

	SAKARYA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ DERGİSİ <i>SAKARYA UNIVERSITY JOURNAL OF SCIENCE</i>		
	e-ISSN: 2147-835X Dergi sayfası: http://www.saujs.sakarya.edu.tr		
	<u>Gelis/Received</u> 15.06.2017 <u>Kabul/Accepted</u> 23.03.2018	<u>Doi</u> 10.16984/saufenbilder.321767	

Zeolit ve mermer tozu kullanılarak üretilen CAS seramiklere mekanik aktivasyonun etkisi

Zafer Yavuz Merkit^{*1}, Cansu Özarslan, Bahadır Aydın, Nil Toplan

ÖZ

Bu çalışmada CAS (CaO-Al₂O₃-SiO₂) esaslı seramikler zeolit, mermer tozu ve alümina tozları kullanılarak; 400 ve 600 dev/dk hızlarında mekanik aktivasyon ile üretilmiştir. Aktive edilen tozlar hidrolik pres yardımı ile şekillendirildikten sonra 1000-1200°C sıcaklık aralığında 1 ve 5 saat süre ile sinterlenmiştir. Aktivasyon öncesi ve sonrası tozların ve sinterlenmiş ürünlerin faz analizi XRD yöntemi ile belirlenmiştir. Mikroyapı analizleri SEM ile gerçekleştirilmiştir. Aktivasyon sonrası tozlarda amorflaşma tespit edilmiş, aktivasyon hızının artması tane boyutunu düşürmüştür bununla beraber aglomerasyon oluşmuştur. Sinterleme sonucunda gözenekli bir yapı oluşmuş; sıcaklık 1200°C'ye çıktığında gözenek boyutları belirgin bir şekilde artmıştır.

Anahtar Kelimeler: mekanik aktivasyon, zeolit, mermer tozu, CAS seramikler

Effect of mechanical activation on CAS ceramics from produced using zeolite and marble powder

ABSTRACT

In this study, CAS (CaO-Al₂O₃-SiO₂) based ceramics were produced by mechanically activation at speeds of 400 and 600 rpm using zeolite, marble powders and alumina. The activated powders were sintered at 1000-1200°C temperature for 1-5 hours after shaped by hydraulic press. Phase analysis of activated and non-activated powders and sintered products were determined by XRD method. Scanning electron microscopy (SEM) was used to analyze the microstructure of samples. After activation amorphization was detected in the powders, while agglomeration was observed with the increase of the activation rate and the decrease of the grain size. As a result of sintering, a porous structure was formed; when the temperature went up to 1200 °C, the pore sizes increased noticeably.

Keywords: mechanical activation, zeolite, marble powders, CAS ceramics

* Corresponding Author

¹ Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, zafermerkit@gmail.com

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Başlangıç hammaddelerinin mekanik olarak aktive edilerek başlangıç tozu olarak kullanımı umut verici bir yöntemdir. Mekanik bir yöntem olan mekanik aktivasyonun temel çalışma prensibi; enerji kullanarak diğer toz üretim yöntemlerinde olduğu gibi yeni serbest yüzeylerin oluşturulmasına dayanmaktadır. Parçacıklar arasındaki temas yüzeylerini arttıran mekanik öğütmenin sonucunda parçacık boyutu azalır. Ayrıca, sistemin enerjisi artar ve bunun sonucunda reaksiyon sıcaklığında bir düşüş gerçekleşerek reaksiyon kapasitesini artırır. Reaksiyon kapasitesini artırma işlemi sırasında bir malzeme kimyasal olarak asal kalırsa, işleme mekanik aktivasyon denir. Mekanik aktivasyon, harici bir reaktant yokluğunda, mekanik kuvvete maruz kalan malzemelerin enerji durumunun, yapısının ve kimyasal özelliklerinin değişimini içerir. Özellikle bu mekanik işlem, katıların yüzey ve yapısında değişikliklere neden oldukları için önemlidir. Çoğu durumda, mekanik-kimyasal olarak işleme tutulmuş malzeme yapısındaki bu değişiklikler, ısı işlem ile oluşan fazlarda belirli bir değişikliğe neden olur [1-3]. Mekanik-kimyasal yöntemler başta metalurjik üretim alanları olmak üzere, çeşitli işlevsel seramiklerin üretilmesi için gerekli başlangıç tozlarının hazırlanmasında da kullanılmaktadır. Çeşitli organik ve inorganik atıkların seramik üretiminde değerlendirilmesi için ön işlem olarak mekanik yöntemlerin uygulanması mümkündür [4].

Temel silikat sistemlerinden birisi olan CaO-Al₂O₃-SiO₂ (CAS) seramikler endüstrinin birçok alanında kullanılmaktadır. CAS poroz seramiklerin faz yapısı ve mikroyapısal özellikleri, bileşim, sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlıdır. CAS üçlü denge diyagramındaki anortit, gehlenit, wollastonit gibi temel fazlar; kompozisyon ve ısı işlem şartları ayarlanarak elde edilebilir [5,6]. Birçok metalurjik atık ve doğal kayaç bu sistemi içerdiğinden dolayı bunlardan geleneksel veya toz yöntemleri ile seramik ve cam-seramik üretmek mümkündür. CAS'lar pompalarda ve borularda kaplama malzemesi, yer karosu ve dış cephe kaplaması olarak kullanımının yanısıra; yüksek sertlik, çizilme direnci ve kimyasal direnç ile düşük hammadde maliyetlerinden dolayı inşaat alanındaki zemin ve duvar kaplamaları için de iyi bir aday malzemedir [5,7].

Zeolit doğal bir alümina silikat grubu mineralidir ve tekrarlı silisyum-oksijen (SiO₄) ve alüminyum-oksijen (AlO₄) tetrahedral birim hücrelerinin oluşturduğu üç boyutlu ağ yapısına sahiptir. Yapısında Na⁺, K⁺, Ca²⁺ ve Mg²⁺ gibi alkali ya da toprak alkali yükleri içerirler [8]. Zeolitler çeşitli türde seramiklerin üretiminde hammadde olarak kullanılmaktadırlar [9-11]. Mermer tozu, mermer blokları şekillendirme sürecinde ortaya çıkan bir atık malzemedir. Kesme prosesleri boyunca su, kesme ucunun aşırı ısınmasını ve toz oluşumunu önlemek için kullanılır. Sonuç olarak, su ve mermer tozu karışımı çamur olarak oluşturur. Türkiye yaklaşık 5,2 milyar metreküp mermer rezervine sahip önemli üreticidir. Bir mermer bloğun yaklaşık %30-40'ının kesim sürecinde boşa gittiği göz önüne alındığında, Türkiye'de mermer üretiminde yaklaşık 2.500.000 ton mermer çamuru atık olarak üretilmektedir [12].

Poroz seramikler filtreler, katalizör destekçileri, elektrotlar, cerrahi implantlar vb. dahil olmak üzere çeşitli alanlarda kullanılmakla beraber; su arıtma sistemleri, uzay araştırmaları, tıbbi implantlar, yapay doku mühendisliği, sensör uygulamalarında da dikkat çekici malzemelerdir [13,14]. Ayrıca seramik malzemelerin yüksek termal ve kimyasal dayanımı ile uzun kullanım süresine sahip olmaları, bu malzemelerin poroz membran olarak kullanılmasında avantaj sağlar [15].

Bu çalışmada doğal hammadde kaynaklarından zeolit ve alüminaya (Al₂O₃) ilaveten atık hammadde kaynağı olarak mermer tozu kullanılarak hazırlanan CAS bileşimli seramik tozu mekanik aktivasyon ile üretilmiştir. Mekanik aktivasyon etkisi ile sinterleme sıcaklığının düşmesi bunun sonucunda oluşan mikroyapısal özelliklerin irdelenmesi hedeflenmiştir.

2. DENEYSEL ÇALIŞMA (EXPERIMENTAL)

Başlangıç bileşimi, CAS (CaO-Al₂O₃-SiO₂) üçlü denge diyagramına göre stokiyometrik olarak anortit+wollastonit oluşum sınırını, ağırlıkça %57,5 SiO₂, %27,5 CaO, %15 Al₂O₃ bileşimini karşılayacak şekilde zeolit, mermer tozu ve alümina kullanılarak hazırlanmıştır. Mec Enerji firmasından temin edilen zeolit ve Sakarya bölgesi mermer işleme atölyelerinden sağlanan mermer tozu atığının kimyasal bileşimi Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Zeolit ve mermer tozunun XRF analizi; *K.K: Kızdırma kaybı. (XRD analysis of zeolite and marble powder, *K.K: Loss on ignition.)

Bileşim (ag.%)	CaO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	Fe ₂ O ₃	MgO	TiO ₂	SO ₃	P ₂ O ₅	K.K.*
Zeolit	2,38	13,12	76,97	4,63	0,19	1,67	0,94	0,10	-	-	-
Mermer tozu	58,16	0,24	0,39	0,27	-	0,14	0,25	-	-	-	40,56

Tablo 2. CAS bileşiminde kullanılan hammaddeler ve miktarları. (Raw materials and amounts that used in CAS composition.)

Hammadde	Ağırlık (g)
Zeolit	76,1
Mermer tozu	56,6
Al ₂ O ₃	5

Zeolit, belirlenen CAS bileşiminin başlıca SiO₂ kaynağını sağlarken; CaO ve Al₂O₃ bileşiklerinin bir kısmını da karşılamaktadır. Mermer tozu ise başlangıç bileşiminin başlıca CaO kaynağını oluşturmuş; bu iki hammaddeye ilaveten bileşimin tamamlanması için Seydişehir bölgesinden temin edilen % 99,9 saflıkta alümina (Al₂O₃) kullanılmıştır. Kullanılan hammaddeler Tablo2’de verilen miktarca tartımları gerçekleştirildikten sonra saf su içerisinde yaş olarak 4 saat bilyeli değirmende alümina bilye kullanılarak karıştırılmıştır. Yaş karışım 110°C’de 24 saat etüvde kurutulduktan sonra yüksek enerjili gezegensel değirmende (Fristch Pulverisette 6) WC bilye ve kap yardımı ile 1:30 toz/bilye oranında mekanik olarak aktive etmek amacı ile öğütülmüştür. Öğütme işlemi 400 dev/dk ve 600 dev/dk’lık iki farklı hızda 60 dk süre ile uygulanmıştır. Aktive edilen CAS toz bileşimleri tek eksenli hidrolik press yardımı ile 10 mm çapında silindirik paslanmaz çelik kalıba 290 MPa yük altında tabletler halinde şekillendirilmiştir. Şekillendirilme işleminde kalıp içerisinde yağlayıcı olarak çinko stearat kullanılmıştır. Şekillendirilen örnekler ısıtıcı eleman olarak MoSi₂ içeren elektrikli fırın içerisinde (Nabertherm) 5°C/dk ısıtma hızında 1000°C ve 1100°C sıcaklıklarda 1 ve 5 saat; ayrıca 1200°C’de 1 saat süre ile sinterlenmiştir. CAS başlangıç tozunun mekanik aktivasyon öncesi ve sonrası ile sinterleme sonrası faz analizleri, $\lambda=1,54056$ dalga boyunda CuK α ışın demeti kullanılarak tarama açısı (2 θ) 10 ile 90° arasında olacak şekilde 2°/dk tarama hızında X-ışınları difraktometresi (Rigaku D-max) yardımı ile görüntülenmiştir. Mekanik aktivasyon öncesi ve sonrası kullanılan tozların mikroyapıları ile farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmiş CAS

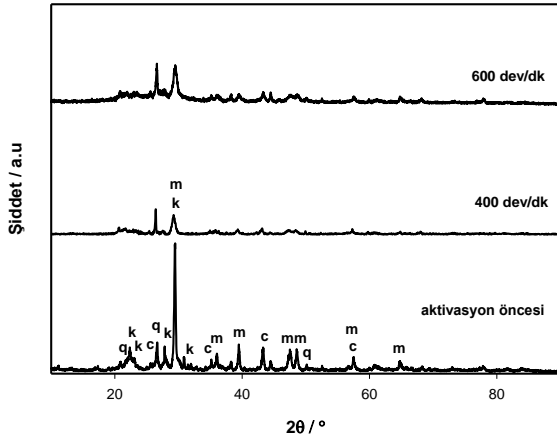
seramiklerin mikroyapıları, taramalı elektron mikroskobu (JEOL,6060 LV) ile incelenmiştir.

3. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME (RESULTS AND DISCUSSION)

Zeolit, mermer tozu ve alumina hammaddeleri kullanılarak hazırlanan aktivasyon öncesi CAS başlangıç tozunun ve bu tozun 1:30 toz/bilye oranı ile 400 dev/dk ve 600 dev/dk hızlarında 1 saat süre ile mekanik olarak aktive edilmesi sonrasında oluşan kristal faz ve amorflaşmayı belirlemek için XRD analizi yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar Şekil 1’de verilmektedir. Aktivasyon öncesi başlangıç toz karışımının kristal yapısında klinoptilolit, korundum, kalsit ve kuvars fazları çeşitli pik şiddetlerinde ve derecelerde görülmektedir. Klinoptilolit zeolit türlerinden biridir ve Dünya üzerinde kullanımı en yaygın olan zeolit çeşididir [16]. Farklı hızlarda mekanik olarak aktive edilen tozlarda zeolit, korundum ve kalsit fazlarının pik şiddeti belirgin bir şekilde azalmıştır. Ancak kuvars fazının pik şiddetinin mekanik öğütme ile belirgin bir değişime uğramadığı gözlemlenmiştir. Zeolitin pik şiddetinin azalması; zeolit kristalinin dış Si-O-Si ve Si-O-Al bağlarının kırılması ve zeolit parçacıklarının öğütme ile boyutunun azaltılmasından dolayı kaynaklanmaktadır [17]. Kuvars fazının sertliğinin yüksek olması (Mohs sertliği 7) öğütme sonucu partikül boyutunun azalmasını zorlaştırmış bu nedenle pik şiddeti CAS bileşim tozundaki diğer fazlara oranla fazla bir değişim göstermemiş olabilir. Yüksek enerjili mekanik öğütme ile yapıda amorflaşma görülmüş; öğütme hızının 600 dev/dk olduğu durumda bu amorflaşmanın daha belirgin olduğu tespit edilmiştir. Mekanik aktivasyon ile klinoptilolit türü zeolitte amorflaşma olduğu Rashchenko ve ark. [18] tarafından da ifade edilmiştir. Tunç [8] Zeolit, MgO, Al₂O₃ karışım tozuna uygulanan mekanik aktivasyon süresinin artması ile amorflaşmanın arttığını rapor etmiştir.

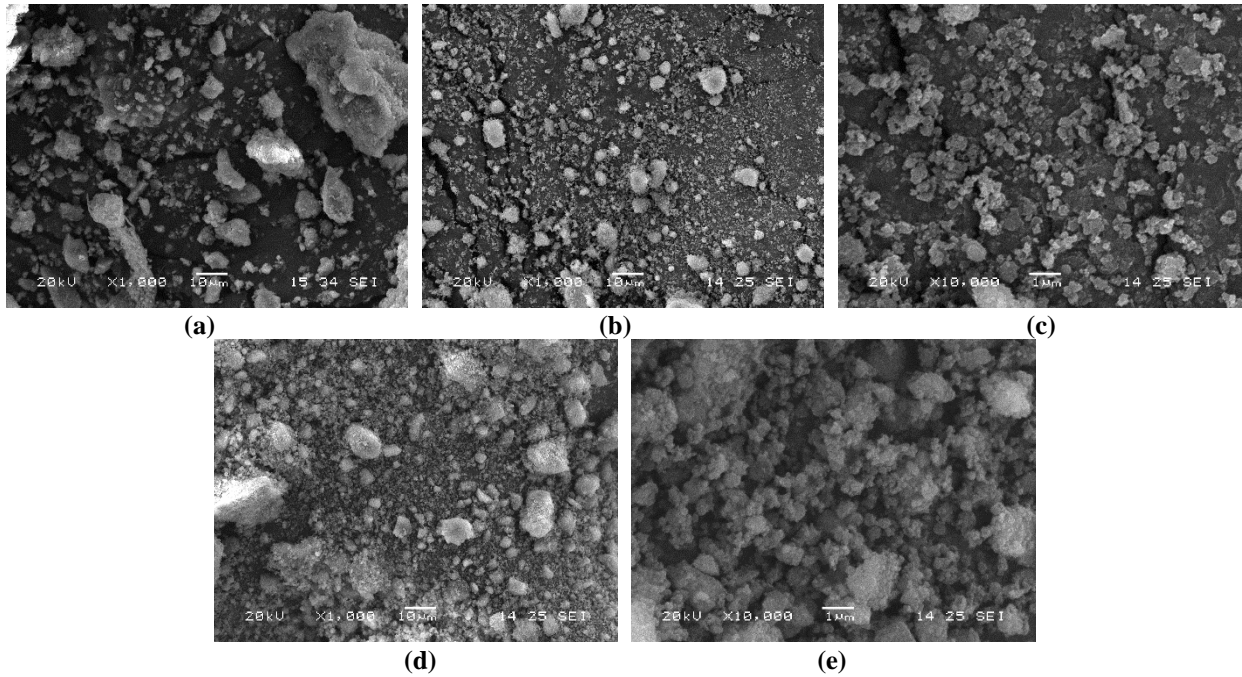
Başlangıç tozunun aktivasyon öncesi ile 400 dev/dk ve 600 dev/dk hızlarında 1 saat aktivasyon sonrası mikroyapı görüntüleri Şekil 2.’de

verilmiştir. Aktivasyon öncesi (Şekil 2.a) partikül boyut aralığının 5 μ ile 30 μ arasında değişmekte olduğu ve düzensiz şekilli tanelerin heterojen olarak dağıldığı gözlemlenmiştir. 400 dev/dk hız ile aktive edilen tozun (Şekil 2.b-c) partikül boyutlarının düzensiz şekilde 1 μ altına indiği görülmüş ancak aglomerasyon nedeni ile yaklaşık 10 μ büyüklüğünde topaklar oluşmuştur. Aktivasyon hızı 600 dev/dk'ya çıktığında ise (Şekil 2.d-e) mikron altı partiküllerin oluşturduğu topaklanmanın daha belirgin olduğu ortaya çıkmıştır.

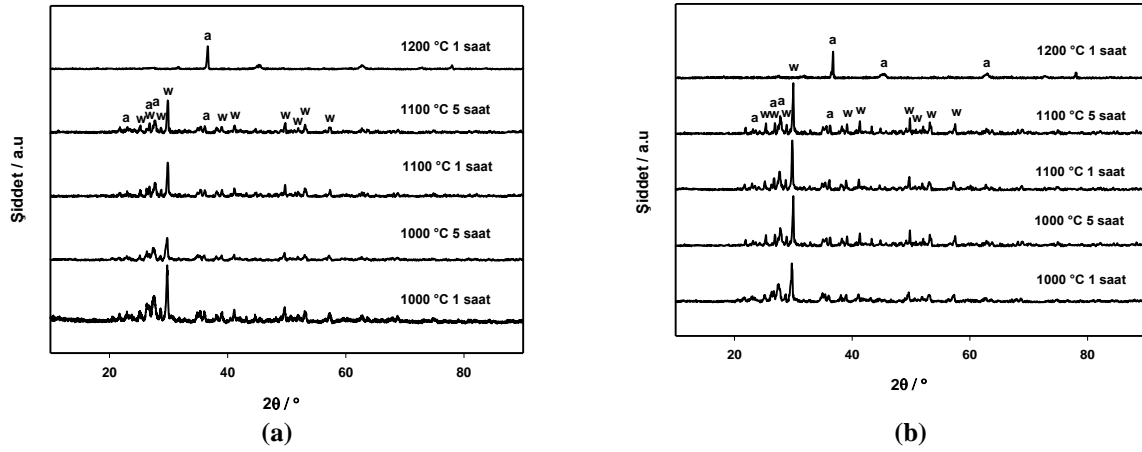


Şekil 1. CAS başlangıç tozunun aktivasyon öncesi, 400 dev/dk ve 600 dev/dk hızlarında 1 saat aktivasyon sonrasında ait XRD grafiği; q:kuvars, k: klinoptiloid, m: kalsit, c: korundum. (XRD graph of CAS starting powder before activation, activation after 1 hour at 400 rpm and 600 rpm; q: quartz, k: clinoptiloid, m: calcite, c: corundum.)

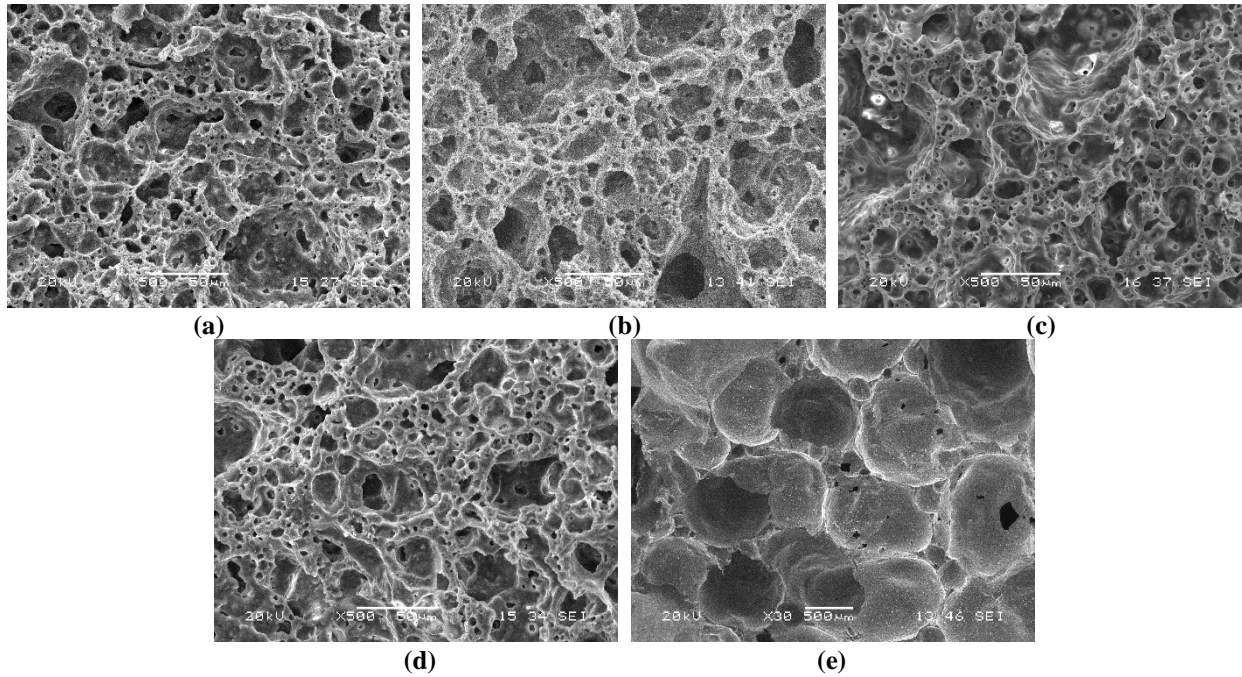
Oluşan topakların boyutu mikron altı boyuttan yaklaşık 20 μ büyüklüğe kadar değişmektedir. Demirkıran ve ark. [9] zeolit, MgO ve Al₂O₃ toz karışımının 600 dev/dk hızında 0,5, 1 ve 2 saat süre ile 1:20 toz/bilye oranını ile mekanik olarak aktivasyonu sonrası benzer şekilde oluşan topaklanma eğiliminden bahsetmişlerdir. Buzimov ve ark. [19] doğal zeolitin 350 dev/dk hızda 4 saat sürede aktive edilmesi ile optimum yüzey alanına ulaştığını ve artan süreyle beraber topaklanma nedeni ile yüzey alanının azalmaya başladığını rapor etmişler. Mevcut çalışmada ise benzer topaklanma öğütme hızından kaynaklıdır. 400 dev/dk ile 600 dev/dk hızlarında aktive edilen tozların şekillendirme sonrası 1000°C'den 1200°C'ye varan sıcaklık aralığında ve değişik sürelerde sinterlenmesi ile oluşan kristal fazlar XRD ile belirlenmiş ve sonuçlar Şekil 3.'de verilmiştir. 400 dev/dk hızda hazırlanan CAS tozunun 1000°C-1150°C arasında sinterlenmesi ile anortit (CaAl₂Si₂O₈), wollastonit (CaSiO₃) fazları çeşitli 2 θ açılarında tespit edilmiştir. Stokiyometrik olarak anortit+wollastonit oluşum sınır bölgesinde hazırlanan CAS tozunda sinterleme koşulları 1200°C'de 1 saate çıktığında kristal faz olarak sadece anortit tespit edilmiştir. Literatürde Al₂O₃, SiO₂ ve CaCO₃ hammaddelerinden hazırlanan CAS poroz seramiklerde anortit fazı 1300°C [20] ve 1400°C [21] sıcaklıklarda elde edilmiştir.



Şekil 2. Başlangıç tozunun a. aktivasyon öncesi, 400 dev/dk aktivasyon sonrası b. 1000, c. 10000 büyütmede ve 600 dev/dk aktivasyon sonrası d. 1000, e. 10000 büyütmede SEM görüntüsü. (SEM image of a. non-activated, activated at 400 rpm b.1000, c. 10000 magnification and activated at 600 rpm d. 1000, e. 10000 magnification of starting powders.)



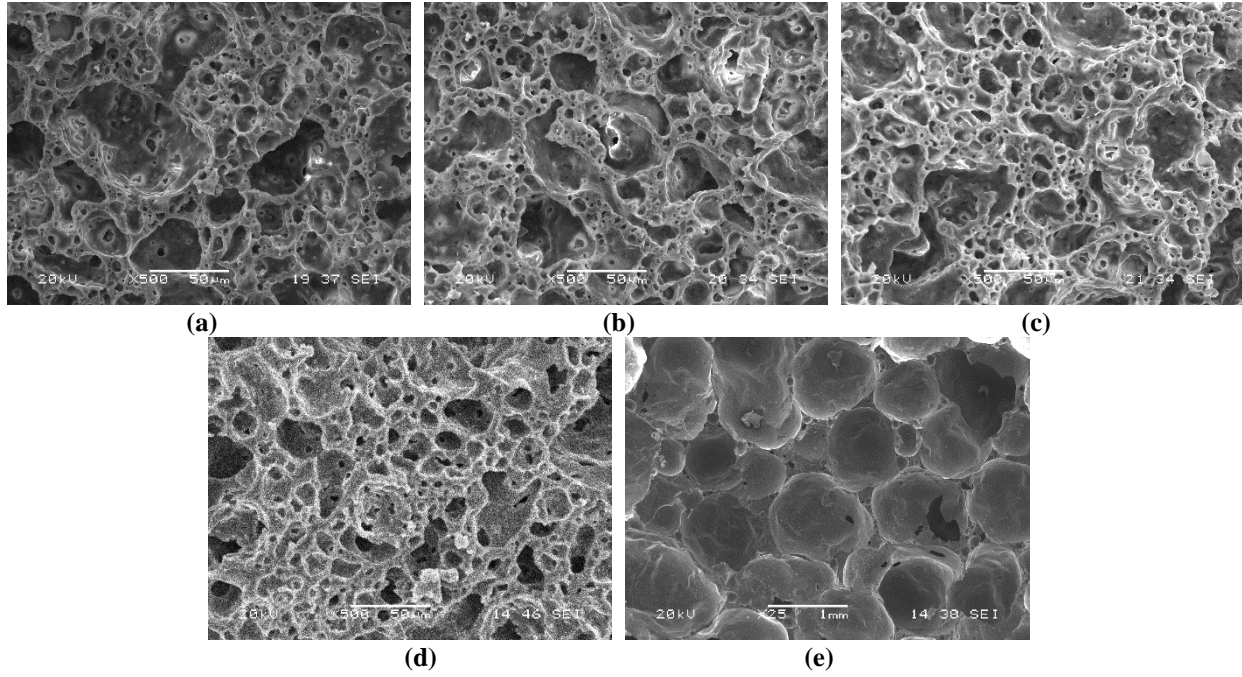
Şekil 3.a. 400 dev/dk b. 600 dev/dk hızlarında aktive edilen tozların farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmesi ile üretilen seramiklerin XRD analizleri; a:anortit, w: wollastonit. (XRD analysis of ceramic that produce with different temperature and time from the activated powders at a. 400 rpm and b. 600 rpm; a:anorthite, w: wollastonite.)



Şekil 4. 400 dev/dk hızında öğütülerek hazırlanan tozların, 1000°C'de a. 1 ve b. 5 saat; 1100°C'de c. 1 ve d. 5 saat; 1200°C'de e. 1 saat süre ile sinterlenmesi sonucu oluşan seramiklerin mikroyapı analizleri. (Microstructure analysis of ceramics that paped by grinding at 400 rpm after sintering at 1000 °C a. 1, b. 5 hours, at 1100 °C c. 1, d. 5 hours and at e. 1200 °C 1 hours.)

Zeolitin mekanik aktivasyon sonucu amorflaşması ve içerdiği K_2O ve NaO gibi flaks yapıcı oksitler, anortit oluşumu için gerekli sinterleme sıcaklığını düşürücü etki yapmış olabilir. Mekanik öğütmenin 600 dev/dk'ya çıkarılması sonucunda benzer şekilde anortit ve wollastonit fazları görülürken; wollastonit kristaline karşılık gelen 2θ açılarında pik şiddeti daha yüksek çıkmıştır. Göktaş ve ark. [22] mermer tozu ile kuvars kumunun mekanik aktivasyonu ile tane boyutunun azalmasını; wollastonitin oluşum sıcaklığını 1000°C'ye düşüğünü belirtmişlerdir. Mevcut çalışmada ise tane küçülmesi 600 dev/dk'da daha yüksek olduğu için bu durum wollastonit oluşumunu teşvik etmiştir. Şekil 4'de 400 dev/dk hızda mekanik öğütme ile hazırlanan CAS tozunun farklı sıcaklık

ve sürelerde sinterlenmesi sonucu oluşan mikroyapı görüntüleri verilmiştir. 1000°C (Şekil 4.a-b) ve 1100°C'de (Şekil 4.c-d) sinterlenen ürünlerde, düzensiz şekilde 5-60 μ boyut aralığına sahip yoğun makro gözenekli bir yapı dikkat çekmektedir. Bu yapının oluşması hammadde olarak kullanılan mermer tozunun kalsinasyonu sonucu açığa çıkan CO_2 gazından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bir diğer porozite oluşumu ise ince yapıli partiküllerin birbirine bağlanarak 3 boyutlu kanal yapısı oluşturması şeklinde gerçekleşmektedir. Sinterleme sıcaklık ve süre artışı nispeten daha küçük kapalı gözeneklerin birleşerek daha büyük gözeneklerin oluşmasına neden olmuştur. Sinterleme mekanizması sıvı faz sinterlemesi şeklinde gerçekleşmiştir.



Şekil 5. 600 dev/dk hızında öğütülerek hazırlanan tozların, 1000°C'de a. 1 ve b. 5 saat; 1100°C'de c. 1 ve d. 5 saat; 1200°C'de e. 1 saat süre ile sinterlenmesi sonucu oluşan mikroyapı analizleri. (Microstructure analysis of ceramics that prepared by grinding at 600 rpm after sintering at 1000 °C a. 1, b. 5 hours, at 1100 °C c. 1, d. 5 hours and at e. 1200 °C 1 hours.)

Zeolitin içerdiği Na_2O ve K_2O gibi alkali oksitler sıvı faz sinterlemesine neden olarak, sinterleme sıcaklığını düşürdükleri çeşitli araştırmalarda belirtilmiştir [23-24]. 1200°C'de vitrifikasyon yoğun bir şekilde görülmekle beraber; 60 μ ve altı büyüklükteki por yoğunluğu dramatik olarak azalmış boyutu 1 mm civarında küresele yakın şekilde porlar ve taneler belirmiştir. Aktivasyon süresi 600 dev/dk olan tozların 1000°C ve 1100°C'de sinterleme sonrası görüntüsünde (Şekil 5.a-d) benzer gözenek yapısına rastlanmıştır. Ancak 400 dev/dk hızda üretilen seramiklere kıyasla 50 μ civarı oluşan gözenek dağılımının arttığı söylenebilir. Kaba boyutlu tanelerin boyutunun büyük olması ortalama gözenek boyutunu artırırken buna karşı ince taneler yapı içinde gözenek dağılımını artırır [25]. 1200°C'de ise 1 mm boyutlu küresel gözenek ve taneler ile taneler arasında boşluklar gözlemlenmiştir. Bu durumda 1200°C her iki öğütme hızı için aşırı sinterleme durumunu oluşturmuştur. Merkit ve ark. [26] pomza ve yumurta kabuğu kullanarak ürettikleri CAS esaslı seramikleri 1000-1250°C'de 2 ve 5 saat sürelerde sinterlemişlerdir. 1200°C'nin altında sinterlenen numunelerde kısa bir süre sonra dağılma (parçalanma) gözlenmiş, ancak sinterlenebilirlik 1200°C ve üstünde sıcaklıklarda sağlanabilmiştir. Hem sinterleme hem de aktivasyon+sinterleme ile üretilen CAS seramiklerde poroziteli bir yapıya ulaşıldığını rapor etmişlerdir. Mevcut çalışmada ise mekanik

aktivasyon işlemi ile sinterleme sıcaklığının 1000°C'lere düştüğü tespit edilmiştir.

4. GENEL SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışmada farklı öğütme hızlarında mekanik aktivasyon ile hazırlanan zeolit, mermer tozu ve Al_2O_3 hammaddelerinden oluşan CAS esaslı seramik üretilmiştir; aktivasyonun hem başlangıç tozuna ve hem de sinterleme sonrası üretilen seramikler üzerindeki faz ve mikroyapısal özelliklerine etkisi incelenmiştir. Genel olarak elde edilen sonuçlar aşağıda sıralanmıştır.

- Mekanik aktivasyon sonucu her iki öğütme hızı için (400 dev/dk ve 600 dev/dk) başlangıç tozu karışımında amorfleşme tespit edilmiştir. Aktivasyon hızının artması amorfleşmeyi artmıştır. 400 dev/dk hızda 1 μ ile 10 μ arasında değişen taneler tespit edilmiştir. Bununla birlikte mikroyapıda aktivasyon hızı artışı ile tane boyutunun azalarak mikron altına indiği ancak ince tanelerin birleşerek topaklanma oluşturduğu görülmüştür.
- Her iki hızda hazırlanan tozların 1000°C ve 1100°C sıcaklıkta sinterleme sonrası faz analizinde wollastonit ve anortit fazları elde edilmiştir. Yüksek mekanik öğütme hızında üretilen CAS seramikte wollastonit pik şiddeti daha yüksek tespit edilmiştir. 1200°C'de 1 saat

sinterleme sonrası yapıda sadece anortit fazının varlığı dikkat çekmektedir.

• Sinterleme sonrası poroziteli yapı belirgin bir şekilde ortaya çıkmıştır. Poroziteler 1000°C ve 1100°C sinterleme sıcaklıkları sonrası kapalı ve düzensiz şekilde dağılım göstermiştir. Sinterleme mekanizması her iki öğütme parametresi için sıvı faz sinterlemesi olduğu tespit edilmiştir. 1200°C sıcaklık sonucu seramik yapısındaki porların boyutu, nispeten daha küçük porların birleşmesi ile yüksek bir artış sergilemiştir. 1000°C ve 1100°C’de düzensiz şekilde olan gözenekler 1200°C’de aşırı sinterleme ile küresel bir boyut kazanmıştır.

KAYNAKÇA (REFERANCES)

- [1] S. Koç, N. Toplan, K. Yıldız, H.O. Toplan, “Effects of mechanical activation on the non-isothermal kinetics of mullite formation from kaolinite,” *J. Therm Anal Calorim*, vol.103, no. 5, pp.791–796, 2011.
- [2] Z. Ceganac, Z. Acimovic, Lj. Andric, M. Petrov and S. Mihajlovic, “Mechanical activation of ceramic powders and it’s influence on the quality of the refractory linings,” in *Proceedings of 3rd BMC, Ohrid, R. Macedonia*, 2003, pp. 316-319.
- [3] A.O. Kurt, “Toz üretim yöntemleri ve sinterleme,” Ders notu, 2004-2010, pp.3-4 Available: www.aokurt.sakarya.edu.tr/dersler/r/dersler.htm [Accessed: 20-april-2017].
- [4] V.V. Boldyrev, “Mechanochemistry and mechanical activation of solids,” *Russian Chemical Reviews*, vol.75, no. 5, pp.177-189, 2006.
- [5] V. Günay, Ş. Yılmaz, “*Cam-seramik bilim ve teknolojisi*,” Tübitak Malzeme Enstitüsü, Gebze, 2010.
- [6] Z. Miao, N. Li, W. Yan, “Effect of sintering temperature on the phase composition and microstructure of anorthite-mullite-corundum porous ceramics,” *Ceramics-International*, vol. 40, no. 10, pp. 15795-15799, 2014.
- [7] S. Banijamali, H.R. Rezaei, B. Eftekhari Yekta, V.K. Marghussian, “Sinterability, crystallization and properties of glass-ceramic tiles belonging to CaF₂-CaO-MgO-Al₂O₃-SiO₂ system,” *Ceram. Int.*, vol. 33, no. 8, pp. 1557-1561, 2007.
- [8] T. Tunç, “Doğal zeolitten üretilen kordiyeritin karakterizasyonu,” Yüksek Lisans Tezi, *Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 2011.
- [9] T. Tunç, A.Ş. Demirkıran, “The effects of mechanical activation on the sintering and microstructural properties of cordierite produced from natural zeolite,” *Powder Technology*, vol. 260, pp. 7-14, 2014.
- [10] N.V. Boltakova, G.R. Faseeva, R.R. Kabirov, R.M. Nafikov, Yu.A. Zakharov, “Utilization of inorganic industrial wastes in producing construction ceramics. Review of Russian experience for the years 2000-2015,” *Waste Management*, vol. 60, pp. 230-246, 2017.
- [11] C. Vakifahmetoglu, “Zeolite decorated highly porous acicular calcium silicate ceramics,” *Ceramics International*, vol. 40, no. 8, pp. 11925-11932, 2014.
- [12] K.E. Alyamaç, A.B. Aydın, “Concrete Properties Containing Fine Aggregate Marble Powder,” *KSCE Journal of Civil Engineering*, vol. 19, no. 7, pp. 2208-2216, 2015.
- [13] G.S. Rohrer, M. Affatigato, M. Backhaus, R.K. Bordia, H.M. Chan, S. Curtarolo, A. Demkov, J.N. Eckstein, K.T. Faber, J.E. Garay, Y. Gogotsi, L. Huang, L.E. Jones, S.V. Kalinin, R.J. Lad, C.G. Levi, J. Levy, J-P. Maria, L. Mattos Jr., A. Navrotsky, N. Orlovskaya, C. Pantano, J. F. Stebbins, T. S. Sudarshan, T. Tani, K.S. Weil, “Challenges in Ceramic Science: A Report from the Workshop on Emerging Research Areas in Ceramic Science”, *J. Am. Ceram. Soc.*, vol.95, no.12, pp. 3699-3712, 2012.
- [14] S. Zhu, S. Ding, H. Xi, Q. Li, R. Wang, “Preparation and characterization of SiC/cordierite composite porous ceramics,” *Ceramics International*, vol.33, pp.115-118, 2007.
- [15] F. Bouzerara, A. Harabi, S. Achour, A. Larbot, “Porous ceramic supports for membranes prepared from kaolin and doloma mixtures,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol.26, pp.1663-1671, 2006.
- [16] M. Soylu, Ö. Gökkuş, “Türkiye’deki doğal zeolitler ve iyon değişimi uygulamaları,”

- OHÜ Müh. Bilim. Derg.*, vol. 6, no. 1, pp. 11-20, 2017.
- [17] Z. Yang, Y. Liu, C. Yu, X. Gu, N. Xu, “Ball-milled NaA zeolite seeds with submicron size for growth of NaA zeolite membranes,” *Journal of Membrane Science*, vol. 392–393, pp. 18-28, 2012.
- [18] L.K. Kazantseva, S.V. Rashchenko, “Optimization of porous heat-insulating ceramics manufacturing from zeolitic rocks,” *Ceramics International*, vol. 42, no. 16, pp. 19259-19265, 2016.
- [19] A.Y. Buzimov, S.N. Kulkov, E. Kurovics, W. Eckl, S. Pappert, “Influence of mechanical activation on the properties of natural zeolites from Tokaj Mountain,” *IOP Conf. Ser.:Mater. Sci. Eng.*, vol. 175, No.1, pp. 012033, 2017.
- [20] Y. Han, C. Li, C. Bian, S. Li, C-A. Wang, “Porous anorthite ceramics with ultra-low thermal conductivity,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 33, no. 13-14, pp. 2573-2578, 2013.
- [21] C. Li, Y. Han, L. Wu, K. Chen, Li-nan An, “Fabrication and properties of porous anorthite ceramics with modelling pore structure,” *Materials Letters*, vol. 190, pp. 95-98, 2017.
- [22] M. Gökteş, M. Erdemoğlu, “Aşırı öğütme ile mekanik olarak aktifleştirilmiş atık mermer tozları kullanılarak yapay wollastonit üretimi ve kullanımı,” *Madencilik*, vol. 53, no. 1-2, pp. 39-42, 2014.
- [23] R. Sokolář, M. Šveda, “The use of zeolite as fluxing agent for whitewares,” *Procedia Engineering*, vol.151, pp. 229-235, 2016.
- [2] R. de’ Gennaro, P. Cappelletti, G. Cerri, M. de’ Gennaro, M. Dondi, G.Guarini, A. Langella, D. Naimo, “Influence of zeolites on the sintering and technological properties of porcelain stoneware tiles,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 23, no. 13, pp. 2237-2245, 2003.
- [25] S. Liu, G.F. Chen, “Fabricating Porous Ceramics” in *Porous Materials Processing and Applications*, Elsevier UK., 2014, pp. 222-223.
- [26] Z.Y. Merkit, N. Toplan, “Pomza ve yumurta kabuğu tozlarından üretilen CAS esaslı seramiklerin ve kaplamaların karakterizasyonu,” *16th International Materials Symposium*, Denizli, Turkey, 2016, pp. 1322-1329.