



Alternatif bir yöntemle üretilen demir tanesinin karakterizasyonu

Elif Arancı Öztürk

Fırat Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Elazığ
earanci@firat.edu.tr ORCID: 0000-0001-8362-7332 Tel: (424) 237 00 00 - 63 69

Yunus Emre Benkli*

Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Erzurum
yebenkli@atauni.edu.tr ORCID: 0000-0001-7318-2552 Tel: (442) 231 60 35

Mustafa Boyrazlı

Fırat Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Elazığ
mboyrazli@firat.edu.tr ORCID: 0000-0002-2340-6703 Tel: (424) 237 00 00 - 63 84

Geliş: 16.04.2019, Revizyon: 26.04.2019, Kabul Tarihi: 28.05.2019

Öz

Bu çalışmada, Elazığ-Keban-Yukarı Çakmak bölgesinde bulunan Hun Madencilik'ten temin edilen ve zenginleştirildikten sonra %67,29 Fe içeren konsantr ve redükleyici olarak da, karbonize edildikten sonra %94,68 C içeren çay tesis atıkları kullanılarak bir mikrodalga fırında demir tanesi üretimi gerçekleştirildi. - 45 µm tane boyutuna sahip konsantr baziklik oranı 1,2 olacak şekilde ayarlandıktan sonra, stokiyometrik oranın 2 katı kadar karbonize ürünle karıştırılıp, soğukta sertleştirilmiş kompozit pelet üretildi. Kurutulduktan sonra soğukta sertleştirilmiş peletler için gerekli mukavemet ve porozite değerine sahip olan kompozit peletler mutfak tipi bir mikrodalga fırında 20 dakika redüksiyon işlemine tabi tutulduktan sonra metal spektrometre cihazında yapılan analizinde %96,6 Fe, %2,4 C, %0,42 Si içerdiği tespit edilmiştir. Elde edilen demir tanesinin cüruftan çok rahat bir şekilde ayrılabilirdiği görüldü. Mikroyapı incelemeleri sonucu elde edilen ürünün, beyaz dökme demir özelliklerine benzer özellikler gösterdiği görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Manyetit; Karbonize çay tesis atığı; Mikrodalga redüksiyonu; Kompozit pelet; Demir tanesi.

* Yazışmaların yapılacağı yazar

Giriş

Mikrodalgalar, frekansları 300 MHz ile 300 GHz arasında değişen elektromanyetik dalgalardır. Bir malzeme mikrodalgaları absorbe ettiğinde, ısı, malzemenin içinde üretilebilir ve ısıtma enerji girişiyle anında gerçekleşir. Mikrodalga ısıtma, gerçekleşen reaksiyonların aktivasyon enerjisini azaltarak reaksiyon hızlarını artırır ve reaksiyonun çok daha düşük sıcaklıklarda meydana gelmesini sağlar. Bu enerji türü, günümüzde, ısıtma, kurutma, liç işlemi, kavurma, ergitme, oksitli minerallerin karbotermik redüksiyonu ve atık yönetimi gibi metalurjik proseslerde kullanılmaktadır. (Standish ve Worner, 1991; Ozmak, 2010)

Türkiye’de özellikle Doğu Karadeniz bölgesinde siyah çay üretimi yapılan fabrikalarda yılda yaklaşık olarak 200.000 ton çay tesis atığı ortaya çıkmaktadır. Büyük bir potansiyele sahip olan çay tesis atığı çürümeye terk edilerek yok edilmesi sebebiyle çevresel problemlere sebep olmaktadır. (Kütük, 2000) Son yıllarda, bu atıklar, organik gübre (Yalınkılıç vd., 1996; Kütük, 2000), mantar ve süs bitkisi yetiştirme ortamı (Gülser ve Pekşen, 2003; Ersoy, 2007), ses yalıtım malzemesi (Demirbaş, 1999) olarak kullanımı; briketleme (Demir, 2006; Orhan ve Büyükgüngör, 1993) yoluyla yapı malzemesi olarak değerlendirilmesinin yanı sıra, sulardan ağır metal adsorpsiyonu (Gündoğdu vd., 2007; Malkoç ve Nuhoglu, 2004; Tiftik, 2006), piroliz yoluyla sıvı ve gaz ürünlere dönüştürülmesi (Çağlar, 2004; Küçükcalı, 2015), aktif karbon/adsorbent üretiminde hammadde olarak kullanılması (Gürten, 2008), karbon nano tüp sentezi (Güler vd., 2017) gibi çalışmalarla değerlendirilmeye çalışılmıştır.

Laboratuvar ölçekli kutu tipi fırın içerisinde demir oksitlerin redüksiyonu üzerine çalışma yapan bazı araştırmacılar, manyetit saf demire redüksiyon işleminden sonra fırın sıcaklık ve bekleme süresine bağlı olarak 3 değişik kimyasal ve fiziksel oluşumda ürün elde edildiğini belirtmişler ve bu ürünleri “Direkt Redüklemiş Demir (DRI)”, “Geçişli Direkt

Redüklenmiş Demir (TDRI)” ve “Demir Tanesi” olarak adlandırmışlardır (Benkli, 2008; Kawatra vd., 2005; Qiu vd., 2003).

Geleneksel pik demir üretimi yüksek fırınlar ve yan tesislerden oluşan entegre tesislerde gerçekleştirilir. Oysa demir tanesi olarak adlandırılan ürün, pik demire göre daha kaliteli bir ürün olup daha ekonomik bir şekilde üretilmektedir.

Dökme demir en önemli ve en çok kullanılan döküm alaşımıdır.(Górny ve Fras, 2012) Dökme demirler, diğer alaşım elementlerine ek olarak %2-4 karbon ve %1-3 silisyum içerirler. Çelik ve çelik dökümden farklı olarak dökme demir, son fazın bir ötektik dönüşümle katılaşmasını sağlayan karbon içerikli (en az %2,03) bir döküm alaşımı olarak tanımlanır. (Górny ve Fras, 2012) Dökme demirler heterojen alaşımlar olarak katılaşır ve mikro yapısında her zaman birden fazla faza sahiptir. Demir karbon alaşımlarının katılaşması sırasında karbon, östenit ve ötektik sementit (Fe_3C) ürününde veya grafitte katı çözeltili halinde dağıtılır.

Bu çalışmada, demir tanesi üretimi alternatif bir yöntemle, yerli cevher ve çay tesis atığı karbonizasyon ürünü kullanılarak bir mikrodalga fırın içerisinde gerçekleştirildi ve bu ürünün mikroyapı incelemeleri yapıldı.

Materyal ve Yöntem

Materyal

Çalışmalarda Elazığ-Keban-Yukarı Çakmak bölgesinde bulunan Hun Madencilik’ten temin edilen ve zenginleştirildikten sonra %67,29 Fe içeren hematit–manyetit (%70 Fe_3O_4 , %30 Fe_2O_3) karışımli -45 μm tane boyutundaki konsantre kullanıldı. Redükleyici olarak, karbonize edildikten sonra %94,68 C içeren çay tesis atıkları kullanıldı. Soğukta sertleşen kompozit pelet üretimi için baziklik oranı ayarlanırken flaks olarak %97,5 saflıkta kalsine kireç taşı (CaO) kullanılmıştır. Deneylerde kullanılan konsantrenin kimyasal bileşimi Tablo 1’de, konsantrenin X-ışınları difraksiyon paterni Şekil 1’de verilmiştir. Konsantrenin, ICP ve XRF analizleri Kanada-ACME Lab’da ve Skyray Instrument Explorer 5000 el tipi XRF

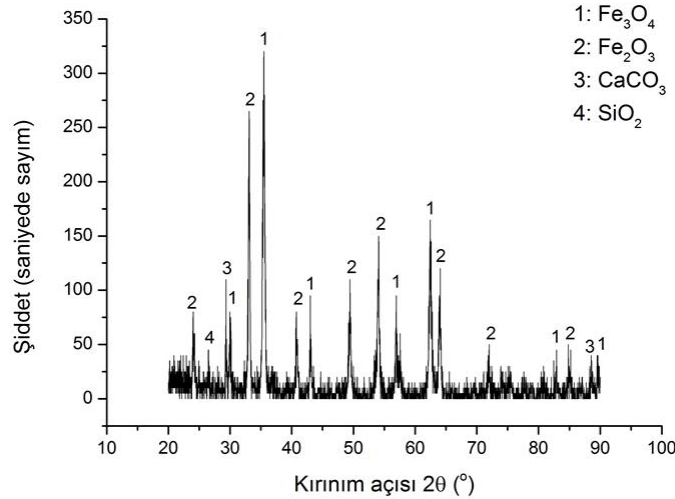
cihazında, XRD analizi Fırat Üniversitesi Merkez Laboratuvarı'nda bulunan Bruker D8 Advance cihazında yapılmıştır. XRD Cu-K α radyasyonu ile 20°-90° aralığında 0,02° adımla gerçekleştirilmiştir. SEM/EDX analizleri, Zeiss Evo MA10 cihazı ile Fırat Üniversitesi Merkez Laboratuvarı'nda yapılmıştır.

Elde edilen demir tanesinin karakterizasyon çalışmalarında DIGIROCK sertlik ölçüm cihazında 10 kg'lık ön yüklemeye 150 kg'lık ana yük ve elmas koni uç ile Rockwell makro sertlik ölçümleri yapılmıştır. Mikro sertlik ölçümleri ise Tronic, Digital Microhardness Tester HV-1000 cihazında 0,49 N (50 gf) yük ile 15 s yükleme yapılarak Vickers metoduyla numunenin farklı bölgelerinde gerçekleştirilmiştir. Gaziantep Çelik Döküm Fabrikası'nda bulunan Foundry-Master metal spektrometresi ile kimyasal bileşim incelemesi yapılmıştır. PME Olympus Tokyo markalı optik

mikroskop ile farklı büyütme oranlarında mikroyapı incelemesi gerçekleştirilmiştir.

Tablo 1. Elazığ-Keban-Yukarı Çakmak köyü cevheri zenginleştirme sonrası (konsantre) kimyasal bileşimi

Bileşen	Miktar(%)	Bileşen	Miktar(%)
Fe	67,29	MgO	0,12
SiO ₂	1,8	Na ₂ O	<0,01
Al ₂ O ₃	0,26	MnO	0,09
CaCO ₃	2,43	Cr ₂ O ₃	0,116
K ₂ O	<0,01	P ₂ O ₅	<0,01
TiO ₂	<0,01	Pb	0,015
Ni	0,028	S	0,002
Ba	<0,005	Co	0,007
Zn	0,99	Cu	0,006
P	0,007	Kızdırma kaybı	0,3

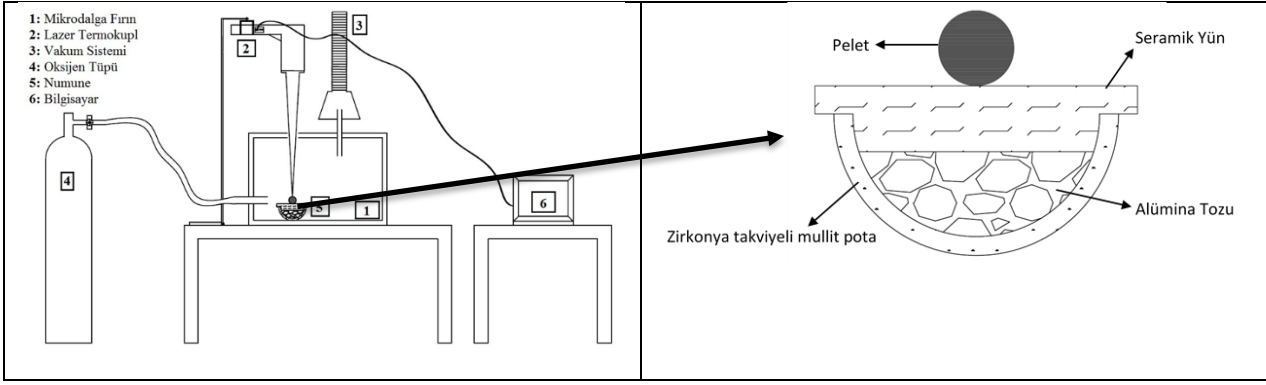


Şekil 1. Konsantreye ait X-ışınları difraksiyon paterni

Metot

DeneySEL çalışmalarda, -45 µm tane boyutundaki %30 hematit, %70 manyetit içeren konsantre stokiyometrik oranın iki katı karbonize ürün ve baziklik oranı 1,2 olacak

şekilde karıştırılıp kompozit peletler hazırlanmıştır. Deneylerin yapıldığı düzenek ve kullanılan pota tasarımı Şekil 2'de verilmektedir.



Şekil 2. Redüksiyon deneylerinin yapıldığı düzenek ve kullanılan pota tasarımı

DRI/TDRI/demir tanesi gibi pik demire alternatif ürünlerin üretiminde kullanılan ve “kendinden redüklenebilir pelet, soğukta sertleştirilmiş pelet, kompozit pelet” gibi isimlerle anılan aglomeraların yüksek fırın sistemlerine beslenen aglomeralar ile aynı mukavemet ve porozite değerine sahip olmasına gerek duyulmaz. Çünkü bu ürünlerin üretiminde kullanılan fırınlarda (örneğin döner hazneli fırınlar) düşük yükseklikteki pelet katmanları oluşturulduğu için peletin üzerine minimum yük binmektedir. Ancak ticari boyuttaki bir üretim tesisinde taşıma gibi işlemlerde nispeten düşük bir basma mukavemeti gerektirmektedir. İstenen bu mukavemetin de yaklaşık olarak 300 N/pelet olduğu belirlenmiştir (Agrawal vd., 2000). Kompozit peletlerin hazırlanması deneylerinde bağlayıcı olarak, önce %30’luk melas çözeltisi tek başına kullanılmış, ancak mikrodalga fırında gerçekleştirilen işlemler sırasında peletlerin parçalanmasından dolayı, sonraki çalışmalarda melas ve jöle kombinasyonları denenmiş mukavemet bakımından en uygun sonucun alındığı %30’luk melas çözeltisinden kullanılan malzemenin (konsantre + flaks + redükleyici) %10’u kadar alınıp ve bu çözelti içerisine %3 jöle ilavesi yapılarak hazırlanan peletler kullanılmıştır. Üretilen kompozit peletler 200°C’de 2 saat kurutma işlemine tabi tutulduktan sonra mikrodalga işleme maruz bırakılmışlardır.

Karbonun yanma reaksiyonu iki kademe oluşur. Önce havanın içindeki oksijen karbon ile reaksiyona girerek CO₂ oluşturur:



Havanın içindeki oksijenin bitmesine takiben (1) numaralı reaksiyon sonucu oluşan CO₂ gazı karbonla birleşerek CO oluşturur:



(2) numaralı reaksiyon Boudouard reaksiyonu olarak bilinir ve yüksek sıcaklıklarda sistemde hemen hemen hiç CO₂ kalmayana kadar devam eder (Hunt vd., 2013; Jin vd.,2016).

Kompozit peletlerin bünyesinde bulunan karbonun Boudouard reaksiyonunu gerçekleştirebilmesi ve gerekli ısıyı verebilmesi için ortama 2 l/sa. hızla oksijen gazı beslemesi yapılmış, fırın içerisinde oluşan gazlar ise vakumlanarak ortamdaki uzaklaştırılmıştır.

Elde edilen demir tanesinin karakterizasyon çalışmalarında DIGIROCK sertlik ölçüm cihazında 10 kg’lık ön yüklemeyle 150 kg’lık ana yük ve elmas koni uç ile Rockwell makro sertlik ölçümleri yapılmıştır. Mikro sertlik ölçümleri ise Tronic, Digital Microhardness Tester HV-1000 cihazında 0,49 N (50 gf) yük ile 15 s yükleme yapılarak Vickers metoduyla numunenin farklı bölgelerinde gerçekleştirilmiştir. Gaziantep Çelik Döküm Fabrikası’nda bulunan Foundry-Master metal spektrometresi ile kimyasal bileşim incelemesi yapılmıştır.

Uygulama ve Başarımlar

Mikrodalga fırında, manyetit konsantresi, karbonize çay tesis atığı, flaks ve bağlayıcı kullanılarak hazırlanan kompozit peletler üzerinde gerçekleştirilen deneyler esnasında cüruf oluşum reaksiyonları ve saf demir elde edilmesine yönelik demir oksit reaksiyonları gerçekleşmiştir. Kompozit peletlerin mikrodalga fırında farklı sürelerde işleme tabi tutulması sonucu elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3'de verilmiştir.

Şekil 3 (a)'daki SEM görüntüsünde koyu bölgeler kompozit pelet bünyesindeki manyetit taneciklerinin bazılarının redüklenmediğini, gümüş renginde beyaz metalik parlaklığa sahip kısımlar ise redüklenmiş bölümleri göstermektedir. Buna karşılık, Şekil 3 (a),(b),(c) ve (d)'de verilen SEM görüntülerinde indirgenmiş ve indirgenmemiş kısımlar arasında belirgin bir sınırın olmadığı görülmektedir.

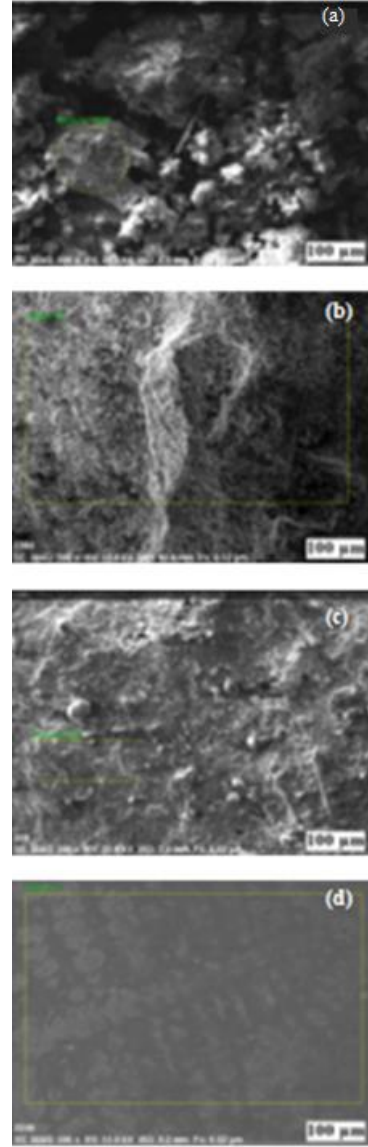
Çalışmalarda işlem süresine bağlı olarak, kompozit peletin dış kısmında gözenekli şekilde indirgenmemiş ürün kabuk şeklinde oluşurken, kompozit peletin iç alanında tamamen indirgenmiş, ergimenin gerçekleştiği ve metalik bir çekirdeğin olduğu görüldü. İşlem süresinin artmasıyla reaksiyona girmemiş kabuk neredeyse tamamen kaybolduğu ve numunenin metalik hale geldiği görüldü.

Fırından alınan numunelerin, cüruftan ayrıldıktan sonraki X-ışınları difraksiyon paterni Şekil 4'te görülmektedir.

Kompozit peletlerin indirgmeden önce esas olarak Fe_2O_3 ve Fe_3O_4 'ten oluştuğu konsantrenini XRD analizinden görülebilir.

Fe_2O_3 'ün X-ışınları difraksiyon paternindeki piki, mikrodalga fırında 10 dakika boyunca gerçekleştirilen işlem sonucu kaybolmuş, FeO ve Fe'yi temsil eden pikler ortaya çıkmıştır. 15 dakikalık redüksiyon işleminden sonra Fe_2O_3 'ün tamamı, Fe_3O_4 'ün büyük bir bölümünün FeO ve Fe'ye dönüştüğü görülmüştür. 20 dakikalık mikrodalga işlem sonunda alınan XRD görüntülerinde, 10 ve 15 dakikalık numunelerde

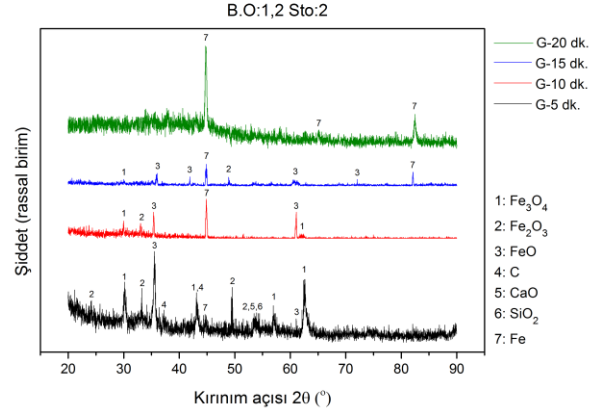
görülen FeO pikleri ortadan kaybolurken, Fe'nin pik yoğunluğu, FeO'nun hemen hemen hepsinin Fe'ye indirgenmediğini göstermektedir. 5 dakika işlem gören numunenin XRD piklerinde görülen CaO ve SiO_2 pikleri ise, metalin cüruftan tam olarak ayrılmadığı anlamını taşımaktadır. Literatürde bu tür ürünler geçişli sünger demir olarak adlandırılmaktadır (Benkli vd., 2017; Benkli vd., 2018)



Şekil 3. Mikrodalga fırında (a) 5 dakika, (b) 10 dakika, (c) 15 dakika ve (d) 20 dakika işlem gören peletlerin SEM görüntüsü

Karakterizasyon

Mikro yapısal inceleme, dökme demirlerin tanımlanması için en etkili teknik olup, karbonun majör kısmının demirde meydana geldiği biçim ve şekle dayanır. Tablo 2’de alaşımsız dökme demirler ve yüksek fırın pik demiri için kimyasal bileşim aralıkları yaklaşık olarak verilmiştir.



Şekil 4. Mikrodalga fırında işlem gören peletlerin cüruftan ayrıldıktan sonra X-ışınları difraksiyon paterni

Tablo 2. Alaşımsız dökme demirler ve yüksek fırın pik demiri için kimyasal bileşim aralıkları (Kawatra vd., 2005; Smith., 1993)

Element	Yüksek fırın pik demir, %ağ. (Kawatra vd., 2005)	Beyaz dökme demir, %ağ. (Smith, 1993)	Gri demir, %ağ. (Smith, 1993)	Dövülebilir demir, %ağ. (Smith, 1993)	Sfero demir, %ağ. (Smith, 1993)
C	4-5 (doymuş)	1,8-3,6	2,5-4,0	2,00-2,60	3,0-4,0
Si	0,3-1	0,5-1,9	1,0-3,0	1,10-1,60	1,8-2,8
S	0,03	0,06-0,2	0,02-0,25	0,04-0,18	<0,03
P	<1	0,06-0,18	0,05-1,0	<0,18	<0,10
Mn	0,1-2,5	0,25-0,80	0,25-1,0	0,20-1,00	0,10-1,00

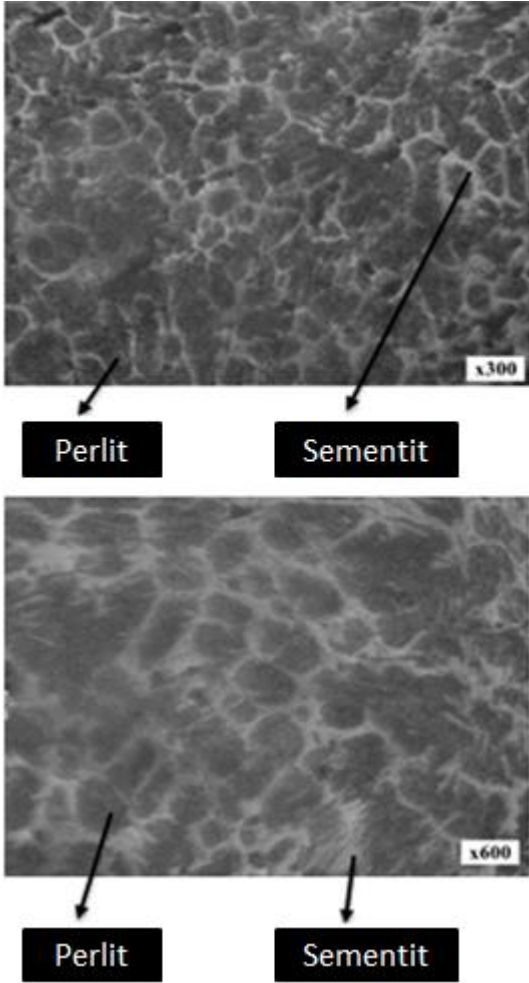
Bu bölümde elde edilen demir tanesinin mikro yapı incelemeleri gerçekleştirilmiş olup optik mikroskop görüntüleri, XRD ve SEM görüntüleri yorumlanmıştır. Ayrıca numunenin EDX analizleri, mikro ve makro sertlik ölçümleri yapılmıştır.

Peletin mikrodalga fırın içerisinde oksijen gazı atmosferinde 20 dakika işleme tabi tutulması sonucu elde edilen demir tanesinin yapısı incelenmiş ve demir-karbon denge diyagramında beyaz dökme demir olarak adlandırılan bölgeye denk geldiği görülmüştür. Beyaz dökme demir kararlı demir-karbon denge diyagramına göre %100 sıvı formundan katılaşmaya başlar (Kawatra vd., 2005).

Manyetit, demire indirgeniğinde, karbon yavaş yavaş metalde çözünüp demirin ergime sıcaklığını düşürerek ergimenin gerçekleşmesine sebep olur. Bu ergiyeğin soğutulma şekli ve hızı, çeşitli dökme demir yapılarından birini oluşturur.

Metalografik inceleme

Numune metalografik incelemeler için polyester reçine ile soğuk bakalite alındıktan sonra, zımparalama işlemlerinin ardından parlatılıp %4 nital ile dağlanmış ve optik mikroskopta 300x ve 600x büyütme oranlarında görüntüleri kaydedilmiş ve Şekil 5’te gösterilmiştir.



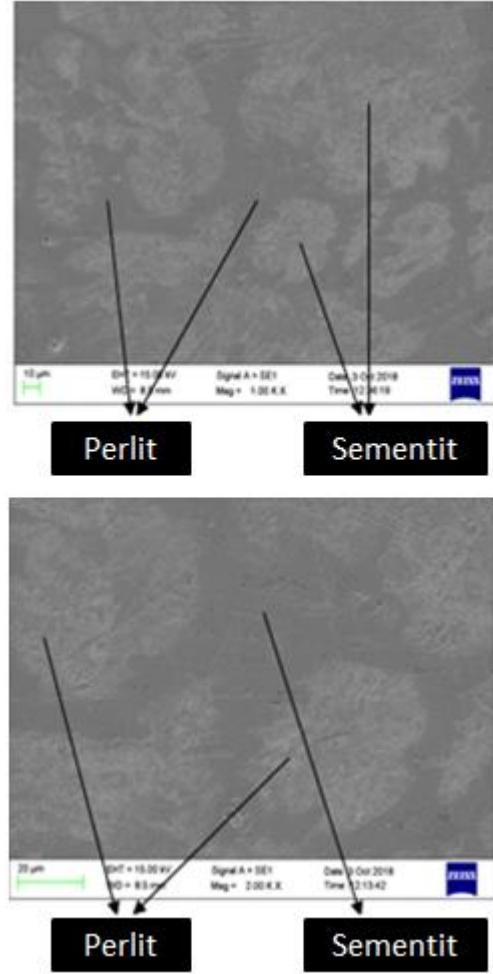
Şekil 5. Numunenin %4 nital ile dağlandıktan sonraki optik mikroskopta elde edilen mikro yapısı

Yapıda koyu renkte görülen bölgeler perlit, perlit bölgelerinin etrafını saran ağsı beyaz renkli alanlar ise sementittir. Demir taneleri ilk dönüşüm sırasında, γ -Fe/sıvı faz sahasından geçerken östenit dendritlerine dönüşmüştür. Daha sonra bu birincil ötektik östenit perlite dönüşür (lamelli demir karbür (Fe_3C) ve α -ferrit tabakaları). 1147 °C'ye erişildiğinde, geriye kalan sıvı, östenit (soğuduğunda perlite dönüşür) ve demir karbür (Fe_3C) içeren bir ötektik morfolojiye katılır.

SEM Analizleri

Şekil 6'da verilen SEM görüntülerinde farklı yönelmiş perlit yapılarının bir araya gelerek oluşturduğu bir parmak izi görüntüsüne sahip oluşum ve bu oluşumun etrafını saran Fe- Fe_3C

denge diyagramındaki en sert faz olan sementit görülmektedir.



Şekil 6. Numunenin SEM görüntüleri

Sertlik Ölçümleri

Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen ürünün sertlik değerlerine bakılmış, makro sertlik değerleri Tablo 3'te verilmiştir. Rockwell sertlik değerleri olarak elde edilen bu sonuçlar yaklaşık 320 HVN değerine denk gelmektedir. Aynı numunenin mikro sertlik ölçümleri numunenin farklı bölgelerinde gerçekleştirilmiş olup, mikrosertliğin 318,5-915,7 HVN arasında değiştiği görülmüştür (Şekil 7).

Tablo 3. Numunenin makro sertlik ölçüm değerleri

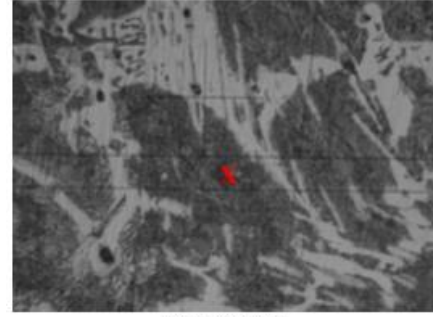
HRC
31,9
30,8
31,6
31,2
31,8
Ortalama: 31,6 Standart Sapma: 2,8

Metalik yapı içindeki ergimiş karbon miktarı (karbür miktarı) arttıkça sertlik değeri de artar. Sıradan bir beyaz dökme demir alaşımı yaklaşık 350-550 HVN aralığında sertlik değerleri verirken, 220-300 HVN mikro sertlikteki perlitik yapı içerisinde 900-1200 HVN mikro sertlikli birincil demir karbürler içerirler (Grote ve Antonsson, 2008).

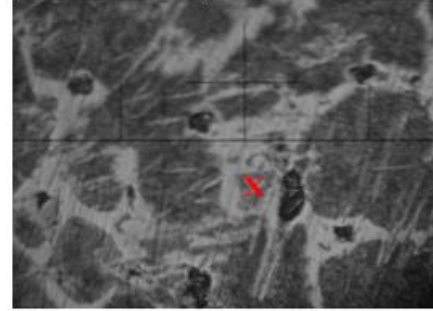
Mikro yapı incelemeleri sonucu üretilen ürünün beyaz dökme demir olduğu sonucuna varılmıştır. Beyaz dökme demirin sertliği, karbon içeriği arttıkça, yapıda artan sementit (Fe_3C) miktarına bağlı olarak ve artan soğutma hızıyla perlitin lamelleri arasındaki mesafenin (Fe_3C ve α -ferrit tabakaları arasındaki aralık) azalmasına bağlı olarak artar (Benkli, 2008).

Yapının mikro sertliğini arttıran iki türlü demir karbür yapısı vardır. Bunlardan birincisi, katı-hal reaksiyonları ile ikincisi ise sıvı-hal reaksiyonları ile meydana gelir. Katı haldeki karbonun difüzyonu, sıvı halde olan difüzyondan çok daha yavaştır. Bu sebeple, sertlikteki büyük artış, metale edilmiş kısımdaki karbonun daha fazla ve/veya hızlı difüzyonuna bağlıdır (Benkli, 2008).

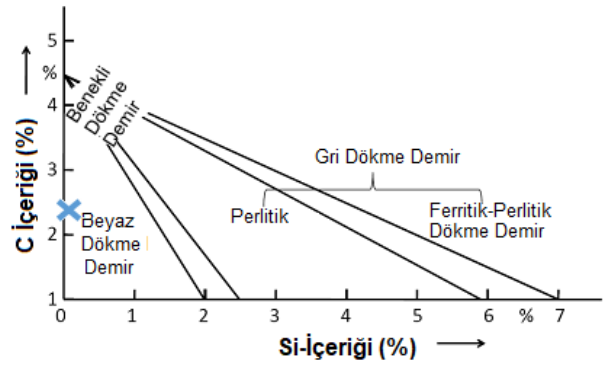
Şekil 8'de silisyum ve karbona bağlı olarak çizilen Maurer diyagramı verilmiştir (Miklós, 2002). Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen demir tanesinin analizi Maurer diyagramı göz önüne alınarak incelendiğinde, işaretli bölgeye denk geldiği görülmektedir.



318,5 HVN



915,7 HVN

Şekil 7. Numunenin "x" işareti ile gösterilen çeşitli fazlarından alınmış mikro sertlik değerleri**Şekil 8.** Dökme demirlerde karbon ve silisyuma bağlı olarak yapı değişimi (Miklós, 2002).

Sonuçlar

Bu çalışmada yerli demir cevherinden alternatif bir yöntemle pik demir üretiminin gerçekleştirilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, redükleyici olarak karbonize edilen biyoatıklar kullanılmış ve redüksiyon işlemleri bir mikrodalga fırında gerçekleştirilmiş ve aşağıdaki sonuçlara varılmıştır.

- %70 manyetit %30 hematitten müteşekkil bir kompozit peletin mikrodalga içerisinde demir tanesi üretimini gerçekleştirilmesi için yeterli işlem süresi 20 dakika olarak belirlenmiştir.
- Stokiyometrik oranın 2 katı kadar karbonize ürün alınıp, bazlık oranı 1,2, olacak şekilde hazırlanan kompozit peletin mikrodalga fırın içerisinde oksijen gazı atmosferinde 20 dakika işleme tabi tutulması sonucu elde edilen ürünün, demir karbon denge diyagramında beyaz dökme demir olarak adlandırılan bölgeye denk geldiği görülmüştür. Bu ürünün metal spektrometre cihazında yapılan analizinde %96,6 Fe, %2,4 C, %0,42 Si içerdiği tespit edilmiştir.
- Optik mikroskop görüntülerinde yapıda koyu renkte perlit, perlit bölgelerinin etrafını saran ağsı beyaz renkli sementit bölgeleri görülmüştür.
- Demir tanesinin SEM görüntülerinde farklı yönelmiş perlit yapılarının bir araya gelerek oluşturduğu bir parmak izi görüntüsüne sahip oluşum ve bu oluşumun etrafını saran sementit fazı görülmüştür.

Önemli Not:

Bu makale, “*MANYETİT CEVHERİ KONSANTRESİNİN KARBONİZE ÇAY TESİS ATIKLARI İLE MİKRODALGA REDÜKSİYONUNA MEKANİK AKTİVASYON İŞLEMİNİN ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI*” başlıklı doktora tezinden türetilmiştir.

Kaynaklar

- Benkli Y.E., Boyrazlı M., Senoz G. M. L. ve Cizmecioglu Z., (2017). Investigation of reduction of magnetite based carbon composite pellets under semi-fusion conditions. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, **54**, 3, 621-628.
- Benkli Y.E., Boyrazlı M. ve Cizmecioglu Z., (2018). Effect of furnace temperature on iron nugget production under semi-fusion conditions, *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, **53**, 3, 590-596.
- Çağlar, A., (2004). Çay atığının katalitik pirolizi: sıvı ürün verimi üzerine katalizörlerin etkisi, *Kastamonu Eğitim Dergisi*, **12**, 2, 385-392.
- Demir, I., (2006). An investigation on the production of construction brick with processed waste tea, *Building and Environment*, **41**, 9, 1274-1278.
- Demirbaş, A., (1999). Briketleme işlemi yoluyla çay atıklarının değerlendirilmesi, *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, **21**, 3, 215-220.
- Ersoy, S., (2007). Endüstriyel çay yaprak lifi atık materyallerinin ses absorpsiyon özelliklerinin incelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Marmara Üniversitesi, Fen bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Górny, M. ve Frás, E., (2012). An Inoculation Phenomenon In Cast Iron, *Archives Of Metallurgy And Materials*, **57**, 3,
- Orhan, Y. ve Büyükgüngör, H., (1993). The removal of heavy-metals by using agricultural wastes, *Water Science and Technology*, **28**, 247-255.
- Gündoğdu, A., Duran, C., Bulut, V. N., Serencam, H., Soylak, M., İmamoğlu, M. ve Şentürk, H. B., (2007). Çay Fabrikası Çay Atıklarından Aktif Karbon Eldesi ve Sulardan Metal Uzaklaştırılmasında Kullanılması, *21. Ulusal Kimya Kongresi*, Malatya.
- Gülser, C., ve Pekşen, A., (2003). Using tea waste as a new casing material in mushroom (*Agaricus bisporus* (L.) sing.) cultivation, *Bioresource Technology*, **88**, 153-156.

- Gürten, İ. I., (2008). Çay Atığından Adsorbent Üretimi ve Üretilen Adsorbentin Adsorpsiyon Özelliklerinin İncelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Güler Ö., Boyrazlı M., Başgöz Ö. ve Bostancı, B., (2017). The synthesis of carbon nanostructures from tea plant wastes, *Canadian Metallurgical Quarterly*, **56**
- Kawatra, S., K., Anameric, B. ve Eisele, T., C., (2005). Single-Step ironmaking from ore to improve energy efficiency, *Final Technical Report*, DOE Award Number: DE-FG26-03NT41930
- Küçükali, S., (2015). Çay fabrikası atıklarının pirolizi ve piroliz reaksiyonu kinetiğinin incelenmesi, *İnovatif Kimya Dergisi*, **3**, 23.
- Kütük, C., (2000). Çay atığı kompostu ve atık mantar kompostunun yetiştirme ortamı bileşeni olarak süs bitkisi yetiştiriciliğinde kullanılması, *MKÜ Ziraat Fakültesi Dergisi*, **5**, 1-2, 75-86.
- Malkoç, E. ve Nuhoglu, Y., (2004). Çay fabrikası atıkları ile atık sulardan ağır metal iyonlarının giderimi, *9. Endüstriyel Kirlenme Kontrolü Sempozyumu*, 475-478, İstanbul.
- Ozmaç, M., (2010). Biyokütle atıklardan aktif karbon üretimi, *Doktora Tezi*, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Smith, W. F., 1993. Structure and Properties of Engineering Alloys. *McGraw-Hill Materials Science and Engineering Series*, 2nd Edition, pp. 336.
- Standish, N. ve Worner, H., (1991). *Iron & Steelmaker*, 1991, **18**, 5, 59-61.
- Tiftik, B. E., (2006). Çay fabrikası atığının pirolizi ve piroliz ürünlerinin incelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Yalınkılıç, M. K., Altun, L. ve Kalay, H. Z., (1996). Çay fabrikaları çay yaprağı artıklarının kompostlaştırılarak orman fidanlıklarında organik gübre olarak kullanılması, *Ekoloji Çevre Dergisi*, **18**, 28-32.
- Hunt J., Ferrari A., Lita A., Crosswhite M., Ashley B., and Stiegman A. E., 2013, Microwave-Specific Enhancement of the Carbon-Carbon Dioxide (Boudouard) Reaction, *J. Phys. Chem. C* 2013, 117, 26871-26880
- Jin Yang Lim, J. McGregor, A.J. Sederman and J.S. Dennis, The role of the Boudouard and water-gas shift reactions in the methanation of CO or CO₂ over ni/γ-Al₂O₃ catalyst, *Chemical Engineering Science*, <http://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2016.06.042>
- Agrawal, B. B., Prasad, K. K., Sarkar, S. B., Ray, H. S., 2000, "Cold Bonded Ore-Coal Composite Pellets For Sponge Ironmaking Part 1 Laboratory Scale Development" *Ironmaking and Steelmaking*, Volume 27, Number 6, December 2000, pp. 421-425(5).
- Qiu G., Jiang T., Huang Z., Zhu D., Fan X., 2003, "Characterization of Preparing Cold Bonded Pellets for Direct Reduction Using an Organic Binder" *ISIJ International*, 43 No. 1, 20-25.
- Kawatra, S. K., Anameric, B., Eisele, T. C., 2005, "Single-Step Ironmaking from Ore to Improve Energy Efficiency", *Final Technical Report*, Ekim 2005
- Benkli, Y. E., 2008, "Soğukta Sertleşen Kompozit Peletlerin Yarı Ergitme Şartlarında İndirgenmesinin Araştırılması", *Doktora Tezi*, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Grote, K. H., Antonsson, E., 2008, "Handbook of Mechanical Engineering", Springer, pp. 531.
- Velichko, A., 2008, "Quantitative 3D Characterization of Graphite Morphologies in Cast Iron using FIB Microstructure Tomography", Saarland University, Faculty of Natural Sciences and Engineering
- Tisza Miklós, 2002, *Physical Metallurgy for Engineers*, ASM International Materials Park Ohio 440730002 USA and Freund Publishing House Ltd. London-Tel Aviv, pp:342

Characterization of iron nugget produced by an alternative method

Extended abstract

In this study, by using the magnetite concentrate, which contains 67.29% Fe, and tea plant waste which contains 94.68% C after carbonization was performed iron nuggets production in a microwave oven. The concentrate with a grain size of $-45\ \mu\text{m}$ was adjusted to have a basicity ratio of 1.2, and then the carbonized product, which is twice the stoichiometric ratio, was added to the mixture.

After drying, the composite pellets having sufficient strength and porosity value according to cold bonded pellet standards were subjected to reduction process for 20 minutes in a kitchen-type microwave oven. It was observed that the iron nugget obtained after the reduction process contained 96.6% Fe, 2.4% C, 0.42% Si. It was observed that the iron nugget was very easily separated from the slag. In XRD images of sample, it was seen that the composite pellets consisted mainly of Fe_2O_3 and Fe_3O_4 before reduction. As a result of the process performed in the microwave oven for 10 minutes, the Fe_2O_3 peak was lost in XRD patterns, while the peaks representing FeO and Fe were observed. After 15 minutes of reduction, Fe_2O_3 peaks were almost completely transformed into FeO and Fe peaks, whereas some Fe_3O_4 peaks did not. At the end of the 20-minute procedure, the FeO peaks disappeared in XRD patterns and the peak density of Fe showed that FeO was almost all reduced to Fe. The CaO and SiO_2 peaks seen in the XRD patterns of the sample treated for 5 minutes mean that the metal cannot be completely separated from the slag. In literature, such products are called transition direct reduced iron (TDRI).

The microstructure investigations revealed that the iron nugget produced had similar properties to the white cast iron properties. During the microwaved studies, a region of porous non-reduced portions was observed in the outer part of the pellet depending on the processing time, while the interior of the pellet was completely reduced. In the microstructure, the areas consisting of perlite and cementite were clearly seen. In SEM images, the formation of a fingerprint image formed by the formation of different oriented perlite structures and the cementite phase surrounding this formation were observed.

Micro hardness measured between 288-904 HVN as a result of micro hardness measurements performed

in different regions of the sample. In the case of white cast iron, as the carbon content increases, the distance between the lamellae of perlite (the distance between the Fe_3C and α -ferrite layers) decreases, depending on the increasing of the amount of cementite (Fe_3C) in the structure and the cooling rate. There are two types of iron carbide structure which increase the micro hardness of the structure. The first is formed by solid-state reactions and the second by liquid-state reactions. The diffusion of carbon in the solid state is much slower than the diffusion in liquid form. Therefore, the large increase in hardness can be considered to be due to the higher and / or rapid diffusion of carbon in the metallized portion.

Keywords: Magnetite; carbonized tea plant waste; microwave reduction; composite pellets; iron nugget.