyle tüvenan hammadde haricindeki hammaddelerin mevcut sıcaklık (1170°C) ve süre (48 dk.) şartlarında sinterlenmediği görülmüştür. Bunun nedeni saf feldspat hammaddelerinin tek başlarına ergime sıcaklıklarının yüksek olmasıdır. Saf sodyum feldspatın ergime sıcaklığı 1150-1225°C ve potasyum feldspatın ise 1200-1250°C sıcaklıklarındadır (Feldspat Raporu, 2010). Tüvenan nefelinli siyenit; serbest silika, K₂O ve Na₂O, demir mineralleri içermektedir. K₂O ve Na₂O seramik üretiminde yaygın olarak

kullanılan bir ergiticidir. Alkaliler seramik bünyede sinterleşme sıcaklığının düşürülmesi amacıyla kullanılır. Demir mineralleri 900°C'den itibaren indirgenir ve FeO'ya dönüşür. FeO'da güçlü bir eritici etkiye sahip bileşiktir. Seramik bünye içerisinde yer alan K₂O, Na₂O, FeO ve serbest silika bir araya geldiğinde ötektik oluşturarak camsı faz oluşumu için gerekli sıcaklığın düşürmekte bu da bünyede camsı faz oluşumunu desteklemektedir (Pekdemir, 2008). Çizelge 4.15'ten numunelerin küçülme ve su emme değerleri göz önüne alınıp değerlendirildiğinde, tüvenan cevherde %7,8 küçülme ve %0,04 su emme olurken manyetik ayırma sonrası manyetik olmayan üründe bu değerler sırası ile %2,4 ve %16,93 olmaktadır. Normalde cevherden safsızlıkların uzaklaştırılması ile küçülme değerindeki azalış demir minerallerinin yapıdan uzaklaştırılması ve potasyum kaynağı olan mikroklin içeriğinin albit göre artması ile açıklanabilir (Şekil 4.9). Çünkü mikroklin ile albit mevcut şartlarda yeterince sıvı faza geçemeyerek taneler arası bağlanmalar oluşmamaktadır. Bu da manyetik olmayan ürünün tablet boyutunda pişirme ile tüvenaninkine göre daha az küçülme olmasının nedenini açıklamaktadır. Su emmedeki artış ise tüvenan ürüne göre manyetik olmayan üründe camsı faz oluşumunun tam gerçekleşmemesi nedeniyle oluşan açık gözeneklerden kaynaklanacağı düşünülmektedir. Çizelge 4.15'te negatif olarak gösterilen küçülme değerleri yani boyutsal büyümedeki artış düşük pişme sıcaklığı ve numunelerin kil içeriğindeki azalmadan dolayı olmaktadır. Aynı şekilde tüvenan ve zenginleştirilmiş ürünlerin beyazlığındaki değişimi gösteren L değerindeki artış demir ve titan minerallerinin önemli miktarda uzaklaştırıldığını açık bir şekilde göstermektedir. Fakat cevherin zenginleştirilmesi ile safsızlıklar uzaklaştırılırken a (kırmızılık) ve b (sarılık) değerlerindeki artış cevherin doğal renginden ileri gelmektedir. Manyetik olmayan öğütülmüş -212+38 µm boyutlu malzemeye kalsiyumlu mineral flotasyonu batan ürünün sinterlenmiş numuneleri kıyaslandığında renk L değerinde azalma olduğu görülmüştür. Bu durum üründen kalsiyumlu mineral uzaklaştırıldığının önemli bir göstergesidir. Literatürde yapılan çalışmalarda seramik bünyeye CaO ilavesinin renk L değerini yani beyazlık değerini arttırdığını göstermektedir (Ersoy, 2015).

4.4. Yüzey Pürüzlülüğü

Zenginleştirilmiş numuneler albit ve mikroklin mineralleri açısından yüksek saflıkta olduğundan ve bu minerallerin tek başlarına ergime sıcaklıkları yüksek olduğundan dolayı tek hammadde olarak yer karosu pişirim şartlarında sinterlenememiş ve pürüzlülük ölçümleri gerçekleştirilememiştir. Numuneleri sinterleyebilmek amacıyla her birinin içerisine ayrı ayrı %50 oranında kil ilave edilerek bünye hazırlanmış ve yer karosu pişirim şartlarında sırlı ve sırsız olacak şekilde pişirilerek sinterleme özellikleri, yüzey görüntüleri ve optik görüntüleri

incelenmiştir (EK 3, EK 4, EK 5). Zenginleştirme çalışmaları sonucu malzemelerin yüzey pürüzlülüklerindeki değişimlerin görülmesi açısından numuneler sinterlendikten sonra sırlı ve sırsız tabletlere yüzey pürüzlülüğü ölçümleri yapılmıştır. Sinterlenen tabletlerin yüzey pürüzlülüğü ölçümleri Çizelge 4.16’da verilmiştir. Seramik üretiminde bünynenin sırla kaplanması işlemi bünneyle aynı zamanda pişirme işlemine tabi tutularak yapılmaktadır. Bundan dolayı hazırlanan bünyelerde gaz çıkışları sırasında yüzeyde oluşan gözenekler ve pürüzlülük yüzeydeki ergimeden dolayı camlaşarak kaybolmaktadır. Fakat sırlı seramik üretiminde bünyedeki gaz çıkışı sır ergimeye başladıktan sonra gerçekleşirse ve sır yeterince yüzeye yayılıp delikleri kapatamazsa yüzeydeki sır tabakasında kalıcı pürüzlenmeye neden olmaktadır. Yani sırlı seramiklerde yüzey pürüzlülük ölçümleri cevher bünyesinde yeralan safsızlıkların uzaklaştırılmasının seramik pürüzlülüğüne olan etkisini açıklamada daha anlaşılır sonuçlar vermektedir.

Çizelge 4.16. Sinterlenmiş numunelerin yüzey pürüzlülüğü ölçümleri

Numune Bilgisi / Yüzey Pürüzlülüğü Sonuçları	SIRSIZ				SIRLI		
	% Su emme	Ra (µm)	Rz (µm)	Rt (µm)	Ra (µm)	Rz (µm)	Rt (µm)
%50 Kil + %50 Tüvenan nefelinli siyenit	6,35	2,587	15,667	20,946	0,177	0,858	1,385
%50 Kil + %50 Manyetik olmayan ürün - 2+0,150 mm	0,45	1,541	9,946	12,378	0,185	0,983	1,493
%50 Kil + %50 Manyetik olmayan öğütülmüş - 212+38 µm	1,86	1,759	10,859	14,418	0,178	0,850	1,253
%50 Kil + %50 Flotasyona Beslenenin Şlamı - 38 µm	0,04	1,373	8,840	11,809	0,205	0,964	1,414
%50 Kil + %50 Kalsiyumlu mineral flotasyonu batan ürün	4,87	2,396	15,549	21,292	0,170	0,932	1,419
%50 Kil + %50 Mika mineral flotasyonu batan ürün	4,46	2,286	14,957	21,483	0,165	0,925	1,490
%50 Kil + %50 Kalsiyumlu mineral flotasyonu yüzen ürün	12,00	2,853	17,082	22,942	0,248	1,278	1,901
%50 Kil + %50 Mika mineral flotasyonu yüzen ürün	0,85	1,622	8,826	12,249	0,212	1,088	1,724

Çizelge 4.16’den görüldüğü üzere sırsız ürünlerin yüzey pürüzlülükleri incelendiğinde numunelerin su emme değerleriyle doğru orantılı olarak değiştiği görülmektedir. Malzemelerin su emmesi, açık gözeneklere dolan su miktarını belirlediğinden, malzemelerdeki açık gözenek miktarı arttıkça, su emmesi de artmaktadır. Görünür porozite ise, açık gözenek miktarını ifade etmek olup, görünür porozite ve su emme birbirleriyle doğru orantılı olarak değişmektedir (Gültekin ve ark., 2016). Sırlı ürünlerde ise bünyedeki gaz çıkışı, genleşme vb. reaksiyonlar yüzeydeki sır ergimeden tamamlanması gerekmektedir. Aksi takdirde yüzey hatalarına neden olabilmektedirler. Mika grubu minerallerin literatürdeki DTA

(diferansiyel termal analiz) ve TGA (termogravimetrik analiz) sonuçları incelendiğinde muskovit mineralinin 820-920°C aralığında dehidroksilasyon (yapısındaki hidroksil iyonlarının ısıtmaya bağlı kaybolması) reaksiyonu olduğu görülmektedir. Biotit'in ise 500-600°C aralığında yapısındaki demir oksitlenmekte ve biyotit'in bir varyasyonu olan flogopit ise 900-1200°C aralığında dehidroksilasyon reaksiyonu olduğu görülmektedir (Földvári, 2011). Literatür araştırmalarıyla birlikte sırlı ürünlerdeki yüzey pürüzlülüğü verileri incelendiğinde kalsiyumlu mineral flotasyonu ile elde edilen yüzen ürünün yüzey pürüzlülüğüne en fazla etki eden numune olduğu görülmektedir. Kalsit tane boyutu arttıkça sıcaklıkla parçalanma oranı azalmaktadır. Literatürde yapılan çalışmalarda kalsit tane boyutuna bağlı olarak 1000°C bozunmadan ortamda kalan kalsit olduğu görülmüştür (Suleiman ve ark., 2013). Yani kalsitin bozunması sırasında gaz çıkışı 1000°C'nin üzerinde devam etmektedir. Bu da kalsitin parçalanması nedeniyle sırda oluşabilecek pürüzlülüğü açıklamaktadır. Mika mineral flotasyonu yüzen ürününde de yüzey pürüzlülüğü yüksek çıkmıştır. Yukarıdaki mika mineralleriyle ilgili literatür açıklamaları bu durumu açıklamaktadır. Flotasyon öncesi atılan -38 µm boyutundaki malzemenin sırlı pişiriminde diğer malzemelere göre yüzey pürüzlülüğü yüksek çıkmıştır. Bunun nedeni ise malzemenin tane boyutu azaldıkça kimyasal analizinde artan % CaO ve % Fe₂O₃, yapısındaki biyotit ve kalsiyumlu mineral artışıyla açıklanmaktadır.

BÖLÜM 5

SONUÇ VE ÖNERİLER

Kırşehir Bölgesi Nefelinli Siyenitlerinden Seramik Sektörüne Uygun Hammadde Üretimi başlıklı tez çalışmasında seramik için ergitici camsı faz oluşturma açısından önemli bir bölgesel hammadde olan nefelinli siyenitin alkali içeriğinin yükseltilmesine ve cevherin içerdiği demir ve titan gibi seramikte renk problemi yaratan safsızlıklarının manyetik zenginleştirme ve flotasyon gibi cevher zenginleştirme yöntemleriyle uzaklaştırılarak seramik kalite feldspat üretimi amaçlanmıştır. Bu kapsamda öncelikle nefelinli siyenit cevheri boyut küçültme, boyuta göre sınıflandırma işlemlerine tabi tutulmuş ve ardından kuru manyetik ayırma ve flotasyon yöntemleriyle zenginleştirilmeye çalışılmıştır. Zenginleştirme işlemleri sonrası elde edilen ürünler kimyasal analiz ve mineralojik analizere tabi tutularak zenginleştirme proseslerinin sonuçları değerlendirilmiş ve sonuçlar tartışılmıştır. Zenginleştirme işlemleri sonrası elde edilen ürünler, her bir zenginleştirme kademesi sonrası cevherden uzaklaştırılan safsızlığın cinsine bağlı olarak yer karosu seramik üretiminde, pişirme işlemleri sonrası seramik yüzeyinde meydana getirdiği kusurların araştırılması ve incelenmesi için yüzey pürüzlülük ölçümleri ve seramik testleri yapılmıştır. Geleneksel yer karosu üretim prosesi bünne ve granül hazırlama, şekillendirme, kurutma, sırlama ve pişirim işlemlerinden oluşmaktadır. Seramik bünne üretiminde hammadde kaynaklı hataların seramik prosesine girmeden önce bertaraf edilmesi pişirim sonrası oluşabilecek hatalı karoların oluşma olasılığını minimuma indirecektir. Sonuç olarak direk tüvenan hammadde kullanımı yerine sektöre uygun kalitede malzemelerin seramik reçetelere eklenmesi, üretim süreçlerinde kalite kontrolünü kolaylaştıracak ve hammaddeden kaynaklı üretim hatalarını azaltarak işletmeler için hem ekonomik hem de çevresel problemleri azaltacaktır.

Manyetik zenginleştirme işlemleri sonrası cevherin bünyesinde yer alan demirli minerallerin önemli miktarı uzaklaştırılmıştır. Cevherin manyetik zenginleştirme işlemleri sonrası demir içeriği %0,81'den %0,31'e düşmüştür. Mineralojik analizler sonucu, cevherden demirli mika minerali olan siderofillit'in uzaklaştırılması cevherdeki demir içeriğinin düşüşüne neden olmuştur. Cevherin toplam alkali (Na_2O ve K_2O) içeriği %12,52'den %13,14'e artarken, CaO içeriği ise %1,61'den %0,89'a inmiştir. Manyetik zenginleştirme işlemlerinde tüm boyutlarda bant hızının ayırma için etkin bir parametre olduğu görülmüş ve en iyi sonuçlar 160 devir/dk bant hızında elde edilmiştir. Manyetik ayırma deneylerinde kullanılan permroll tipi manyetik ayırıcıda yüksek bant hızlarında hem manyetik kuvvet hem de merkezkaç kuvvetinin ayırmada etkin olduğu görülmüştür. Çünkü burada düşük manyetik

özellik gösteren siderofillit ve manyetik olmayan malzeme arasında merkezkaç kuvveti keskin net bir ayırma neden olarak manyetik ürüne manyetik olmayan ürünlerin karışmasını engellemiştir.

Cevherin yapısındaki mika mineralleri ve kalsiyum oksit kaynağı mineraller pişirim sırasında gaz çıkışı ve genleşme kaynaklı karo yüzeyinde delikler oluşturarak kaliteyi olumsuz yönde etkilemektedirler. Cevherin kimyasal ve mineralojik analizleri cevherde mevcut % CaO artımına neden olan minerallerin kalsit, reinhardbraunsit, florit olduğunu göstermiştir. Bu kalsiyum mineralleri seramik dışında cevherin flotasyonla zenginleştirilmesi sırasında aşırı asit sarfiyatına neden olarak çevre problemlerine de neden olmaktadır. Cevherin % CaO miktarını azaltmaya yönelik olarak yapılan flotasyon deneylerinde R801, R825 ve DER NA7 ile doğal, asidik ve bazik pH'larda yapılan deneyler en iyi sonuçların DER NA7 ile doğal pH'da 500 g/t konsantrasyonunda elde edildiğini göstermiştir. Deneysel çalışmaların yapıldığı cevherin % CaO içeriği %3,1'den %0,4'e düşürülmüştür.

Manyetik zenginleştirme işlemlerine tabi tutularak manyetik ürünlerin uzaklaştırıldığı manyetik zenginleştirme konsantrelerinin kalitesinin artırılmasına yönelik yapılan flotasyon deneyleri üç kademede yapılarak nihai ürünler elde edilmiştir. Flotasyonda ilk kademe % CaO içeriğini düşürmeye yönelik doğal pH'da DER NA7 500 g/t toplayıcı konsantrasyonunda yapılan flotasyonu takiben 2. kademe olarak mika minerallerinin uzaklaştırılmasına yönelik pH 3-3,5 arasında Custamine 9024 ve A4 tipi aminlerle flotasyon deneyleri ardından da ağır minerallerin uzaklaştırılmasına yönelik 3. kademe flotasyon deneyleri Flotisor SM15 ile yapılarak nihai ürün elde edilmiştir. 2. kademe flotasyon deneylerinde kullanılan her iki reaktifte de benzer başarılı sonuçlar elde edilmiştir. Fakat deneylere mika uzaklaştırılmasında Custamine 9024 ile 500 g/t kolektör konsantrasyonunda devam edilmiştir. 3. kademe flotasyon deneylerinde Flotisor SM 15 ile pH 3-3,5'te yapılmıştır. Fakat cevherin demir ve titan içeriğinde bir iyileşme olmamıştır.

Kademeli flotasyon deneyleri sonrası cevherin toplam lakali ($\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$) içeriği %13,14'den %14,01'e çıkmıştır. Kantitatif mineralojik analizler cevherin flotasyon beslemesinden nihai ürün eldesine kadar olan % albit içeriğinin %47'den %50'ye mikroklin içeriği ise %41'den %47'ye çıktığını göstermektedir. Bu durum cevherin potasyum içeriğinin önemli miktarda arttığının açık bir kanıtıdır.

Tüm cevher hazırlama işlemleri sonucu cevherin önemli kalite göstergelerinden biri olan L, a ve b değerleri tüm deney aşamalarında incelenmiştir. Tüvenan cevherde bu değerler sırasıyla 54,61, 3,69 ve 5,86 olarak elde edilirken manyetik zenginleştirme sonrası sırasıyla 84,89, 5,03 ve 9,05 değerleri flotasyon deneyleri sonrası 84,31, 5,41 ve 10,75 olarak elde

edilmiştir. Cevherin beyazlık değeri olan L değerleri üzerinde manyetik ayırmanın önemli bir etkisi olurken, flotasyon deneylerinin L değeri üzerinde bir etkisinin olmadığı ya da cevherden uzaklaştırılan muskovit ve kalsit minerallerinin beyazlık artışını baskıladığı düşünülebilir.

Cevherin yapısında yer alan safsızlıkların cevherin seramik bünyede kullanımında, pişirme işlemi sırasında seramik yüzeyinde meydana gelen hatalara olan etkisini araştırmak için zenginleştirme işlemleri sonrası elde edilen ürünlerle yapılan tabletlere pişirme sonrası yüzey pürüzlülük ölçümleri yapılmıştır. % CaO miktarındaki azalmanın pişirme sonrası cevherin yüzeyinde pürüzlülük değerlerini azalttığı görülmüştür. Ra değeri beslemede sırsız işlemde 3,03 μm 'den 2,74 μm 'ye, sırlıda 0,51 μm 'den 0,48 μm 'ye düşmüştür.

Kademeli flotasyon deneyleri sonrası beslenen ve her bir kademe sonrası elde edilen ürünlerin %50 kille karıştırma işlemi sonrası yapılan tabletlerin % CaO değişiminin, mika uzaklaştırmanın sırlı ürünlerde Ra değeri beslemede 0,178 μm iken sırasıyla 0,170 μm ve 0,165 μm 'ye kadar düştüğü görülmüştür. Ra değerlerindeki azalmanın, safsızlıkların seramik yüzeyde hatalara neden olan önemli etkenlerden olduğunu açıkça göstermektedir.

Bu tezde, Kırşehir nefelinli siyenit tuvenan cevherinin ve zenginleştirilmiş ürünlerinin yer karosu bünyesinde kullanılabilirliği ve etkileri araştırılmıştır. Tez çıktıları göz önüne alındığında, zenginleştirme ürünlerinin sır ve frit üretiminde kullanımına yönelik çalışmaların yapılması uygun olacaktır. Ayrıca, ülkemiz kısıtlı potasyum feldspat kaynakları dikkate alındığında cevherin yüksek potasyum içeriği nedeniyle flotasyon çalışmalarına devam edilerek sodyum ve potasyum feldspat ayırımına yönelik çalışmaların devam ettirilmesi önem arz etmektedir.

KAYNAKLAR

- Bayat O., Arslan V., Cebeci Y., 2005. Combined Application of Different Collectors in the Floatation Concentration of Turkish Feldspars. *Minerals Engineering*, 19 (1): 98–101.
- Bayhan H., Girgin İ., 1993. Bayındır - Akpınar (Kaman) Nefelin Siyenitlerinin Zenginleştirilmesi. *Madencilik*, 32 (2): 19-26.
- Bilir K., Öteyaka B., Uçbaş Y., Bozkurt R., Süer Ü., 1997. Modifiye Flotasyon Kolonunda İri Taneli Feldspatların Zenginleştirilmesi. 2. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, İzmir. 253-261.
- Browning S. J., 1973. Mica Beneficiation. U. S. Bureau of Mines. 662: 4-5.
- Burat F., Kangal O., Onal G., 2005. An Alternative Mineral in the Glass and Ceramic Industry: Nepheline Syenite. *Minerals Engineering*, 19 (4): 370–371.
- Burat F., Kokkilic O., Kangal O., Gurkan V., Celik M.S., 2007. Quartz-Feldspar Separation for the Glass and Ceramic Industries. *Minerals & Metallurgical Processing*, 24 (2): 75-80.
- Das S. Kr., Dana K., Differences in Densification Behaviour of K- and Na-Feldspar-Containing Porcelain Bodies. *Thermochimica Acta*, 406 (1-2): 199–206.
- Demir B.G., Akbulut A., Güngör N., 2015. Endüstriyel Hammadde Olarak Nefelinli Siyenitin Özellikleri ve Avantajları. *Madencilik Türkiye*, (51): 62-64.
- Dondi M., 1994. Compositional Parameters to Evaluate Feldspathic Fluxes for Ceramic Tiles. *Tile & Brick Int.*, 10 (2): 77-84.
- Ersoy G. G., 2015. CaO İlavesi ile Duvar Karosu Bünye Renginin Açılması. Yüksek Lisans Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi, Türkiye.
- Feldspat Raporu, (Şubat 2010). TMMOB, Maden Mühendisleri Odası. 1 Aralık 2017, http://www.maden.org.tr/resimler/ekler/8c09c2ec26db837_ek.pdf
- Földvári M., 2011. Handbook of thermogravimetric system of minerals and its use in geological practice (Vol. 213). Occasional Papers of the Geological Institute of Hungary, Budapest. 82-83.

- Gaied M.E., Gallala W., 2011. Beneficiation of Feldspar Ore for Application in the Ceramic Industry: Influence of Composition on the Physical Characteristics. *Arabian Journal of Chemistry*, 8 (2): 186-190.
- Gökalp T., Ulu E., 1993. Bursa - Orhaneli – Yeşiller Siyenitlerinin Laboratuvar Ölçekli Zenginleştirme Çalışmaları. *Türkiye XIII. Madencilik Kongresi*, 682-694.
- Hacıfazlıoğlu H., 2011. Manyetik Ayırmadaki Son Gelişmeler ve Alternatif Manyetik Ayırıcı Tiplerinin Tanıtılması. *İstanbul Yerbilimleri Dergisi*, 24 (1): 75-93.
- Horasan Ü., 2010. Düşük Sıcaklık Koklaştırması ve Manyetik Zenginleştirme ile Linyitlerden Kül ve Kükürdün Uzaklaştırılması. Yüksek Lisans Tezi. Dumlupınar Üniversitesi, Türkiye.
- Ibrahim S.S., Mohamed H.A., Boulos T.R., 2002. Dry Magnetic Separation of Nepheline Syenite Ores. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 36: 173-183.
- Özer M., (Ekim 2013). İhracat Stratejileri. *Turkishtime*. 27 Ekim 2017, <http://www.timakademi2023.org/backup/wp-content/uploads/2014/01/IHRACAT-STRATEJILERI-EKIM.pdf>
- Jena S.K., Dhawana N., Rao D.S., Misra P.K., Mishra B.K., Das B., 2014. Studies on Extraction of Potassium Values from Nepheline Syenite. *International Journal of Mineral Processing*, 133: 13–22.
- Kademli M., Gulsoy O.Y., 2012. The Role of Particle Size and Solid Contents of Feed on Mica-Feldspar Separation in Gravity Concentration. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 48 (2): 645–654.
- Karagüzel C., Çınar M., Gülgönül İ., Özgen S., Sabah E., 2009. 7. Uluslararası Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, Kuşadası. 196-201.
- Pekdemir A.D., 2008. Kaolinitik Bir Kilin Sinterleşme Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Ankara Üniversitesi, Türkiye.
- Potter M.J., (2004). U.S. Geological Survey Minerals Year book. 27 Ekim 2017, <https://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/feldspar/feldsmyb04.pdf>
- Saklar S., Oktay C., 2003. Yozgat Bölgesi Granitlerinin Feldispat Yönünden Zenginleştirilmesi. *MTA Dergisi*, 127: 103-108.

Salem A., Jazayeri S.H., Rastelli E., Timellini G., 2008. Dilatometric Study of Shrinkage During Sintering Process for Porcelain Stoneware Body in Presence of Nepheline Syenite. Journal of Materials Processing Technology, 209 (3): 1240-1246.

Seramik'in Alfabeti, (b.t.). 26 Haziran 2016,

http://www.serfed.com/content_files/dergi/seramikalfabeti/04_Seramik_Nedir_Kac_Turlu_Seramik_Vardir.pdf

Seyrankaya A., 2003. Muğla-Milas Bölgesi Albit Cevherinden Mika ve Ağır Minerallerin Flotasyon İle Uzaklaştırılması. DEÜ Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi, 5 (3): 171-180.

Suleiman I.E., Abubakar A., Otuoze H.S., Suleiman M.A., Momoh R.O., Aliyu S.N., 2013. Effects of Particle Size Distribution on the Burn Ability of Limestone. Leonardo Electronic Journal of Practices and Technologies 12 (23): 115-130.

Sümer G., Kaya M., 1995. Aydın-Çine Feldspatlarının Flotasyon İle Zenginleştirilmesi. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu. İzmir. 59-69.

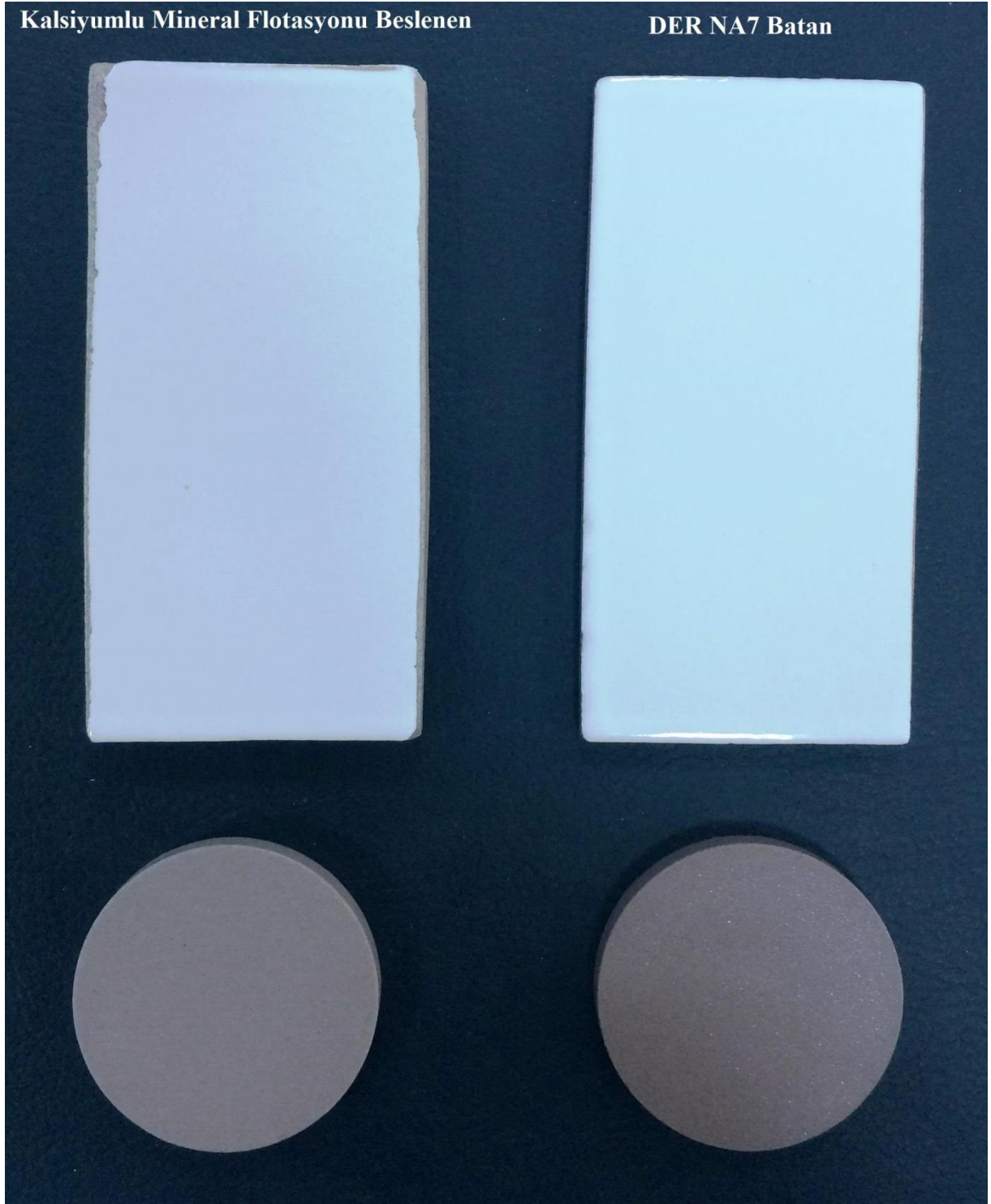
Şahin N., (Temmuz-Eylül, 2008).

Kalsit Hakkında Bazı Bilgiler. Madencilik Bülteni, (86): 48-51. 15 Aralık 2017, http://www.maden.org.tr/resimler/ekler/2d0e1beec7c6f76_ek.pdf.

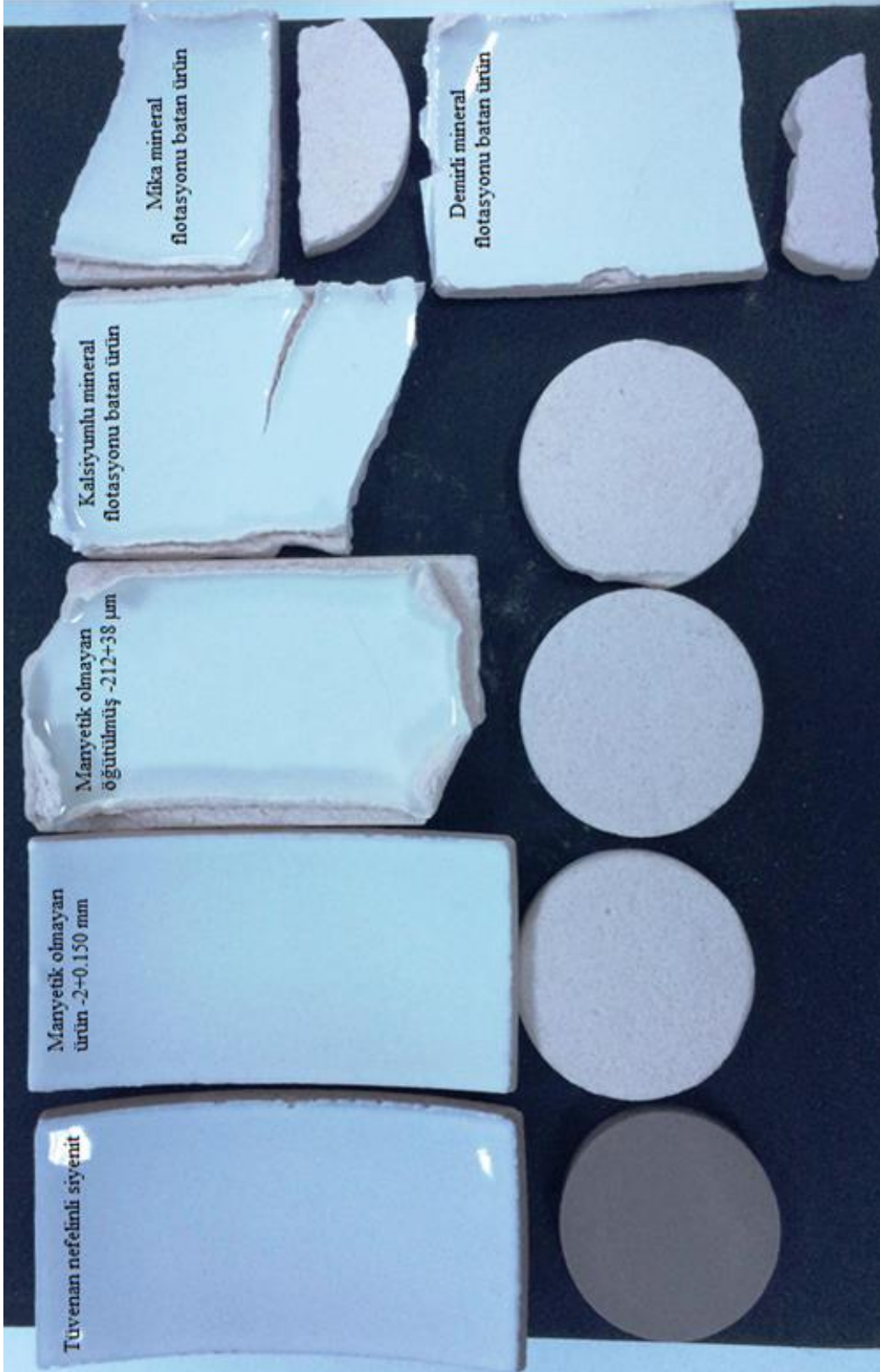
Taçıyıldız E., 2015. Fiziksel Özellikler Açısından İdeal Stoneware Bünyelerin Araştırılması. Uşak Üniversitesi Sosyal Bilimler Dergisi, 8 (3): 21-30.

EKLERİ

EK 1. Kalsiyumlu mineral flotasyonuna beslenen ve batan numuneler sırlı ve sırsız yer karosu pişme sonrası tablet görüntüleri



EK 2. Tüvenan Kırşehir nefelinli siyenit ve zenginleştirme aşamalarından alınan numunelerin yer karosu şartlarında pişirilmiş sırsız ve sırlı tabletlerin görüntüleri



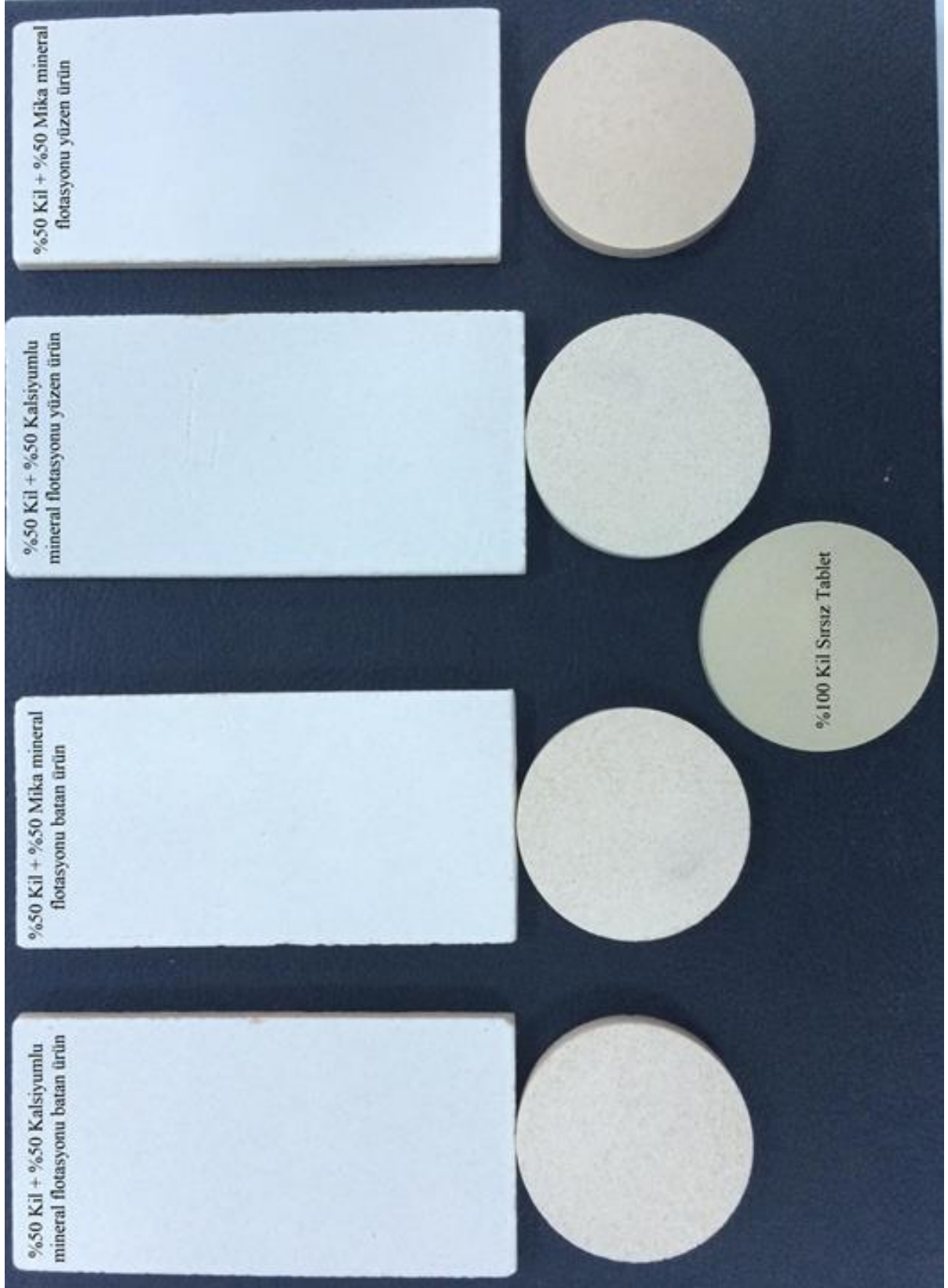
EK 3. Tüvenan Kırşehir nefelinli siyenit ve zenginleştirme aşamalarından alınan numunelerin yer karosu şartlarında pişirilmiş tabletlerin sinterleme özellikleri

Numune Bilgisi	Pres Basıncı: 360 kg/cm ² Fırın Maksimum Sıcaklığı: 1180°C Fırın Süresi: 39 dk.				
	% Küçülme	% Su Emme	Renk		
			L	a	b
%50 Kil + %50 Tüvenan nefelinli siyenit	6,08	6,35	60,85	7,37	9,39
%50 Kil + %50 Manyetik olmayan ürün -2+0,150 mm	6,87	0,45	65,66	5,22	16,4
%50 Kil + %50 Manyetik olmayan öğütülmüş - 212+38 µm	6,99	1,86	71,43	4,45	16,01
%50 Kil + %50 Flotasyona Beslenenin Şlamı -38 µm	7,91	0,04	61,42	4,62	14,7
%50 Kil + %50 Kalsiyumlu mineral flotasyonu batan ürün	6,16	4,87	74,53	4,33	14,71
%50 Kil + %50 Mika mineral flotasyonu batan ürün	6,56	4,46	74,95	4,26	14,29
%50 Kil + %50 Kalsiyumlu mineral flotasyonu yüzen ürün	1,89	12	73,23	3,04	13,63
%50 Kil + %50 Mika mineral flotasyonu yüzen ürün	7,91	0,85	70,25	5,4	16,69

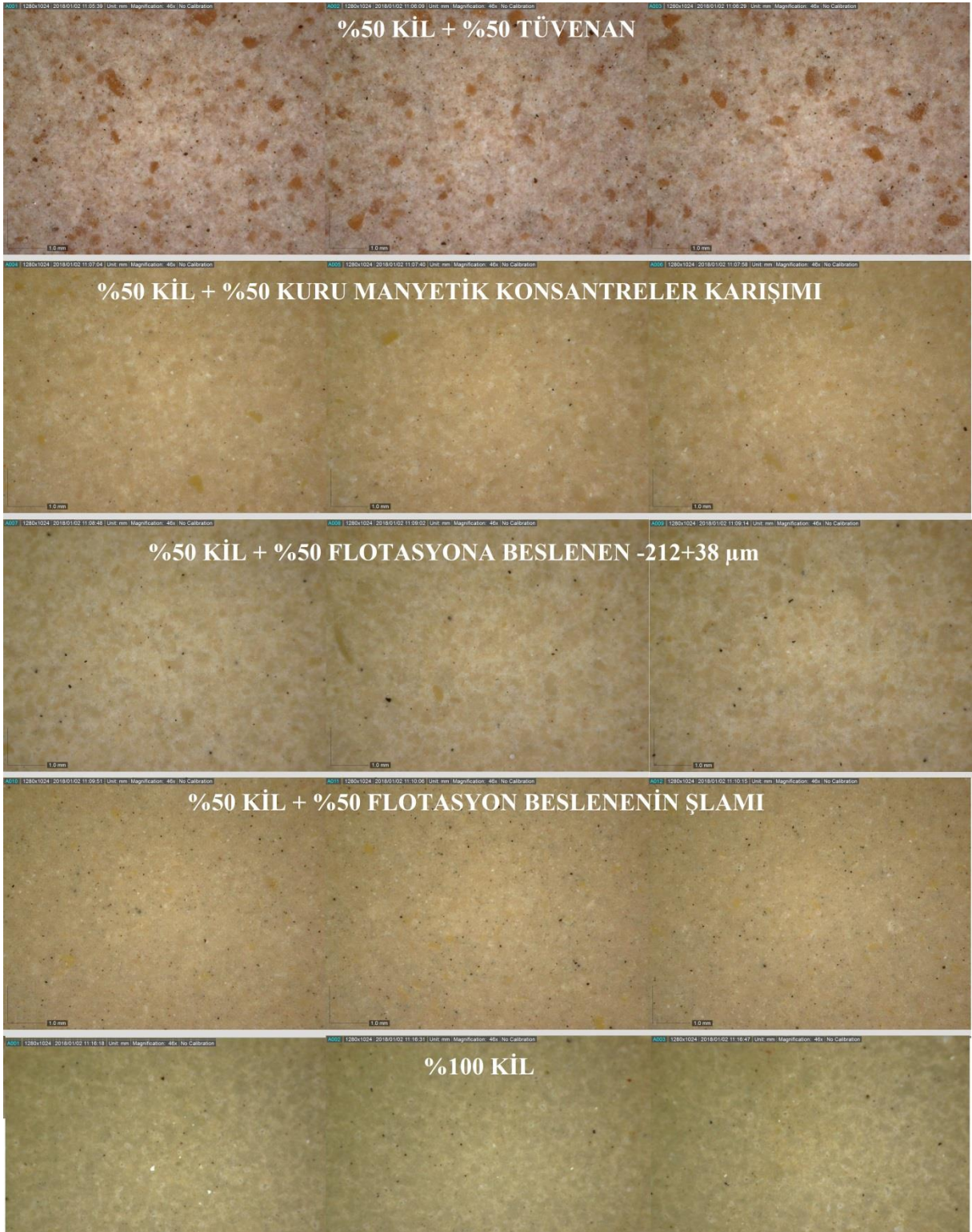
EK 4. Tüvenan Kırşehir nefelinli siyenit ve zenginleştirme aşamalarından alınan numunelerin %50 kil girilerek yer karosu şartlarında pişirilmiş sırsız ve sırlı tabletlerin görüntüleri



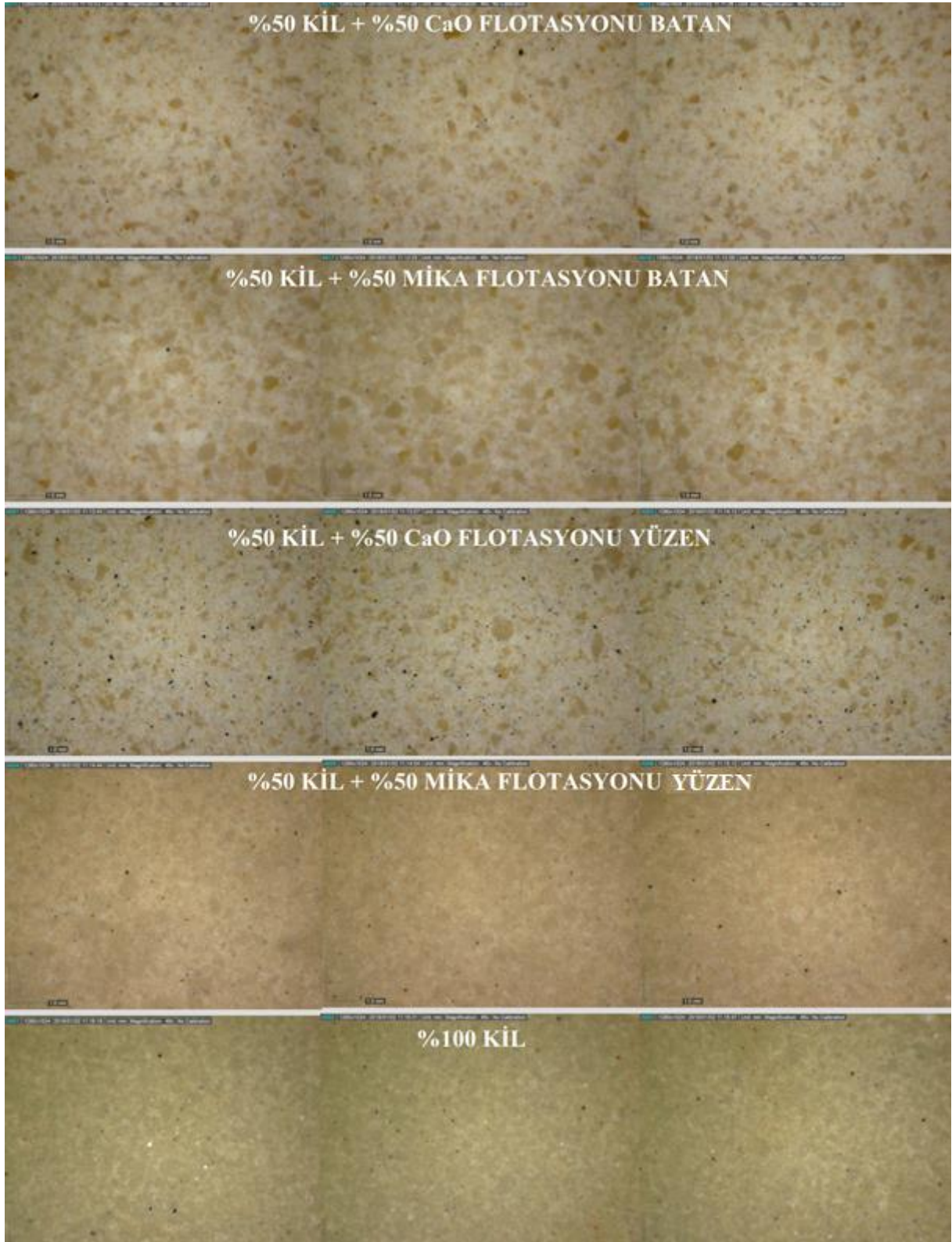
EK 4. Tüvenan Kırşehir nefelinli siyenit ve zenginleştirme aşamalarından alınan numunelerin %50 kil girilerek yer karosu şartlarında pişirilmiş sırsız ve sırlı tabletlerin görüntüleri devamı



EK 5. Yüzey pürüzlülüğü ölçülen numunelerin optik görüntüleri



EK 5. Yüzey pürüzlülüğü ölçülen numunelerin optik görüntüleri devamı



ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı: Emrah DURGUT

Doğum Yeri: Biga

Doğum Tarihi: 17.04.1986

EĞİTİM DURUMU

Lisans Öğrenimi: İstanbul Teknik Üniversitesi Maden Mühendisliği
Bölümü

Yüksek Lisans Öğrenimi: Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Fen
Bilimleri Enstitüsü Maden Mühendisliği Bölümü

Bildiği Yabancı Diller: İngilizce

BİLİMSEL FAALİYETLERİ

a) Yayınlar -SCI –Diğer

Comparação entre as Tecnologias de Moagem a Seco como Referência para os
Parâmetros Tecnológicos do Grânulo Formado", Ceramica Industria, vol.22, no.1,
pp.7-14. (2017)

Development of a semi-wet process for ceramic wall tile granule production Journal of
Ceramic Processing Research. Vol. 16, No. 5, pp. 596-600. (2015)

Development of a semi-wet process for ceramic floor tile granule production, Advances in
Science and Technology Vol. 92, pp 115-120. (2014)

Determination of dry grinding properties of floor tile wastes, Advances in Science and
Technology Vol. 92 pp 121-126. (2014)

b) Bildiriler -Uluslararası –Ulusal

Investigation of The Effects of Clay Impurities on Ceramic Tiles and Novel Methods For
Improvements, XVII. Balkan Mineral Processing Congress 2017

The Benefication of Kirşehir Nepheline Syenite as Ceramic Raw Material, XVII. Balkan
Mineral Processing Congress 2017

Bodurlar Kaolen Ocağının Seramik Hammaddesi Olarak Karakterizasyonu ve Kullanımının Araştırılması, 17. Ulusal Kil Sempozyumu 2017, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi

Kalsit Karışmış Ukrayna Kilinin Kazanımı ve Yer Karosu Engop Reçetesinde Kullanımı, 17. Ulusal Kil Sempozyumu 2017, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi

Comparison of dry grinding technologies as a reference of ceramic granule technological parameters, QUALICER 2016, Castellon-SPAIN

Killerin fiziksel, kimyasal ve mineralojik özelliklerinin plastikliğe olan etkisi, 16. Ulusal Kil Sempozyumu 2015, ÇOMÜ

Şile Bölgesi killerinin mineralojik özelliklerinin reolojik davranışlarına etkisi, 16. Ulusal Kil Sempozyumu 2015, ÇOMÜ

Farklı mineralojik özelliklere sahip killerin pişme davranışına etkisinin incelenmesi, 16. Ulusal Kil Sempozyumu 2015, ÇOMÜ

The recycling of ceramic sludge waste to produce alternative eco-products in ceramic tile factory, EURASIA 2014

The recycling and optimum use of floor tile wastes in the production of ceramic body, EURASIA 2014

Effects of grinding media shape in milling of ceramic raw materials, IMPS 2014

The recycling and optimum use of wall tile wastes in the production of ceramic body, IMPS 2014

c) Katıldığı Projeler

Seramik Bünyelerde Kil Oranının Azaltılması TEYDEB

Nem Kontrollü Karo Bünyelerinin Geliştirilmesi TEYDEB

Masse Üretiminde Yarı Yaş Hazırlama Sistemi Geliştirilmesi TEYDEB

Yeni Öğütme Sistemlerinin Kullanımı ile Alternatif Bünyelerin Geliştirilmesi TEYDEB

Düşük Derecede Sinterlenen İzolatör Massesi Üretimi Araştırılması KALESERAMİK ÖZKAYNAK

Pişmiş Seramik Atıklarının Değerlendirilmesi KALESERAMİK ÖZKAYNAK

Kuzey Irak Masse Reçetelerinin Geliştirilmesi KALESERAMİK ÖZKAYNAK

Yeni Öğütme Sistemlerinin Geliştirilmesi KALESERAMİK ÖZKAYNAK

Yozgat/Yerköy Civarındaki Mağmatik ve Sedimenter Oluşumların

Mineralojisi/Teknolojik Özelliklerinin Tespiti ve Seramik Sektöründe Kullanım

Olanaklarının Araştırılması KALESERAMİK ÖZKAYNAK

Biga Perlitlerinin Yer Karolarında Kullanım Olanaklarının Araştırılması

KALESERAMİK ÖZKAYNAK

Süreç İyileştirme Projeleri KALESERAMİK ÖZKAYNAK

İŞ DENEYİMİ

17.02.2016 - Çan Meslek Yüksek Okulu Öğretim Görevlisi

01.05.2015 – 31.01.2016 Kaleseramik A.Ş. Süreç Ar-Ge Sorumlusu

20.04.2012 – 01.05.2015 Kaleseramik Ar-Ge Merkezi Kaplama Malzemeleri Sorumlusu

02.06.2010 – 20.04.2012 Kaleseramik A.Ş. Ar-Ge & Üretim Mühendisi

İLETİŞİM

E-posta Adresi : emrahdurgut@comu.edu.tr