



X-IŞINI TOZ KIRINIM YÖNTEMİ İLE BİR SERİ ÇİMENTO ÖRNEĞİNİN NİTEL ANALİZİ

Sema ÖZTÜRK YILDIRIM^{1,*}, TUĞBA BULMUŞ¹

¹Erciyes Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, KAYSERİ

ÖZET

Teknolojinin gelişmesi ve çevresel bilince ulaşılması, günlük hayatta çimentonun her alanda yaygın olarak kullanımına yol açmıştır. Bu çalışmada, X-ışını toz kırınım yöntemi ile bir seri çimento örneğinin nitel analizleri yapıldı. Örneklerin kırınım desenleri oda sıcaklığında, *RIGAKU* marka *D-MAX 220* model toz difraktometresi ile ve bakır radyasyonu [$\lambda(\text{CuK}\alpha) = 1.54056\text{Å}$] kullanılarak alındı. Toz kırınım desenlerinden elde edilen veriler değerlendirilerek, örneklerin yapılarına giren maddeler nitel olarak tayin edildi. Analiz sonucu örneklerde; calcium silicate (Ca_3SiO_5) [JCPDS # 49-0442], calcite ($\text{Ca}(\text{CO}_3)$) [JCPDS # 83-0578], calcium borate hydrate ($\text{CaB}_3\text{O}_5(\text{OH})$) [JCPDS # 73-0409], larnite (Ca_2SiO_4) [JCPDS # 73-2091], magnesite (MgCO_3) [JCPDS # 78-2442], calcite, syn (CaCO_3) [JCPDS # 05-0586], gypsum, syn ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) [JCPDS # 33-0311] saptandı.

Anahtar Kelimeler: Çimento, X-ışını, Toz kırınım.

QUALITATIVE ANALYSIS OF A SERIE OF CEMENT BY X-RAY POWDER DIFFRACTION

ABSTRACT

Cement is now widely used in every aspect of daily life due to the development of technology and ecological consciousness. In this study, the qualitative analysis of a serie of cement samples were made by using X-ray powder diffraction. The powder diffraction patterns of samples were taken by using copper radiation [$\lambda(\text{CuK}\alpha) = 1.54056\text{Å}$] at room temperature by the *RIGAKU* type *D-MAX 220* model X-ray diffractometer. The data obtained from the powder diffraction patterns was evaluated and the substances which the samples contain determined qualitatively determined. At the result of the analysis it was found that the substances in the Cement samples were calcium silicate (Ca_3SiO_5) [JCPDS # 49-0442], calcite ($\text{Ca}(\text{CO}_3)$) [JCPDS # 83-0578], calcium borate hydrate ($\text{CaB}_3\text{O}_5(\text{OH})$) [JCPDS # 73-0409], larnite (Ca_2SiO_4) [JCPDS # 73-2091], magnesite (MgCO_3) [JCPDS # 78-2442], calcite, syn (CaCO_3) [JCPDS # 05-0586], gypsum, syn ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) [JCPDS # 33-0311].

Keywords: Cement, X-Ray, Powder diffraction.

1. GİRİŞ

"Çimento", Latince'deki "Coemetum"dan Fransızca'ya "Cement", Almancaya "Zement" olarak geçmiş, Türkçe'ye de İtalyanca'daki "Çimento"dan girmiştir.

Çimentonun kullanımı MÖ 2000'li yıllara kadar uzanmaktadır. Eski Mısırlıların kalsine edilmiş killi jipsten oluşan bir tür çimento kullandıkları, Anadolu'daki Hattuşuş ve Boğazkale gibi antik Hitit kentlerinde de kireç ile doğal puzzolanik toprakların karıştırılarak harç yapıldığı bilinmektedir. Avrupa'da ise ilk kez İtalya'da, Büyük Roma İmparatorluğu'nda Sezar döneminde (MÖ 12-14 yy.) Caligula Whart yapılarında çimento kullanılmıştır. 1756 yılında John Smeaton, İngiltere'nin Cornwall sahilindeki Eddystone deniz fenerinin yeniden yapımında yumuşak kalker ve kilden üretilen bir çimento kullanmıştır. 1802 yılı Fransa çimento sanayinin başlangıcıdır. İlk olarak 1824 yılında İngiltere'de üretilen çimento bu tür yapı malzemeleri arasında en önemli yeri tutmaktadır. Amerika'daki ilk portland çimentosu üretimi ise 1871 yılında David O.Saylor tarafından gerçekleştirilmiştir [1].

Çimento, dünyada sudan sonra en çok kullanılan ikinci madde özelliğine sahiptir [2].

Çimento, ana hammaddeleri kalker, kil ve alçıtaşı olan hidrolik bir bağlayıcıdır. Çimentonun bu özelliğini yerine getirebilmesi için mutlaka suya ihtiyaç vardır. Çimento, su ile reaksiyona giren bir bağlayıcıdır. Kırılmış kalker, kil ve gerekiyorsa demir cevheri ve / veya kum katılarak öğüt haline getirilir. Bu malzeme 1400-1500°C'de döner fırınlarda pişirilir. Meydana gelen ürüne "klinker" denir. Klinker, **çimento** üretimi sırasında pişmiş **kil** ve **kalkerlerin** birleşiminden oluşan iri taneli malzemedir. Yapısında pişirilmiş biçimde %20 kil ve %80 oranında kalker içerir. Çimento haline getirilmeden önce ağırlıkça %3-6 oranında **alçıtaşı** ile karıştırılır ve iyice öğütülür. Klinker çok değişebilen bir malzemedir. Bu nedenle asfalt yapımında kullanılması durumunda uygun şartnameler kullanılır.

Çimento formları inşaat sektörünün köşetaşısıdır. Çimento göreceli olarak diğer inşaat malzemelerine göre daha ucuz olsa da, inşaat maliyetinin önemli bir bölümünü oluşturmaktadır. İnşaat malzemeleri sektöründeki gelişmeler; ülke milli gelirinin büyümesine, emlak talebine, turizme ve altyapı projelerine bağlıdır.

2. GEREÇ VE YÖNTEM

2.1 Çimento Üretimi

Çimento üretiminde yaş ve kuru olmak üzere başlıca 2 teknolojik yöntem kullanılmaktadır. Yakıt tüketimi kuru yöntemde, yaş yönteme göre daha düşük olmaktadır. Genel olarak kuru yöntemin ısıdan tasarruf sağlaması nedeniyle, özellikle de hammaddelerin % 15 – 18 den daha az su ihtiva ettiği hallerde başarılı olmaktadır. Yaş yöntem ise daha çok ıslak hammaddelerde, özellikle kurutulması büyük güçlükler gösteren ıslak tebeşir ve plastik killerle çalışılması gerektiğinde uygulanmaktadır [3].

Çimento hammaddesi, uygun vasıflı kalker, marn ve kil-şist ocaklarından elde edilmektedir. Çok ayrıntılı ve sağlıklı bir çimento hammaddeleri etüdü olmamakla birlikte, bilinen yatakların görünür, muhtemel ve mümkün rezervlerinin büyüklükleri, hammadde potansiyeli için yeterli düzeyde olduğunu göstermektedir.

Ocaklardan çıkartılan hammaddeler, çeşitli kırma kademelerinden geçirilerek uygun parça iriliğine getirilir. Öğütme ve pişirme işlemleri için prehomojenizasyonları sağlanır. Çimento üretim yöntem ve teknolojisinde en önemli farklılıklar fırın ünitelerinde görülmektedir. Bu farklılıklar özellikle elektrik enerjisi tüketiminde kendini göstermektedir. Isı enerjisi tüketimi yaş yöntemde 1.450 – 1.650 Kcal/kg Klinker, yarı kuru metotta 800 – 1.200 Kcal/kg. Klinker ve kuru yöntemde ise 750 – 850 Kcal/kg Klinker olmaktadır.

Yarı kuru yöntem lepol sisteminde uygulanmaktadır. Bu sistemde çamur eğik bir döner tabak üzerinde rutubetli granül haline getirilmekte, sonra rutubeti kaybettirilerek kısmen kalsine olmakta ve takiben kısa döner fırınlarda önce kalsinasyon tamamlanmakta, sonra da klinkerizasyon olmaktadır.

Çimento üretiminde yoğun olarak kullanılan kuru sistem 1950'li yıllardan itibaren gelişme göstermiş ve teknolojik problemlerin çözümünün ardından günde 10.000 ton kapasiteli ünitelerin kurulması mümkün olmuştur. Kuru sistem, ön ısıtıcı fırınların ve ön kalsinasyonlu fırınlar olmak üzere 2 grupta kurulmaktadır:

a) Humbolt firmasının geliştirdiği ön ısıtıcılı fırınlar; kısa bir döner fırın ile 4 siklon kademesinden oluşmaktadır. Farin, çimentonun pişirilmemiş hammaddesidir. Farin, 2 siklondan oluşan ve birinci kademeye giden gaz hattından beslenmektedir. Beslenen farin tanecikleri sıcak hava akımı içinde süspansiyon halinde dolandıkça sıcak gazların ısınısını almaktadır. Farin her siklon kademesinde sıcak gazla aynı yönde dolanmakta, takip eden siklonda toplanıp bir alt kademeye akmakta ve nihayet dördüncü kademe siklonundan fırına girmektedir. Yaş sistem fırınların, kuru sisteme dönüştürülmesinde çok defa bir veya iki siklon kademeli ısıtıcılar tercih edilmektedir.

b) Ön kalsinasyonlu sistem ise Japon IHI firması tarafından geliştirilmiştir. Burada temel fikir, konvansiyonel döner fırının sinter bölgesinde radyasyon yolu ile oluşa gelen ısı transferinin ekonomik olmasına karşılık, kalsinasyon bölgesindeki ısı transferlerinin çok ağır gelişmesi ve rasyonel olmayışından kaynaklanmakta ve ön ısıtıcı sistemde sıcak gazlar içinde dolanan farin tanecikleri ısı transferine tabi tutularak, kalsinasyonu % 90 oranında gerçekleştirmektedir. Böylece, kalsinasyon için gerekli ısının fırın dışına aktarılması sonucu, fırına yüklenen ısı ile klinkerizasyon gücü 2 misli artmakta ve fırın çapı nedeniyle sınırlanan azami üretim de 10 000 ton /gün'e kadar yükselmektedir.

Bugün için çimento sanayinde özellikle farin – fırın – çimento öğütme tesislerinin elektro filtrelerle donatılmasında önemli gelişmeler vardır. Öte yandan, petrol krizi sonrasında fuel-oil kullanılan fabrikalarda kömür kullanılması yaygınlaşmıştır.

2.2 Çimento Çeşitleri

Çimento çeşitleri CEM I, CEM II, CEM III, CEM IV ve CEM V olmak üzere beş ana çeşit altında toplanmaktadır [4].

CEM I Grubunda klinkerin sadece kalsiyum sülfat ve minör bileşen olarak ağırlıkca en fazla %0-5 arası mineral katkı ile öğütülmesi sonucu elde edilen Portland Çimentoları bulunur. CEM II, III, IV, V Gruplarında minör bileşene ilaveten daha fazla miktarlarda mineral katkılar kullanılır.

CEM II Grubunda mineral katkı miktarı %6-35 arasındadır. Katkı türüne bağlı olarak bu gruptaki çimentolar Portland Cürüflü, Portland Uçucu küllü, Portland Puzolanlı, Portland Kalkerli gibi isimler almakta, Portland Kompoze Çimentoda ise birden fazla katkı birlikte kullanılabilir.

CEM III Grubunda Yüksek Fırın Cürüflü Çimentolar bulunur. Cüruf katkısı %36 – 95 arası değişir.

CEM IV Grubunda Puzolanik Çimentolar yer alır. Bunlarda cüruf veya kalker kullanılmaz. Puzolan ve uçucu kül katkıları birlikte %11-55 arası değişir.

CEM V Grubunda Kompoze Çimentolar bulunur. Bunlara hem cüruf (%18-50) ve hem de puzolan ve uçucu kül (%18-50) sınırları arasında değiştirilerek birlikte katılır, miktarları klinker oranı %20- 64 arasında kalacak şekilde ayarlanır.

CEM I Grubu dışındaki CEM çimentoları katkı miktarlarına göre alt gruplara ayrılmıştır. Grup standartları içinde göreceli olarak az katkı içerenler A harfi, çok katkı içerenler ise B harfi ile belirlenmektedir. CEM III çimentosunun bir de en yüksek katkılı C alt grubu vardır. Böylece ortaya başlıca 27 tip CEM çimentosu çıkmaktadır.

CEM çimentolarının üretiminde ülkemizde mineral katkı olarak en çok kullanılan maddeler, standarttaki sembolleri ile birlikte, şunlardır: kalker L veya LL, doğal puzolan (tras) P, uçucu kül V veya W ve yüksek fırın cürufu S.

Uçucu kül, kömürle çalışan termik elektrik santrallerinde ortaya çıkan baca tozudur. Yüksek fırın cürufu da demir-çelik endüstrisinde elde edilen bir yan üründür. Endüstriyel atık sayılabilecek her iki ürün çimento üretiminde kullanılarak değerlendirilmektedir.

Özellikle CEM I dışındaki CEM çimentoları yüksek mineral katkı içerikleri dolayısı ile daha ekonomik ve çevre dostudurlar. Çimento üretiminde kullanılan doğal hammaddelerden, yakıt ve elektrik enerjisinden tasarruf sağlarlar ve atık malzeme kullanımına imkan tanırırlar. Ayrıca,

uygun şekilde kullanıldıklarında mineral katkıların teknik yararları da vardır ve betonda zararlı çevresel etkilere karşı dayanıklılığı arttırmırlar.

Genel CEM çimentolarının dışında bazı özel çimentolar da üretilmektedir. Portland çimentosundaki ham madde karışım oranlarını ayarlayarak kimyasal bileşimde bulunan dört ana bileşenin görelî miktarlarını ve dolayısı ile çimentonun bazı özelliklerini istenilen yönde değiştirmek mümkün olmaktadır. Örneğın, C3A içeriğının en fazla %5 olacak şekilde azaltılması ve C3S içeriğinin C2S 'inkine yakın değere indirilmesi ile "Sülfatlara Dayanıklî Çimento" elde edilmiş olur.

Ham maddelerin özel olarak seçimi, beyaz kil ve bazı katkıları kullanılması ile çimentonun diğeri özellikleri değiştirilmeden gri rengi beyazlaştırılmakta ve "Beyaz Portland Çimentosu" elde edilmektedir. " Harç Çimentosu" yüksek kireç ve puzolan katkıları dayanımı düşük, işlenebilmesi yüksek bir çimentodur. Ülkemizde ayrıca, Kalsiyum Aluminat ve Sorel çimentoları gibi daha bir kaç özel çimento istek durumuna bağılı olarak az miktarlarda da olsa üretilmektedir.

Çimento tipleri dayanım sınıflarına göre de alt gruplara ayrılırlar. Çimentonun dayanımı 32.5, 42.5 ve 52.5 sayılarından birisi ile belirtilir. Bu sayı, standard deneyde çimento numunesinin 28 gün içerisinde ulaşması gereken basınç dayanımının N / mm² veya MPa olarak değeridir. İkinci bir sınıflandırma erken dayanıma göredir. N harfi normal, R harfi ise yüksek erken dayanımı ifade eder. Yüksek erken dayanımlı çimentonun 2 gün içinde standardda belirtilen dayanıma ulaşması gerekmektedir. Bazı örnekler şöyledir:

CEM I 42.5 R : Dayanım sınıfı 42.5 olan yüksek erken dayanımlı portland çimentosu.

CEM II / A - P 32.5 N : Kütlece %6-20 arasında tras içeren, dayanım sınıfı 32.5 olan normal erken dayanımlı portland puzolanlı çimento.

CEM III / B 32.5 N : Kütlece %66-80 arasında granüle yüksek fırın cürufu içeren, 32.5 dayanım sınıfında normal erken dayanımlı yüksek fırın cürufu çimento.

Çalışmamızda, ülkemizde üretilen ve farklı CEM gruplarına ait çimento örnekleri kullanıldı.

2.3.Toz Kırınım Yöntemi

Maddelerin çoğu doğada bileşik halinde bulunur. Maddeler üzerinde inceleme yapılırken bazen maddelerin bileşik haldeki durumu, bazen de onu oluşturan elementleri bilmek gerekir. X-ışınları toz kırınımı ile nitel analiz sonucu örneği oluşturan bileşikler formülleri ile tespit edilebilir.

X ışını ile madde analizi, bir maddenin karakteristiği olan kırınım desenine dayanır. Bu özelliğinden dolayı 1936 yılında Hanawalt bazı maddelerin toz kırınım desenlerinden bir koleksiyon oluşturdu. Böylece her yıl için sayıları sürekli artan toz kırınım desenleri hazırlanmaktadır. İncelenen örneklerde hangi maddenin olduğu, bilinmeyen numunenin toz deseni yardımıyla bulunur. Bilinen desenlerden bir koleksiyon Hanawalt, Rim ve Frevef tarafından yapılmış ardından ASTM (American Society For Testing and Materrals) bu iş sürdürmüş ve her desen için 3 x 5 inç boyutlarında kortlar oluşturmuştur. Desenleri hazırlanan maddeler, elementler, alaşımlar, inorganik bileşikler, organik bileşikler, mineraller ve organometalik bileşikler olarak gruplandırılmıştır.

X-ışınları toz kırınım yöntemi kullanılarak, maddelerin nitel analizlerinin yapılması yeni değildir; Gulbrandsen, Norrish ve Taylor, Schoen, Johnson ve Andrews, Graham ve Gunatilaka ve Till çalışmalarında, çeşitli minerallerin nitel analizlerini yapmışlardır [5-10].

Günümüz X-ışını toz difraktometreleri bilgisayar kontrollü komple bir sistemdir. Şekil 1’de bir X-ışınları toz kırınım difraktometre sistemi görülmektedir.

Toz metodu, 1916 yılında Almanya’da Debye ve Scherrer ile, bunlardan bağımsız olarak 1917 yılında da Amerika’da Hull tarafından geliştirilmiştir. En çok kullanılan kırınım yöntemidir.



Şekil 1. X-ışını toz difraktometre sistemi.

X-Işınları toz yöntemi, maddelerin yapısını araştırmak için kullanılan bir yöntemdir. Diğer kimyasal yöntemlere göre, bazı üstünlükleri vardır. Bunlardan en önemlisi bir cismi, kendisini oluşturan elementler cinsinden değil, örnek içinde gerçekte bulunduğu şekilde açıklamasıdır. Ayrıca daha çabuk olması, çok küçük bir örneğe ihtiyaç göstermesi ve örneğe zarar vermemesi gibi üstünlükleri vardır.

X-Işınları toz kırınım yönteminde, bilinmeyen toz desenin analizinde ilk basamak gözlenen piklere karşı gelen kristal sistemini bulmaktır. İndisleme işleminde kırınım desenine ait düzlemler arası uzaklık (d), yansıma açısı (2θ) ve şiddet (I) bilgileri veri olarak kullanılır.

X-Işınları toz kırınım yöntemi, süper iletkenler, seramikler, metaller, alaşımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karışımlar, korozif maddeler, çelik, kaplama malzemeleri; maden analizleri, toprak analizleri, safsızlık dope edilmiş yarı iletkenler, böbrek ve mesane taşları, bazı boyar maddeler, pigmentler, çimentolar, doğal veya yapay mineraller, herhangi bir malzemenin içerdiği bileşik

veya elementlerin tayini, inorganik polimerler, faz diyagramlarının ve faz dönüşümlerinin araştırılması, bazı kristali veya amorf kompleks bileşiklerin incelenmesi gibi pek çok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir. Bu yöntem katı organik bileşiklerin, katı organik polimerlerin, plastiklerin, organik boyar maddelerin vb. analizlerinde de kullanılmaktadır.

2.4.Hanawalt Metodu

Bugüne kadar yapılan incelemeler sonucu, üç düzlem uzaklığı da aynı olan iki kristal gözlenmemiştir [11-12].

Bunu dikkate alan *Hanawalt d* düzlemler arası uzaklık değerlerini ve bu *d* değerlerine karşı gelen yansıma şiddetlerini tespit ederek maddeyi karakterize etti. En kuvvetli, ikinci derecede kuvvetli ve üçüncü derecede kuvvetli piklerin sırasıyla d_1 , d_2 , d_3 değerleri ve bağlı şiddetleri, bilinmeyen maddenin difraksiyon deseninin hangi maddeye ait olduğunu bulmak için ilk adımdır.

Bu amaç için kısa adı *ASTM* olan kartlar d_1 mesafesine gruplara ayrılmıştır. Bu gruplar, d mesafesinin azalan değerlerine göre sıralanmıştır..

ASTM kartlarından maddenin tayin edilmesi zaman alıcı olduğundan fihrist kitapları kullanılır. Günümüzde ise bilgisayar ortamında *JCPDS* data dosyaları kullanılmaktadır.

Hanawalt metoduna göre bileşik analizi, aşağıda verilen yol takip edilerek yapılır;

- ❖ En şiddetli üç yansıma karşılık gelen düzlemler arası uzaklık değerleri, sırası ile d_1 , d_2 , d_3 olarak alınır.
- ❖ Sayısal (nümerik) indekse bakılarak d_1 değerinin içinde bulunduğu grup belirlenir. Grup içinde hesaplanan d_1 için yakın d_1 değerleri seçilir.
- ❖ Belirlenen gruptan d_2 değerine en yakın değer ikinci sütundan seçilir.
- ❖ Belirlenen gruptan d_3 değerine en yakın değer ise üçüncü sütundan seçilir.
- ❖ d_1 , d_2 , d_3 değerlerine en yakın değerler indekste bulunduktan sonra, bu d' lere ait bağlı şiddetlerin indekstekiler ile uygunluğu araştırılır.

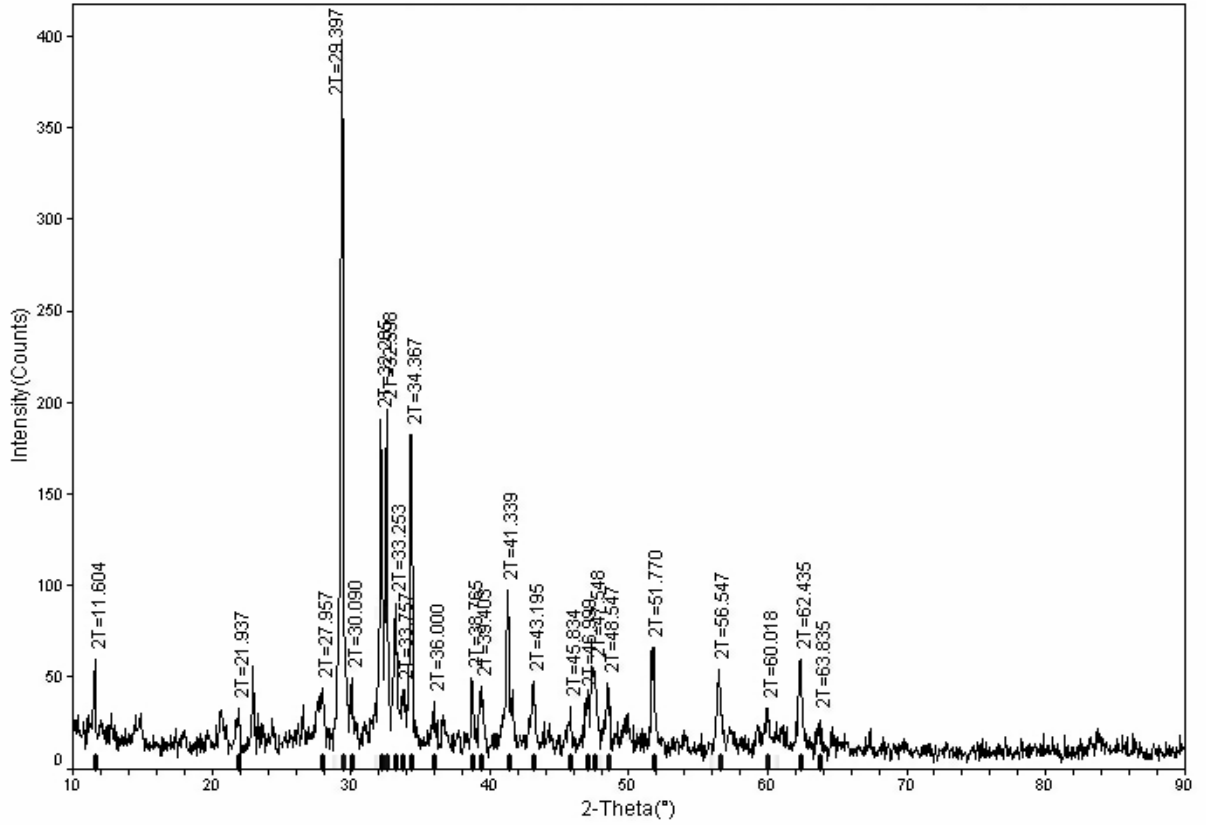
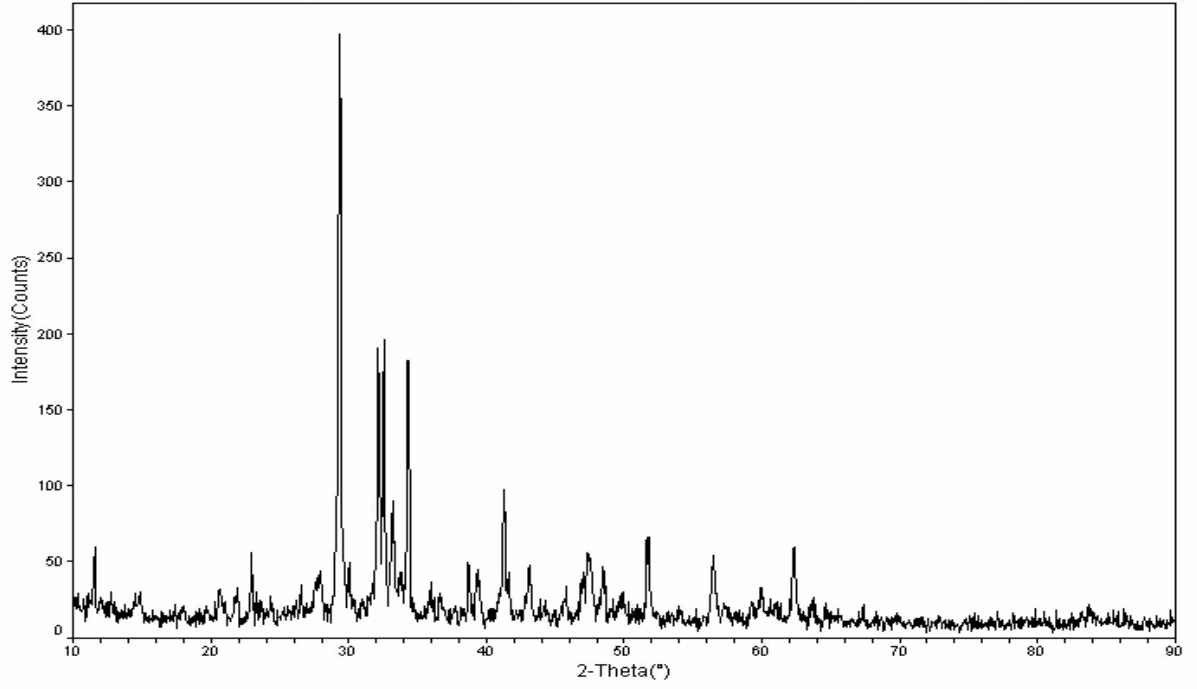
- ❖ En şiddetli üç yansıma için en yakın d_1 , d_2 , d_3 değerleri indekste bulunduktan sonra, *ASTM* kart numarasına bakılarak, karttaki tüm değerler ile spektrumdan hesaplanan tüm değerler karşılaştırılır.
- ❖ En iyi uygunluk sağlandığında, o kart numarasına sahip maddenin numunede mevcut olduğuna karar verilir ve inceleme sonuçlanır.

Eğer örnek bu çalışmada olduğu gibi birden çok fazın karışımından oluşmuş ise, işlem daha uzun ve uğraştırıcıdır. Bu durumda da yine tek fazlı numune incelemesinde olduğu gibi, en şiddetli üç yansıma karşılık gelen d_1 , d_2 , d_3 değerleri alınıp, *Hanawalt* indeksine gidilir. Ancak bu kez d değerlerinin üçüne birden sahip bir madde bulunmayabilir.

Bu durumda d_1 , d_2 'nin aynı fazda d_3 'ün ise başka bir faza ait olduğu düşünülür. d_3 'den sonraki ilk en şiddetli yansımanın d değeri d_3 olarak kabul edilir. Uygunluk sağlanıncaya kadar, değiştirme işlemi (d_1 , d_3 'ün aynı fazda d_2 'nin başka bir faza ait olduğu veya d_2 ve d_3 'ün aynı fazda d_1 'in başka faza ait olduğu düşünülür) yapılır. Uygunluk sağlandığında, yani ilk faza ait üç en şiddetli yansıma karşılık gelen d_1 , d_2 , d_3 değerleri alınıp, nümerik indekste bulunduğu yine bu faza ait *ASTM* kartına gidilir. Karttaki veriler tüm d değerleri ile karşılaştırılır, uyum sağlanması halinde, desenden bu maddeye ait pikler ayıklanır. Açıkta kalan pikler, tekrar kendi aralarında sıralanarak en şiddetli ilk üç yansımanın d_1 , d_2 , d_3 değerleri ikinci faza ait düşünülür. Aynı işlemler yapılarak ikinci faza ait tüm d değerleri de ayıklanır. Gözlenen desende yine bazı yansımalar açıkta kalmış ise, aynı işlemler bütün yansımaların ait olduğu maddeler bulununcaya kadar devam ettirilir. Böylece incelenen örnekteki bütün fazlar saptanmış olur.

3. SONUÇ

Örneklerin kırınım desenleri oda sıcaklığında, *RIGAKU* marka *D-MAX 220* model toz difraktometre sisteminde ve bakır radyasyonu [λ (CuK_α) = 1.54056Å] kullanılarak $2\theta = 2.5 - 70.0^\circ$ tarama aralığında ve 0.01 °/dak. tarama hızında alındı. Kırınım desenlerinin analiz edilmesinde *Hanawalt* metoduna göre çalışan *JADE* (Ver. 3.01) programı kullanıldı. Şekil 2'de 5 nolu çimento örneğinin X-ışınları kırınım deseni verilmektedir.



Şekil 2. 5 nolu çimento örneğinin X-ışınları kırınım desenleri.

Elde edilen kırınım desenlerinde, öncelikle absorpsiyon, background, $K_{\alpha 2}$ düzeltmeleri yapıldı. Daha sonra gerekli düzeltme yapılan bu kırınım deseninden yola çıkılarak, piklerin 2θ , d , I/I_1 , hkl Miller indisleri her bir çimento örneği için hesaplandı.

5 nolu çimento örneğinin kırınım deseninden elde edilen analiz sonuçları Tablo 1'de sunulmuştur.

Tablo 1. 5 nolu çimento örneğinin analiz sonuçları.

2θ (°)	d (Å)	JCPDS Kütük Numarası	2θ (°)	d (Å)	h	k	l
11.604	7.6195	JCPDS#33-0311	11.588	7.6300	0	2	0
21.937	4.0483	JCPDS#73-209	22.463	3.9547	1	1	1
27.957	3.1888	JCPDS#73-2091	27.594	3.2299	1	1	2
29.397	3.0358	JCPDS#73-2091	29.384	3.0371	-1	1	2
30.090	2.9674	JCPDS#83-0578	29.409	3.0345	1	0	4
32.205	2.7773	JCPDS#73-2091	32.155	2.7814	1	0	3
32.598	2.7446	JCPDS#33-0311	32.753	2.7320	1	3	1
33.253	2.6920	JCPDS#33-0311	33.343	2.6850	1	5	0
34.367	2.6073	JCPDS#73-2091	34.487	2.5985	-1	0	3
36.000	2.4927	JCPDS#73-2091	36.045	2.4897	2	1	1
38.765	2.3210	JCPDS#73-2091	38.910	2.3127	0	0	4
39.403	2.2849	JCPDS#83-0578	39.417	2.2841	1	1	3
41.339	2.1822	JCPDS#73-2091	41.199	2.1893	0	3	1
43.195	2.0927	JCPDS#83-0578	43.166	2.0940	2	0	2
45.834	1.9781	JCPDS#73-2091	45.853	1.9774	2	2	2
46.999	1.9318	JCPDS#83-0578	47.125	1.9269	0	2	4
47.548	1.9107	JCPDS#83-0578	47.526	1.9116	0	1	8
48.547	1.8737	JCPDS#83-0578	48.519	1.8748	1	1	6
51.770	1.7644	JCPDS#73-2091	51.714	1.7662	-1	2	4
56.547	1.6262	JCPDS#83-0578	56.572	1.6255	2	1	1
60.018	1.5401	JCPDS#73-2091	60.216	1.5356	1	4	2
62.435	1.4862	JCPDS#73-2091	62.631	1.4820	-2	3	3
63.835	1.4569	JCPDS#33-0311	63.729	1.4591	-3	7	2

Bileşik kodlarına göre örneklerde bulunan maddeler ve JCPDS kütün numaralarına göre sıralanmaları topluca **Tablo 2**'de verilmiştir.

Tablo 2. Analiz sonucu bileşiklerde tesbit edilen maddeler

Çimento Örneği No	Çimento örneklerinde tesbit edilen maddeler						
	Calcium Silicate Ca ₃ SiO ₅	Calcite Ca(CO ₃)	Calcium Borate Hydrate CaB ₃ O ₅ (OH)	Larnite Ca ₂ SiO ₄	Magnesite MgCO ₃	Calcite, syn CaCO ₃	Gypsum, syn CaSO ₄ .2H ₂ O
1	✓	✓	✓	-	-	-	-
2	-	✓	-	✓	✓	-	-
3	-	✓	-	✓	-	-	-
4	-	✓	-	-	✓	✓	-
5	-	✓	-	✓	-	-	✓

Analiz sonucu örneklerde; calcium silicate (Ca₃SiO₅) [JCPDS # 49-0442], calcite (Ca(CO₃)) [JCPDS # 83-0578], calcium borate hydrate (CaB₃O₅(OH)) [JCPDS # 73-0409], larnite (Ca₂SiO₄) [JCPDS # 73-2091], magnesite (MgCO₃) [JCPDS # 78-2442], calcite, syn (CaCO₃) [JCPDS # 05-0586], gypsum, syn (CaSO₄.2H₂O) [JCPDS # 33-0311] gibi maddelerinin yer aldığı saptandı. Yapılan literatür çalışmasına göre sonuçlar, diğer kimyasal yöntemler kullanılarak bulunan sonuçlarla uyumlu olduğu görüldü [13].

KAYNAKLAR

1. T.C. Başbakanlık Devlet Planlama Teşkilatı Müsteşarlığı Yayın No: Dpt : 2434 – Öik: 491; Madencilik Özel İhtisas Komisyonu-Endüstriyel Hammaddeler Alt Komisyonu "Çimento Hammaddeleri Ve Yapı Malzemeleri Çalışma Grubu Raporu", Cilt – 1, Çimento Hammaddeleri (Kalker-Kil-Marn-Alçıtaşı-Katkı Maddeleri), Nisan 1996.
2. Maden Tetkik ve Arama Genel Müdürlüğü, http://www.mta.gov.tr/v1.0/index.php?id=maden_kullanim&m=4
3. DPT-Sekizinci Beş Yıllık Kalkınma Planı, Taş Ve Toprağa Dayalı Ürünler Sanayi Özel İhtisas Komisyonu Raporu (Çimento Ve Hazır Beton), Ankara-2000.
4. Çimento " Yeni bir çağın malzemesi", TÇMB, Ağustos 2007.
5. Gulbrandsen R.A., A method of X-ray analysis for determining the ratio of calcite to dolomite in mineral mixture: US, Geol.Surv.Bull., 1111-D, 147-152, 1969.

6. Norrish K. and Taylor R.M., Quantitative analysis by X-ray diffraction, Clay Minerals Bull., 5, 98-109, 1962.
7. Schoen R., Semi-quantitative analysis of chlorites by X-ray diffraction, Am.Mineralogist, 47, 1384, 1962.
8. Johnson W. and Andrevvs K.W., X-ray examination of aluminosilicates, Trans.Brit.Ceram.Soc., 61, 724, 1962.
9. Graham A.R., Quantitative determination of hexagonal and monoclinic pyrrhotite by X-ray diffraction, Can. Mineralogist, 10, 4-24, 1969.
10. Gunatilaka H.A. and Till R., A precise and accurate method for the quantitative determination of carbonate minerals by X-ray diffraction using a spiking technique, Mineral Mag., 38, 481-487, 1971.
11. Dikici M., Kattal Fiziğine Giriş, O.M.Ü. Yayınları, Samsun 1993.
12. Cullity B.D., X-Işınları Difraksiyonu, Çeviren A.Sümer, İ.T.Ü., İstanbul 1996.
13. Duda W.H., Cement-Data-Book, Bauverlag GmbH, 3, Wiesbaden und Berlin 1988.