



**ESPEY KONSANTRATÖR ATIKLARININ ISIL YÖNTEMLERLE
KAZANILMASI VE ATIK KİLİN DEĞERLENDİRİLEBİLİRLİĞİNİN
ARAŞTIRILMASI**

Arzu KAHVECİOĞLU

**DOKTORA TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

TEMMUZ 2024

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Arzu KAHVECİOĞLU

22/07/2024

ESPEY KONSANTRATÖR ATIKLARININ ISIL YÖNTEMLERLE KAZANILMASI VE ATIK KİLİN DEĞERLENDİRİLEBİLİRLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI

(Doktora Tezi)

Arzu KAHVECİOĞLU

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Temmuz 2024

ÖZET

Eti Maden Espey bor konsantratör tesisinde atık barajlarına gönderilen ince (-3 mm), % 15,22 B₂O₃ içeren atıkların kimyasal, termal, mineralojik, tane boyutu özellikleri belirlenmiş ve atıklardaki borun zenginleştirilmesi, mikrodalga yöntemi uygulanarak deneysel olarak araştırılmıştır. Matematiksel modelleme çalışmasında B₂O₃'ün zenginleştirilmesini, etkileyen bağımsız değişkenler olarak, mikrodalga cihazında kalma süresi ve mikrodalga gücü seçilmiştir. +0,045 mm tane boyutu için konsantrasyon tenörü (Y₁), konsantrasyon verimi (Y₂), atık tenörü (Y₃) ve atık verimi (Y₄) bağımlı değişkenlerdir. -0,045 mm tane boyutu için ise konsantrasyon tenörü (Y₅), konsantrasyon verimi (Y₆), atık tenörü (Y₇) ve atık verimi (Y₈) olarak tanımlanmıştır. Deneylelerin istatistiksel tasarımı ve cevap yüzey yöntemi ile bu değişkenler, ikinci dereceden modellere uymuştur. Modelin yeterliliğini doğrulamak için design expert 12 paket programıyla varyans analizi ANOVA testi ve optimizasyonu yapılmıştır. +0,045 mm ve -0,045 mm tane boyutlarındaki Y₁ – Y₈'e kadar olan 8 modelin optimizasyonu sonucunda 490 watt mikrodalga gücü ve 35 dakika cihazda kalma süresi optimum değer olarak bulunmuştur. ANOVA varyans analizine göre modellerin geçerliliği Y₁, Y₂, Y₃, Y₄, Y₅, Y₆, Y₇, Y₈ bağımlı değişkenler için belirlenen regresyon katsayıları R² değeri sırasıyla 0,9601, 0,8810, 0,9332, 0,8245, 0,8381, 0,8074, 0,7259 ve 0,8825 olarak bulunmuştur. Bu sonuçlar deneysel değerlerin %95'inin modelden tahmin edilenlerle eşleştiğini göstermiştir. % 15,22 B₂O₃ içeren atık numuneleri ve mikrodalga cihazı ile yapılan deneysel çalışmalardan elde edilen optimum 600 watt mikrodalga gücü ve 30 dakika değerlerinde %33,33 ve %32,34 B₂O₃ içeren zenginleştirilmiş atık numuneleri kullanılarak kompozit malzemeler geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bunun için pişirme sıcaklığı 1100°C seçilmiş olup, ilk önce % 15,22 B₂O₃ içeren %15 katkılı atık numuneleri kullanılarak 4 farklı reçete ile kompozit malzemeler (ateş betonları) üretilerek istenilen anortit ve albit fazları bulunmuştur. İkinci aşamada %33,33 ve %32,34 B₂O₃ içeren %5, %10 ve %15 katkılı zenginleştirilmiş atık numuneleri kullanılarak 9 farklı reçete ile kompozit malzemeler (ateş betonları) ve ayrıca 1 reçete ile polimerik kompozit malzeme üretilmiş istenilen anortit, kristobalit ve mullit fazları bulunmuştur.

Bilim Kodu : 91204, 91213, 91231
Anahtar Kelimeler : Kolemanit, mikrodalga, bor zenginleştirme, cevap yüzey yöntemi, optimizasyon, kompozit malzeme, anortit, kristobalit
Sayfa Adedi : 174
Danışman : Prof. Dr. Kırali MÜRTEZAOĞLU
İkinci Danışman : Prof. Dr. Ahmet AYDIN

RECOVERY OF ESPEY CONCENTRATOR TAILINGS BY MEANS OF THERMAL METHODS AND INVESTIGATION OF THE EVALUABILITY OF WASTE CLAY

(Ph. D. Thesis)

Arzu KAHVECİOĞLU

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

July 2024

ABSTRACT

The chemical, thermal, mineralogical and grain size properties of fine (-3 mm) 15,22% B₂O₃ containing wastes sent to tailings dams in Eti Maden Espey boron concentrator facility were determined and the enrichment of boron in the wastes was investigated experimentally by applying microwave method. In the mathematical modeling study, the residence time in the microwave device and microwave power were selected as the independent variables affecting the enrichment of B₂O₃. For +0,045 mm grain size, concentrate grade (Y₁), concentrate yield (Y₂), waste grade (Y₃) and waste yield (Y₄) were the dependent variables. For -0,045 mm grain size, concentrate grade (Y₅), concentrate yield (Y₆), waste grade (Y₇) and waste yield (Y₈) were defined. With the statistical design of the experiments and response surface method, these variables were fitted to second-order models. In order to verify the adequacy of the model, variance analysis ANOVA test and optimization were performed with design expert 12 package program. As a result of the optimization of 8 models from Y₁ to Y₈ with grain sizes of +0,045 mm and -0,045 mm, 490 watts of microwave power and 35 minutes of residence time in the device were found as the optimum value. According to ANOVA variance analysis, the validity of the models was determined as the regression coefficients R² values for the dependent variables Y₁, Y₂, Y₃, Y₄, Y₅, Y₆, Y₇, Y₈ were found to be 0,9601, 0,8810, 0,9332, 0,8245, 0,8381, 0,8074, 0,7259 and 0,8825, respectively. These results showed that 95% of the experimental values matched those predicted from the model. It was aimed to develop composite materials by using waste samples containing 15,22% B₂O₃ and enriched waste samples containing 33,33% and 32,34% B₂O₃ at optimum 600 watt microwave power and 30 minutes values obtained from experimental studies conducted with microwave device. For this purpose, the baking temperature was selected as 1100°C and firstly, composite materials (fire concretes) were produced with 4 different recipes by using waste samples containing 15,22% B₂O₃ and 15% additives and the desired anorthite and albite phases were found. In the second stage, composite materials (fire concretes) were produced with 9 different recipes by using enriched waste samples containing 33,33% and 32,34% B₂O₃ and with 5%, 10% and 15% additives and also polymeric composite material was produced with 1 recipe and the desired anorthite, cristobalite and mullite phases were found.

Science Code : 91204, 91213, 91231

Key Words : Colemanite, microwave, boron enrichment, response surface
Number methodology (RSM), optimization, composite material, anorthite, cristobalite

Page Number : 174

Supervisor : Prof. Dr. Kırali MÜRTEZAOĞLU

Co-Supervisor : Prof. Dr. Ahmet AYDIN

TEŞEKKÜR

Doktora çalışmalarım boyunca bana inanan ve destek olan kıymetli hocalarımdan Danışmanım Sayın Prof. Dr. Kıralı MÜRTEZAOĞLU hocama ve bana yol gösteren 2. Danışmanım Sayın Prof. Dr. Ahmet AYDIN hocama, TİK hocalarımdan tecrübelerinden faydalandığım bana ışık tutan Sayın Prof. Dr. H. Canan CABBAR hocama ve büyük bir özveri ile bana yardımcı olan Sayın Prof. Dr. Zehra ZEYBEK hocama sonsuz teşekkür eder, saygılarımı sunarım. EÜAŞ Seyitömer Termik Santralı emekli personellerinden Kimya Başmühendisi Sayın Mete ELGÜN'e ayrıca analiz çalışmalarım boyunca laboratuvar imkanlarını bana sunan Çelikler firmasına ait Seyitömer ve Tuçbilek Termik Santralleri İşletme Müdürlüğü personeline, Çaytaş Ateş Tuğla A.Ş.'ne, yaşamım boyunca beni destekleyen, eğitime önem veren rahmetli babam Mustafa KAHVECİOĞLU ve canım annem Gülnazir KAHVECİOĞLU'na teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xiv
RESİMLERİN LİSTESİ.....	xviii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xx
1. GİRİŞ.....	1
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	7
3. MATEMATİKSEL MODELLEME	19
3.1. Cevap Yüzey Yöntemi	19
3.1.1. Cevap fonksiyonlarına yaklaşım	19
3.2. Deneysel Modellerin Oluşturulması	22
3.2.1. Doğrusal regresyon modelleri.....	23
3.2.2. Çoklu regresyonda hipotez testleri.....	24
3.3. İki Düzeyli Fraksiyonel Faktör Tasarımları.....	27
4. MATERYAL VE YÖNTEM	29
4.1. Espey Atık Barajından Numune Alınması	29
4.2. Espey Atık Barajı Numunesinin Yapısının Tespit Edilmesi.....	30
4.2.1. Kimyasal bileşenlerin incelenmesi.....	31
4.2.2. Isıl özelliklerin incelenmesi	31
4.2.3. Minerallerin incelenmesi.....	31
4.2.4. Tane boyutu incelenmesi.....	31

	Sayfa
4.3. Mikrodalga Cihazı Çalışmaları	32
4.4. Deneysel Tasarım Planı ile Optimum Koşulların Bulunması	33
4.5. Kompozit Malzeme (Ateş Betonu) ve Polimerik Kompozit Malzeme Çalışmaları	35
4.5.1. Atık numunesinin sinterleştirilmesi	36
4.5.2. Terkip hazırlanması.....	39
4.5.3. Terkip reçeteleri	44
5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	49
5.1. Atık Numunenin Yapısının Tespit Edilmesi Sonuçları.....	49
5.1.1. Kimyasal bileşenlerin incelenmesi sonuçları	49
5.1.2. Isıl özelliklerin incelenmesi sonuçları.....	49
5.1.3. Minerallerin incelenmesi sonuçları	52
5.1.4. Tane boyutu incelenmesi sonuçları.....	53
5.2. Mikrodalga Cihazı ile Yapılan Deney Sonuçları	54
5.2.1. +0,045 mm tane boyutunda atık barajı numunesi için yapılan deney sonuçları	54
5.2.2. -0,045 mm tane boyutunda atık barajı numunesi için yapılan deney sonuçları	65
5.3. Deney Tasarımı ve Merkezi Kompozit Tasarımı.....	75
5.3.1. İkinci derece regresyon modellerinin uygunluğu.....	76
5.4. Kompozit Malzeme (Ateş Betonu) ve Polimerik Kompozit Malzeme Çalışmaları Deney Sonuçları.....	94
5.4.1. % 15,22 B ₂ O ₃ içeren atık numuneleri kullanılarak yapılan kompozit malzemelere (ateş betonlarına) uygulanan analizlerin sonuçları	95
5.4.2. Mikrodalga cihazında 30 dk 600 wattta zenginleştirilmiş %33,33 ve %32,34 B ₂ O ₃ içeren atık numuneleri kullanılarak yapılan kompozit malzemelere (ateş betonlarına) ve polimerik kompozit malzemeye uygulanan analizlerin sonuçları	103
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	125
KAYNAKLAR	129

EKLER.....	133
EK 1. Kodlaşmış Değerlerin Zaman İçin Örnek Hesaplama.....	134
EK 2. Atık Numuneli Sinterleştirilmiş Malzeme Oluşurken Ateş Kaybı Hesaplanması	135
EK 3. +0,045 mm ve -0,045 mm Tane Boyutlarındaki Atık Numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 Dakika Boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 Watt Mikrodalga Güçlerinde Konsantre ve Atık Ürünlerin Tenör ve Verim Değerleri Bulunması	136
EK 4. Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri	146
ÖZGEÇMİŞ	173

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. Çoklu regresyonda regresyonun önemi için varyans analizi	26
Çizelge 4.1. Mikrodalga cihazı ile gerçekleştirilmiş deneylerin programı	32
Çizelge 4.2. Uygulamalı ölçeğin seviyeleri ve bağımsız test değişkenleri.....	33
Çizelge 4.3. Terkip 1* için kullanılan malzemeler	44
Çizelge 4.4. Terkip 2* için kullanılan malzemeler	45
Çizelge 4.5. Terkip 3* için kullanılan malzemeler	45
Çizelge 4.6. Terkip 4* için kullanılan malzemeler	45
Çizelge 4.7. Terkip 1 için kullanılan malzemeler	46
Çizelge 4.8. Terkip 2 için kullanılan malzemeler	46
Çizelge 4.9. Terkip 3 için kullanılan malzemeler	46
Çizelge 4.10. Terkip 4 için kullanılan malzemeler	47
Çizelge 4.11. Terkip 5 için kullanılan malzemeler	47
Çizelge 4.12. Terkip 6 için kullanılan malzemeler	47
Çizelge 4.13. Terkip 7 için kullanılan malzemeler	47
Çizelge 4.14. Terkip 8 için kullanılan malzemeler	48
Çizelge 4.15. Terkip 9 için kullanılan malzemeler	48
Çizelge 4.16. Terkip 10 için kullanılan malzemeler	48
Çizelge 5.1. Atık barajı örneğinin kimyasal analiz değerleri.....	49
Çizelge 5.2. Espey atık barajı örneğinin mineral bileşimi	53
Çizelge 5.3. Espey atık barajı örneğine ait elek analiz ve %B ₂ O ₃ sonuçları	53
Çizelge 5.4. Espey atık barajı örneğinin tane büyüklüğüne göre tenör dağılımları.....	54
Çizelge 5.5. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 10 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	54
Çizelge 5.6. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 20 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	56

Çizelge	Sayfa
Çizelge 5.7. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 30 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	58
Çizelge 5.8. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 40 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	60
Çizelge 5.9. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 50 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	61
Çizelge 5.10. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 60 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	63
Çizelge 5.11. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 10 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	65
Çizelge 5.12. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 20 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	67
Çizelge 5.13. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 30 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	68
Çizelge 5.14. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 40 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	70
Çizelge 5.15. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 50 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	72
Çizelge 5.16. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 60 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu	74
Çizelge 5.17. +0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı konsantre tenör değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı	78
Çizelge 5.18. +0,045 mm tane boyutunda konsantre tenör için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)	79
Çizelge 5.19. +0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı konsantre verim değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı	80
Çizelge 5.20. +0,045 mm tane boyutunda konsantre verim için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)	81
Çizelge 5.21. +0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı atık tenör değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı.....	83
Çizelge 5.22. +0,045 mm tane boyutunda atık tenör için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)	83

Çizelge	Sayfa
Çizelge 5.23. +0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı atık verim değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı.....	85
Çizelge 5.24. +0,045 mm tane boyutunda atık verim için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)	85
Çizelge 5.25. -0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı konsantre tenör değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı	87
Çizelge 5.26. -0,045 mm tane boyutunda konsantre tenör için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)	88
Çizelge 5.27. -0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı konsantre verim değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı	89
Çizelge 5.28. -0,045 mm tane boyutunda konsantre verim için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)	89
Çizelge 5.29. -0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı atık tenör değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı.....	91
Çizelge 5.30. -0,045 mm tane boyutunda atık tenör için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)	91
Çizelge 5.31. -0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı atık verim değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı	93
Çizelge 5.32. -0,045 mm tane boyutunda atık verim için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)	93
Çizelge 5.33. Terkip 1* kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	95
Çizelge 5.34. Terkip 1* pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	95
Çizelge 5.35. Terkip 2* kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	98
Çizelge 5.36. Terkip 2* pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	99
Çizelge 5.37. Terkip 3* kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	100
Çizelge 5.38. Terkip 3* pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	100
Çizelge 5.39. Terkip 4* kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	101
Çizelge 5.40. Terkip 4* pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	101

Çizelge	Sayfa
Çizelge 5.41. %15,22 B ₂ O ₃ içeren %15 katkılı atık numuneleri kullanılarak yapılan kompozit malzemelere (ateş betonlarına) uygulanan analizlerin sonuçlarının karşılaştırılması	103
Çizelge 5.42. Terkip 1 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	103
Çizelge 5.43. Terkip 1 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	104
Çizelge 5.44. Terkip 2 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	105
Çizelge 5.45. Terkip 2 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	105
Çizelge 5.46. Terkip 3 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	106
Çizelge 5.47. Terkip 3 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	106
Çizelge 5.48. Terkip 4 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	107
Çizelge 5.49. Terkip 4 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	108
Çizelge 5.50. Terkip 5 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	109
Çizelge 5.51. Terkip 5 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	109
Çizelge 5.52. Terkip 6 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	110
Çizelge 5.53. Terkip 6 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	110
Çizelge 5.54. Terkip 7 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	111
Çizelge 5.55. Terkip 7 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	112
Çizelge 5.56. Terkip 8 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	113
Çizelge 5.57. Terkip 8 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	113
Çizelge 5.58. Terkip 9 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler	114
Çizelge 5.59. Terkip 9 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi	114
Çizelge 5.60. Terkip 10 polimerik kompozit malzeme için fiziksel özellikler.....	118
Çizelge 5.61. Terkip 10 pişmiş polimerik kompozit malzemenin kimyasal analizi.....	119
Çizelge 5.62. 30 dk 600 W mikrodalga cihazı ile zenginleştirilmiş %33,33 ve %32,34 B ₂ O ₃ içeren %5, %10, %15 katkılı atık numuneleri kullanılarak yapılan kompozit malzemelere (ateş betonlarına) ve polimerik kompozit malzemeye uygulanan analizlerin sonuçlarının karşılaştırılması	122

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 1.1. Espey konsantratör tesisi akım şeması	6
Şekil 2.1. CaO–Al ₂ O ₃ –SiO ₂ sisteminin faz diyagramı	13
Şekil 3.1. (a) Birinci dereceden model için tepki yüzeyi $\eta = 50 + 8x_1 + 3x_2$, (b) Birinci dereceden model için kontur grafiği	20
Şekil 3.2. İkinci derece model tarafından iki değişken x_1 ve x_2 ile tanımlanan yüzey tiplerine bazı örnekler.	22
Şekil 4.1. Sistemin akış diyagramı.....	30
Şekil 4.2. Kompozit malzeme için tavsiye edilen ısı kürü diyagramı	42
Şekil 5.1. Espey atık barajı örneğinin TGA ve DTA grafikleri.....	50
Şekil 5.2. Espey atık barajı örneğinin TGA ve DSC grafikleri.....	51
Şekil 5.3. Espey atık barajı örneğinin XRD analizi	52
Şekil 5.4. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 10 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	55
Şekil 5.5. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 10 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	55
Şekil 5.6. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 20 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	56
Şekil 5.7. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 20 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	57
Şekil 5.8. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 30 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	58
Şekil 5.9. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 30 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	59
Şekil 5.10. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 40 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	60
Şekil 5.11..+0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 40 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	61
Şekil 5.12. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 50 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	62

Şekil	Sayfa
Şekil 5.13. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 50 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	62
Şekil 5.14. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 60 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	64
Şekil 5.15. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 60 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	64
Şekil 5.16. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 10 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	66
Şekil 5.17. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 10 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	66
Şekil 5.18. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 20 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	67
Şekil 5.19. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 20 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	68
Şekil 5.20. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 30 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	69
Şekil 5.21. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 30 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	70
Şekil 5.22. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 40 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	71
Şekil 5.23. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 40 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	71
Şekil 5.24. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 50 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	73
Şekil 5.25. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 50 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	73
Şekil 5.26. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 60 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik.....	74
Şekil 5.27. - 0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 60 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik	75
Şekil 5.28. +0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın konsantre tenörüne etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri.....	79

Şekil	Sayfa
Şekil 5.29. +0.045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın konsantre verimine etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri.....	81
Şekil 5.30. +0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın atık tenörüne etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri	84
Şekil 5.31. +0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın atık verimine etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri	86
Şekil 5.32. -0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın konsantre tenörüne etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri.....	88
Şekil 5.33. -0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın konsantre verimine etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri.....	90
Şekil 5.34. -0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın atık tenörüne etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri	92
Şekil 5.35. -0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın atık verimine etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri	94
Şekil 5.36. Terkip 1* XRD analizi	96
Şekil 5.37. Terkip 1* EDX sonucu	98
Şekil 5.38. Terkip 2* XRD analizi	99
Şekil 5.39. Terkip 3* XRD analizi	101
Şekil 5.40. Terkip 4* XRD analizi	102
Şekil 5.41. Terkip 1 XRD analizi	104
Şekil 5.42. Terkip 2 XRD analizi	105
Şekil 5.43. Terkip 3 XRD analizi	107
Şekil 5.44. Terkip 4 XRD analizi	108
Şekil 5.45. Terkip 5 XRD analizi	110
Şekil 5.46. Terkip 6 XRD analizi	111
Şekil 5.47. Terkip 7 XRD analizi	112
Şekil 5.48. Terkip 8 XRD analizi	113
Şekil 5.49. Terkip 9 XRD analizi	115

Şekil	Sayfa
Şekil 5.50. Terkip 9 EDX sonucu	117
Şekil 5.51. Terkip 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 XRD analizleri.....	118
Şekil 5.52. Terkip 10 XRD analizi	119
Şekil 5.53. Terkip 10 EDX sonucu	121

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 4.1. Emet bor işletmesine ait atık barajı	29
Resim 4.2. (a) Deneysel çalışmalarda kullanılan mikrodalga cihazı (b) İç görünümü (c) yaklaşık 20 gram atık numunesi konulmuş erlen	32
Resim 4.3. Terkip hazırlanması için kullanılan malzemeler (a) Isıdac-40 (pudra) (b) vitrifiye atığı (pudra), (c) vitrifiye atığı (0-1) mm, (d) vitrifiye atığı (1-3) mm, (e) vitrifiye atığı (3-5) mm, (f) atık numunesi (pudra), (g) atık numunesi (0-1) mm, (h) çin kaolin sinteri (pudra), (ı) çin kaolin sinteri (0-1) mm, (j) çin kaolin sinteri (1-3) mm, (k) çin kaolin sinteri (3-5) mm, (l) bağlama kili (pudra).....	37
Resim 4.4. (a) Atık numunesi tartımı, (b) Pişirme potasının darası (gr)	38
Resim 4.5. (a) Pota içindeki atık numunesi, (b) Kül fırını içindeki atık numuneli pota.....	38
Resim 4.6. (a) Kül fırını, (b) çalışır durumda 950°C	38
Resim 4.7. (a), (b) Atık numunesinin cam faza geçmesi	39
Resim 4.8. (a) Atık numunesi sinteri, (b) pudrası	39
Resim 4.9. Elek sarsma cihazı	40
Resim 4.10. (a) Terkip için kullanılan malzemelerin karışımı, (b) malzemelerin 5 dakika karıştırılmış durumu, (c) malzemenin çamur hali	40
Resim 4.11. (a) Kompozit malzemenin kalıptaki görüntüsü (b) ıslak bezle 24 saat nemli tutulması.....	41
Resim 4.12. (a) Etüvde kurutma, (b) Etüv	41
Resim 4.13. Yüksek sıcaklık fırını.....	42
Resim 4.14. Soğukta basma mukavemeti presini	43
Resim 4.15. Porozite kazanı.....	43
Resim 4.16. (a), (b), (c), (d) terkip 3,4,7,8,9,10'un etüvden çıkmış durumları (e), (f), (g), (h) pişmiş durumları.....	44
Resim 5.1. Terkip 1* SEM görüntüleri (a) 1000 (b) 10 000 (c) 500 (d) 5000 büyütmelerinde	97
Resim 5.2. Terkip 9 SEM görüntüleri (a) 500 (b) 1000 (c) ve (d) 2000 büyütmelerinde.....	116

Şekil**Sayfa**

Resim 5.3. Terkip 10 SEM görüntüleri (a) 500 (b) 1000 (c) ve (d) 2000 büyütmelerinde.....	120
Resim 5.4. İstenilen fazların kristal yapı görüntüleri a) Terkip 2 için oluşan mullit, b) Terkip 5 için oluşan mullit, c) Terkip 2 için oluşan Li Mg ferrit, lityum magnezyum demir (III) oksit, d) Terkip 5 için lamprofillit -2M, e) Terkip 2 için oluşan gehlenit, Mg yatağı (f) Terkip 8 için oluşan magnezyokromit+Fe yatağı, g) Terkip 9 için oluşan franklinit, h) Terkip 10 için oluşan yüksek oranda kristobalit + kristobalit- β , i) Terkip 9 için oluşan kahverengi millerit, j) Terkip 4 için oluşan natron, k) Terkip 8 için oluşan hidroksilklinohümit+Ti yatağı, l) Terkip 4 için oluşan kristobalit- β	123

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler

Açıklamalar

β_i	Regresyon katsayısı
x_i	Kod değeri
y	Cevap değişkeni

Kısaltmalar

Açıklamalar

3D	Üç boyut
ANOVA	Analysis of variance (Varyans analizi)
EDX	Enerji Dağılım Spektroskopisi
RSM	Cevap yüzey yöntemi
SBM	Soğukta basma mukavemeti
SEM	Tarama Elektron Mikroskobu
TERKİP	Kompozit malzemeyi oluşturan hammaddelerin biraraya getirilmesi
XRD	X- Işını Difraktometresi
XRF	X- Işını Floresans Spektrometresi

1. GİRİŞ

Bor elementi metalle ametal arasında yarı iletken, farklı bileşik yapma kapasitesi ve nötronları absorbe özellikleri olan sanayide birçok alanda kullanılan hammaddedir. Bor elementi doğada mineraller şeklinde bulunmaktadır. Borun çok minerali olmamasına rağmen tinkal ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), kolemanit ($\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$), üleksit ($\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) ve kernit ($\text{Na}_2\text{B}_{14}\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ticari yönden önemli bor mineralleridir. Türkiye’de tinkal yatakları Kırka/Eskişehir, kolemanit yatakları ise Bigadiç/Balıkesir, Kestelek/Bursa ve Emet/Kütahya’da bulunmaktadır [1]. Doğada 150’den fazla bor minerali olmasına rağmen ekonomik değer taşıyanlar tinkal, kolemanit ve üleksittir. Deterjandan silah sektörüne, uzay sanayiinden nükleer alana, fotoğrafçılık, boya ve kâğıt sektöründe kullanılmaktadır [2]. Madencilik sektöründe kullanılan çeşitli yöntemler ile bor mineralleri elde edildikten sonra fiziksel işlemlerden geçirmek suretiyle zenginleştirme yapılarak bor konsantresi elde edilir. 2023 yılı için tahminen dünya bor ürünlerinin toplam bor tüketim payını %50 cam, %16 tarım, %13 seramik-firit ve %2 deterjan-temizlik sektörleri geri kalan %21’lik bor tüketim payını ise kimya, metalürji, bor bileşikleri, böceklerle karşı koruyucu, çatı kaplama, tutkal, selülozik izolasyon, alçıpan, madeni yağ sektörleri oluşturmaktadır [1].

Kolemanit mineraline ani olarak ısıtma ve soğutma ya da belirli bir sıcaklığa kadar ısıtma işlemleri yapıldığında kristal sularını kaybederek dağılma ve ufalanma özelliği göstermektedirler. Kolemanit cevherine ısı işlem uygulandığında belirli sıcaklıklarda kristal suyunu kaybedip ince boyutlara geçerek, tane boyutuna göre elek analizi gerçekleştirildiğinde, iri boyutlardaki gang ve ince boyutlarda konsantre bor ürünü elde edilmektedir [3].

Boraks pentanın dehidrasyonu için mikrodalga cihazı kullanılmıştır. Dehidrasyon başlangıçta hızlıken giderek azaldığı tespit edilmiştir. Mikrodalga ısıtma ile daha temiz ürünler üretilmiştir ve geleneksel ısıtma sisteminden çok daha hızlıdır [4].

En az iki farklı malzemenin makro boyutlarda birleşerek oluşturduğu yeni malzemeye kompozit malzeme denir. Kompozit üretimindeki amaç, tek başına uygun olmayan, birbiri içerisinde çözünemeyen malzemeleri kullanım alanlarına uygun özellikleri verebilecek duruma getirmek için dayanım, hafiflik, esneklik, maliyet, vb. yeni özellikler katmaktır.

Kompozit malzemeler ana yapısını iki bileşenden oluştururlar.

- Matris Malzeme (Polimer, metal ve metal alaşımlı, seramik esaslı malzemeler)
- Takviye Malzeme (Çelik, karbür, aramid, naylon vb.)

Kompozit genelde dayanımlarını sert ve gevrek olan takviye malzemelerden alırlar. Matris malzemeler ise kompozite tokluk ve süneklik özelliği kazandırır. Malzemeleri bir arada tutma görevi de matris malzemededir.

Kompozit malzemenin gösterdiği gerek yüksek mukavemet gerekse hafiflik özelliğinden dolayı kullanım alanı geniştir. Savunma sanayii, uzay teknolojisi ve havacılık sektörü, inşaat sektörü, otomotiv sektörü, ulaşım sektörü, sağlık sektöründe kullanılır. Kompozitin diğer kullanım alanları robot teknolojisi, Kimya sanayisi, elektrik-elektronik teknolojisi, müzik aletleri endüstrisi, gıda ve tarım sektörü, spor malzemeleri imalatında kullanılır [5].

Ateş betonu yüksek mukavemetli su, asit ve gazların kimyasal etkilerine ve aşınmalara, iri taneli benzerlerine nazaran daha iyi izole kabiliyeti olan dayanıklı bir malzemedir. Demir çelik endüstrisi, dökümhaneler, rafineriler ve petrokimya sanayii, enerji üretim tesisleri, çimento ve kireç endüstrisinde geniş kullanım alanları bulunmaktadır. Fırın örümü, brülör çevreleri, potalar, kemerler, kapaklar ve bacalarda ana malzeme olarak kullanılır. Özellikle fırın çevrelerinde yanmaz beton olarak kullanılmak üzere formüle edilir.

Sonuç olarak geniş amaçlı uygulamalarda kullanılabilen düşük demir içeren yüksek refrakterlik özelliklerine sahip olan ateş betonları yukarıda bir kısmını belirttiğimiz özellikler doğrultusunda formüle edilip tüm sanayi kuruluşlarında ihtiyaçlara cevap vermektedir [6].

Kompozit malzemenin oluşturulması için kullanılan hammaddeler; feldispat grubu ve kuvars grubu olarak iki ana grupta sınıflandırılmaktadır.

1. *Feldispat grubu hammaddeler*; Yeryüzünü oluşturan minerallerin en önemlilerinden biri olan feldispatlar bir mineral grubunun genel adıdır.

Kimyasal olarak alkali içeren alümina silikatlardır şeklinde tanımlanır. Bünyesindeki alkaliler ile (Na_2O , K_2O , Li_2O) kil ve kaolenlere göre ergime derecesi düşük olan bir

kompozit malzeme hammaddesidir. Erime özelliğini sağlayan temel faktör, toplam alkali içeriği ve Na₂O, K₂O, Li₂O, CaO gibi alkali oksitlerin oranlarıdır. Bunun dışında silika içeriği ve bünye bileşimi de etkilidir.

Feldispat mineralleri;

- Albit (Sodyum feldispat): Na₂O.Al₂O₃.6SiO₂
- Ortoklaz (Potasyum feldispat): K₂O.Al₂O₃.6SiO₂
- Spodümen (Lityum feldispat): Li₂O.Al₂O₃.4SiO₂
- Anortit (Kalsiyum feldispat): CaO.Al₂O₃.2SiO₂

Feldispat grubu mineralleri, Kimyasal bileşimlerine göre ise ortoklaz (KAlSi₃O₈), albit (NaAlSi₃O₈) ve anortit (CaAl₂Si₂O₈) olmak üzere üç uç bileşene ayrılırlar.

2. *Kuvars grubu hammaddeler*; Yer kabuğunun %28'ini oluştururlar. Bolluk açısından oksijenden sonra gelen silisyumun bir bileşimidir. Formüsel olarak, SiO₂ şeklinde ifade edilir. Karbonatlar dışında tüm kayasal maddelerin özünde bulunur. Doğada kristal ve amorf haldedir.

- Kristal kuvars; ametist, kuvarsit, kuvars kumu
- Amorf kuvars; sileks, flint, kizelpur (diatomit)

Saf kuvars ısıtıldığında çeşitli modifikasyonlar gösterir. Modifikasyon yapısal değişimdir. Yani aynı maddenin çeşitli kristal yapılar göstermesidir.



Kuvarsın oda sıcaklığındaki kararlı hali α -kuvarsdır. α -kuvars 573°C'de hızlı olarak β -kuvarsa dönüşür. Bu sırada hacimde %2 oranında artar. Isıtmaya devam edilip 870°C'ye gelindiğinde β -kuvars tridimite dönüşür. Hacim %12 artar. 1470°C'de tridimit kristobalit dönüşür ve hacim %5 artar. 1713°C'de kristobalit eriyerek kuvars camı haline gelir. Kuvarstaki bu dönüşümler tersinirdir. Eğer kuvars soğutma sonucunda çok uzun süre soğutmaya tabi tutulursa; Kristobalit \rightarrow tridimit \rightarrow β -kuvars \rightarrow α -kuvars yapıları oluşur. Eğer soğuma hızlı yapılırsa, kuvars yüksek sıcaklıktaki haliyle soğur. Diğer

modifikasyonlara geçecek zaman bulamaz. Fırınlarda soğuma kısmı kontrollü yapıldığında fırından çıkan üründe bu modifikasyonların hepsi bulunabilir. Kuvarsın bu modifikasyon aşamaları seramik pişiriminde çok önemlidir. Dönüşüm sıcaklıklarında hacim değişiklikleri olacağından bu sahalarda ani sıcaklık değişimlerinden sakınmak ve bu noktalardan yavaş geçmek gerekir. Aksi halde çatlamlar meydana gelir. Bir seramik yapının kil gibi plastik özelliği olan hammaddelerin yanında kuvars gibi plastik olmayan ve yapıyı yüksek sıcaklıklarda ayakta tutacak hammaddeye gereksinim vardır.

Anortit faz oluşumunda kullanılan oksitli bileşenler aşağıdadır.

Alüminyum oksit (Al_2O_3): Tek başına erime derecesi yüksektir (2000 °C). Kompozit malzemelerde erime noktasını belirgin bir şekilde yükseltir. SiO_2 ile gerekli oranlarda bir araya geldiğinde malzemenin matlaşmasını, kristal ayrışmalarını engeller. Malzemeye geniş bir erime aralığı kazandırır. Viskoziteyi, kimyasal dirençlerini yükseltir. Al_2O_3 , malzeme bileşimine kaolen veya kil hammaddesiyle girdiğinde ham veya pişmiş ürün üzerinde daha iyi tutunmasını yani yapışmasını sağlarlar. Malzemenin genleşme katsayısını düşürür, asit ve bazlara karşı dayanımı artırır. Yüksek oranlarda kullanıldığında opaklaşmanın artmasına neden olabilir. Malzemeye kaolen veya kil, feldispatlardan girebilir.

Silisyum dioksit (SiO_2): Her çeşit malzemedeki bulunabilen tek ortak oksittir. Bazik oksitlerle uygun oranlarda birleştiğinde malzemedeki camlaştırıcı olarak görev yapar. Malzemenin erime sıcaklığını yükseltir. Genleşme katsayısını düşürür. Bu özelliğinden dolayı malzeme çatlaklarının giderilmesinde kullanılır. Ancak bu sorunun çözümlenmesi için malzeme içine katılan kuvarsın çok ince öğütülmesi gerekmektedir. SiO_2 , malzemenin kimyasal maddelere karşı daha dirençli olmasını sağlar. Malzemenin sertliğini artırır, çizilmelere karşı dayanıklılık kazandırır. Malzeme bileşimine kaolin, kil, feldispat ve kuvars hammaddeleri ile katılır.

Kalsiyum Oksit (CaO): Malzeme bileşiminde çok kullanılan elementlerdendir. Bünye ve malzeme arasında ara tabaka oluşturarak malzemenin elastikiyetini artırır. Ara tabaka oluşumu ve buna bağlı olarak elastikliğin artışı malzeme ve bünye arasındaki çekme ve basma gerilimlerini azaltarak, çatlamları engeller. B_2O_3 ile birleştiğinde malzemenin sertliğini artırır. Ancak bu türlü borlu malzemelerde aynı zamanda bor türü oluşumunun fazlaşmasına neden olur. Asidi ve zayıf asidik çözeltilere karşı dayanımı artırır. Malzeme

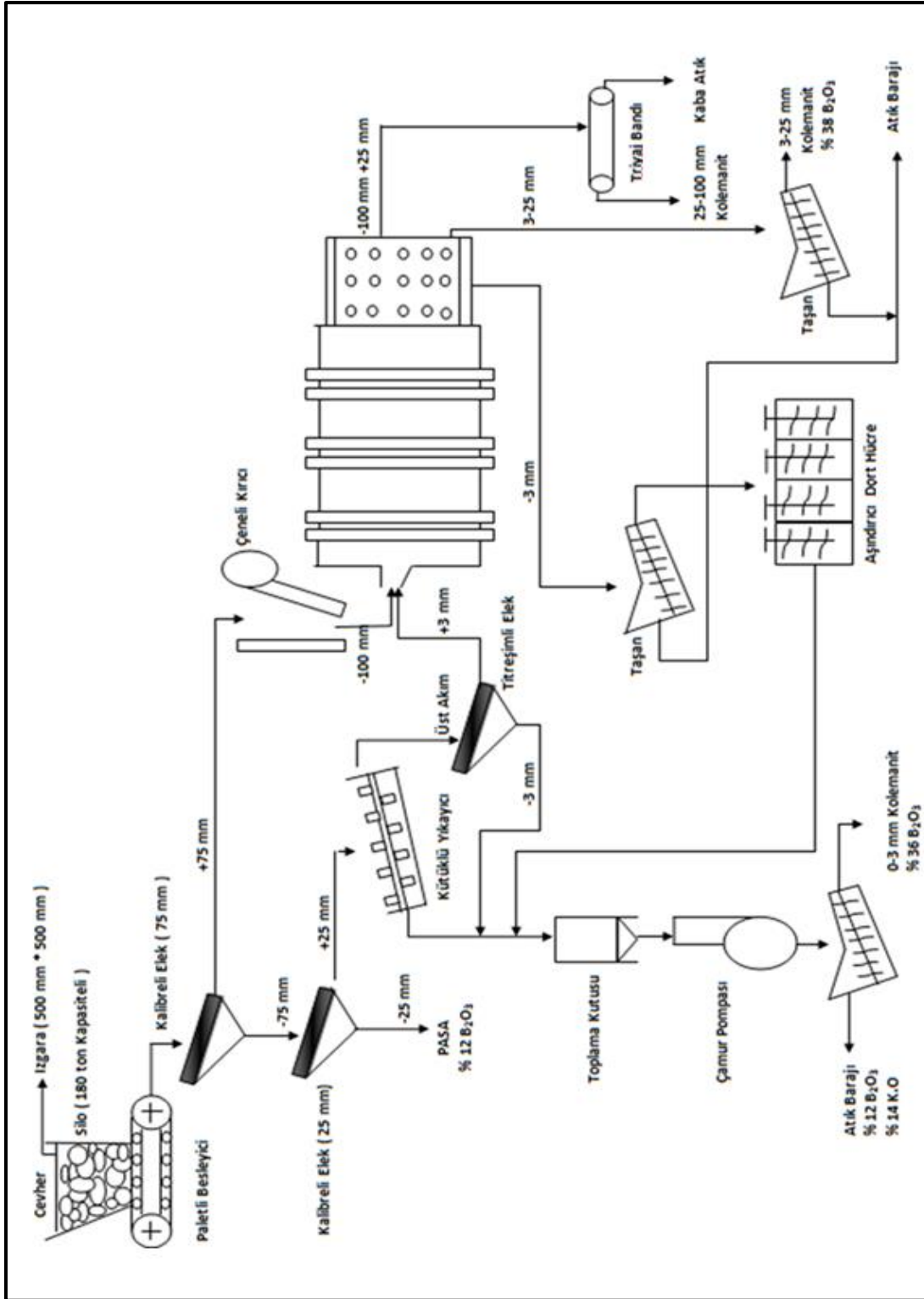
bileşimine CaCO_3 yapısındaki mermer, tebeşir ve kalkerden girer. Doğal bir kalsiyum silikat olan volastonitde sık kullanılan hammaddelerdendir [7].

Oksit içeren seramikler, nitrürler, karbürler, sülfürler ve borürlerle karşılaştırıldığında imalat kolaylığı ve yüksek sıcaklıklardaki stabiliteyi nedeniyle en kullanışlı ve yaygın malzemelerdir. Al_2O_3 , ZrO_2 , TiO_2 , Cr_2O_3 , SiO_2 ve Y_2O_3 , CaO gibi oksit içeren seramikler, aşınma, sürtünme, kaviteleşme ve erozyona karşı yüksek dirençlerinin yanı sıra yüksek sertlik, korozyon direnci ve yüksek dinamik modül refrakterlik özellikleri nedeniyle ileri teknolojik uygulamalar sunmaktadır. Oksit olmayan seramikler zorlu ortamlar için potansiyel adaylar olarak benzersiz özellikler gösterse de, genellikle oksidasyon koruması için bir difüzyon bariyeri oluşturmak üzere koruyucu bir oksit tabakasına ihtiyaç duyarlar. Oksidasyon direnci, havada yüksek sıcaklıkta çalışan malzemeler için doğal bir gereklilik haline gelir. Oksit seramikler uygun bir şekilde oksidasyona dirençli yapısal malzemeler olarak ortaya çıkıyor. Yüksek sıcaklık uygulamaları, yapısal kararsızlığa yol açan büyük hacimsel faz dönüşümlerine neden olur. Ayrıca seramik oksitlerin doğal kırılabilirliği onları termal şok arızalarına karşı daha duyarlı hale getirir. Böylece oksit seramiklerin sertleştirilmesi yapısal uygulamalarında bir ön koşul haline gelir [8].

Bu çalışmanın temel amacında mikrodalga çalışmalarında düşük dereceli Espey kolemanitin boyutu (-3 mm) seçilmiştir. Bu boyuttaki numuneler maksimum 800 watt minimum 180 watt gücünde bir mikrodalga cihazında maksimum 60 dakika, minimum 10 dakika süre ile tutularak daha önce denenmemiş eşanlı değişimini ele alan iki faktöriyel deneylerin merkezi kompozit tasarımına göre B_2O_3 'ün zenginleştirilmesi deneyleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca cevap yüzey yöntemine göre 490 watt mikrodalga gücü ve 35 dakika cihazda kalma süresi optimum değer olarak bulunmuştur.

Bu çalışmada esas olan konumuz yukarıda bahsedilen birçok sektörde kullanılan kompozit malzeme (ateş betonu) olarak kullanılan betonlar granül halinde refrakter karışımları olup yapım yerinde su ile karıştırılarak kalıplar yardımıyla uygulanabilen, özellikle şekilli malzemelerin yapımı için çok uygundur. +0,045 mm ve -0,045 mm tane boyutlarındaki %15,22 B_2O_3 içeren atık numunesi ve %33,33 ve %32,34 B_2O_3 içeren mikrodalga cihazında 600 watt mikrodalga gücü ve 30 dakikada zenginleştirilmiş atık numuneleri kullanılarak 1100°C pişirme sıcaklığında kompozit malzemeler (ateş betonları) ve polimerik kompozit malzeme yapılmıştır.

Espey konsantratör tesisi akım şeması Şekil 1.1’de gösterilmiştir.



Şekil 1.1. Espey konsantratör tesisi akım şeması [9].

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Sayın ve diğeri (2023), yaptıkları çalışmada, Kütahya Espey Konsantratör Tesisinde üretilen, -3 mm tane boyut dağılımına sahip, %32-38 B₂O₃ tenörlü kolemanit konsantresinin hidrosiklon ile bor içeriğinin yükseltilmesi hedeflenmiştir. Beslenen malzemenin %5'ini oluşturan yaklaşık 500 000 ton düşük tenörlü ürün, stok sahalarında beklemektedir. -3 mm tane boyutunda olan bu düşük tenörlü ürünün kullanılabilir tenör olan en az %42 B₂O₃ içeriğine yükseltilmesi için ilk olarak kil açma/dağıtma işlemi gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen elek analizi ile 1 mm tane boyutu üzerinde kalan ve malzemenin ağırlıkça %31'ini oluşturan atıkta %46,26 B₂O₃ içerdiği tespit edilmiştir. 1 mm tane boyutu altında kalan atık ile hidrosiklon çalışmaları yapılarak, en iyi sonuçlara 1 bar besleme basıncı, %10 katı/sıvı oranı ve 8 mm vortex- 6,4 mm apex çıkış çapları deney koşullarında ulaşılmıştır. Sonuçta %44,73 B₂O₃ tenör ve %98,44 verim ile elde edilmiştir [10].

Büyükyıldız (2007), Emet Bor İşletmesinin Hisarcık konsantratör tesisindeki kolemanit artığı 350-500⁰C sıcaklık ve 15-60 dakika zaman aralıklarında kalsinasyon işlemine tabi tutularak kalsine ürün elde edilmiştir. Pilot ölçekli testlerin sonucunda, kalsine konsantre üretiminin optimum 450⁰C sıcaklık ve 25 dakika sürede %30 B₂O₃ tenör ve %92,96 B₂O₃ verim ile gerçekleştirileceği bulunmuştur [11].

Bütüner ve Aydın (2016), Bor cevheri genellikle fiziksel, kimyasal ve fizikokimyasal prosesleri içeren konsantrasyon teknikleri ile iyileştirilmektedir. Bir yöntem olarak mikrodalga ile ısıtma önerilebilir bu yöntem, malzemeler arasındaki etkileşime dayanması nedeniyle sentez ve malzeme proseslerinde daha geniş uygulamalara sahiptir. Mikrodalgalar önemli miktarda enerji ve işlem süresi tasarrufu sağlayabilir. Ayrıca mikrodalga ile ısıtmada malzemeye aktarılan enerjinin mekânsal dağılımının kontrol edilmesi mümkündür. Mikrodalgalarla enerji transferi geleneksel ısıtmada olduğu gibi öncelikli iletim veya konveksiyona değil dielektrik kaybına dayalıdır. Bu nedenle bir numunenin mikrodalga ısıtmaya maruz kalma eğilimi büyük ölçüde dielektrik özelliklerine bağlıdır. Yapılan bir çalışmada düşük dereceli Espey (-10 mm)'li kolemanitin zenginleştirilmesi amaçlanmıştır. Kullanılan Emet-Espey -Türkiye havzasındaki kolemanitin 10 mm boyutunda %28,87 B₂O₃ olduğu belirtilmektedir. Yaptıkları mikrodalga deneylerinde %88,13 verimli, %50.82 B₂O₃ konsantresi elde etmişlerdir [12].

Aydın (2016), Emet-Hisarcık konsantratör tesisinde zenginleştirme işleminden sonra elde edilen ve atıklarda depolanan (-3 mm) atık üründen alınan temsili numuneler üzerinde kimyasal, fiziksel ve fizikokimyasal karakterizasyon çalışmaları yapmıştır. Hisarcık atık barajından alınan numunelerde %19,10 B₂O₃ tenör ile kolemanit, kalsit ve illit bulunmuştur. Isıl işlem (Mikrodalga) deneyleri: +0,5, -0,5+0,125, -0,125 mm gibi üç farklı tane büyüklüğündeki numuneler, 10, 20, 30, 40, 50, 60 dakika süre ve 360, 600, 800 watt gücünde mikrodalga enerjilerine tabi tutulduktan sonra konsantre ve atık olarak sınıflandırılmıştır. Bu deneysel çalışma sonucunda -0,5 mm tane büyüklüğünde atık numune kullanılarak % 93,48 verim ile % 43,65 B₂O₃ elde edilmiştir [13].

Eskibalıcı (2007), Cevher hazırlama ve zenginleştirmede mikrodalga enerjisinin kullanıldığı bir çalışmada, hidrat bor mineralleri üzerinde yapısal birtakım değişikliklere yol açtığı belirlenmiştir. Kolemanit 900 W güç seviyesinde 45 dk mikrodalga enerjiye maruz kaldığında ölçülebilen yüzey sıcaklığı 320⁰C olurken yaklaşık 0,6 mol bünye suyunu kaybetmiştir. Üleksit ise aynı koşullarda ölçülen yüzey sıcaklığı 280⁰C olurken yaklaşık 7 mol bünye suyunu kaybetmiştir. Mikrodalga enerjisi ortamın sıcaklığını kısa sürede arttırmamasından dolayı kolemanit ve üleksitin yapısal özelliklerini değiştirmekte ve bu da cevher hazırlama ve zenginleştirme sonucunda elde edilen ürünlerin karakterini belirlemiştir [14].

Bütüner (2011), Emet Bor İşletme Müdürlüğü'nde düşük tenörlü kolemanit numunelerin tenörleri, Espey -3 mm'de %35,64 B₂O₃, Espey -10 mm'de %28,87 B₂O₃ ve Hisarcık -25+3 mm'de %29,57 B₂O₃ arasında değişmektedir. İçeriklerinde Arsenik ile Fe₂O₃ istenmeyen durumdur. B₂O₃'ü kazanmak amacıyla dekrepitasyon, mikrodalga ve kuru manyetik ayırma yöntemleri kullanılmıştır. Dekrepitasyon çalışmalarında, Espey -3 mm'de, %53,82 B₂O₃ tenörlü konsantre %90,05 verimle, Espey -10 mm'de %51,24 B₂O₃ tenörlü konsantre % 83,21 verimle, Hisarcık +25-3 mm'de ise % 53,03 B₂O₃ tenörlü konsantre % 89,68 verimle üretilmiştir. Mikrodalga çalışmalarında ise, Espey -3 mm'de, %52,78 B₂O₃ tenörlü konsantre %85,72 verimle, Espey -10 mm'de %50,12 B₂O₃ tenörlü konsantre %86,50 verimle, Hisarcık +25-3 mm'de ise %49,98 B₂O₃ tenörlü konsantre %86,37 verimle elde edilmiştir. Kuru manyetik ayırma çalışmaları başarısız olmuştur. Elde edilen dekrepite ürünler ile borik asit üretilmiştir [15].

Ak (2011), İnce (-3 mm) tane boyutunda %28,2 B₂O₃ içeren Espey atık barajı örneğinde kolemanit, montmorillonit ve kalsit, %19,1 B₂O₃ içeren Hisarcık atık örneğinde ise kolemanit, kalsit ve illit mineralleri içerdiği belirlenmiştir. Konsantratör atıklarının zenginleştirilmesi için mikrodalga cihazı çeşitli süre ve mikrodalga güç değerlerinde çalışmalar yapmıştır. +0,5 mm tane boyutundaki Hisarcık atık örneği 30 dakika 800 watt mikrodalga güçte ile %46 B₂O₃ ve %94,62 verimle tenörlü konsantresi oluşmuştur [16].

Doğan ve diğerleri (1997), yaptıkları çalışmada %20,70 tenörlü Kestelek -2 mm ve %28,50 B₂O₃ içeren Bigadiç -3+0,2 mm kolemanit atıkları için dekrepitasyon ile zenginleştirme yapmışlardır Kestelek kolemanit atığından 15 dakika süresince 450°C sıcaklıkta bekletilerek %69,2 verimle %36,2 B₂O₃ tenörlü ürün elde edilmiştir. Bigadiç kolemanit atığı 15 dakika boyunca 500°C sıcaklığa maruz bırakılarak %80,4 verimle %59,8 B₂O₃ tenörlü ürün elde edilmiştir [17].

Kayandan ve diğerleri (2004), yaptıkları çalışmada düşük tenörlü kolemanit cevherini kalsinasyon yöntemi ile zenginleştirmeye çalışmışlardır. %18,05 B₂O₃ içeren numune, farklı sıcaklık ve sürelerde kalsinasyon işlemine tabi tutulmuş 430°C sıcaklık ve 75 dakika boyunca %85,81 verimle %28,78B₂O₃ tenörlü konsantre ürün olarak elde edilmiştir [18].

Sevim ve diğerleri (2019), İnşaat sektöründe yapılan bir çalışmada bor jipsinin harçlar üzerindeki etkisini anlamak için bor jipsinin mineral katkı olarak kullanılacağını araştırmışlardır. Bor jipsi içeren harç numunelerinin akış tablosu, eğilme ve basınç dayanımı, aşınma, karbonatlaşma, içine alma ve büzülme testleri yapılmış ve bor jipsinin harçta kütlece çimentonun %5-10'u kadar katkı maddesi olarak kullanılması tavsiye edilmiştir. Harcın sertleştirilmiş özellikleri, varyans analizi ve cevap yüzeyi yöntemi (RSM) regresyon modelleriyle belirlenmiştir. ANOVA sonuçlarına göre eğilme ve basınç dayanımının bor jipsini değiştirme oranından doğrudan etkilendiği belirlenmiştir [19].

Al-dhawi ve diğerleri (2023), Borun sulu çözeltilerden verimli bir şekilde geri kazanılmasının araştırıldığı bir çalışmada yanıt yüzey yöntemi ile elde edilen (RSM) temas süresi, bor konsantrasyonu, adsorban dozajı ve pH'ı kapsayan temel işletim parametrelerinin bor geri kazanım verimliliğini elde etmek için en uygun koşulları araştırmışlardır. Bunun sonucunda 200 dakikalık bir temas süresi 1450 mg/l'tik bir bor derişimi, 800 mg/l'tik

adsorban dozajı ve pH=7'yi optimum değer olarak bulmuşlardır. Ayrıca çalışma sonuçları sulu çözeltilerden bor geri kazanımında B Mg-Al-LDH'nin etkinliğini göstermektedir [20].

Atıklar ve diğerleri (2006), Şişen bir sistemde yeni bir sinerjistik ajan olarak kolemanitin etkisinin optimizasyonu çalışmasında polipropilenin alev geciktiriciliğini artırmak için asit kaynağı ve şişirme maddesi olarak amonyum polifosfat, karbofik madde olarak pentaeritriol ve sinerjistik madde olarak kolemanit madde içeren şişen bir sistem kullanılmış ve çalışmalarda D-optimal karışım tasarımı kullanılmıştır. Sınırlayıcı oksijen indeksini (LOI) tanımlayan kübik modelin istatistiksel analizine göre R-kare belirleme katsayısı 0,9881 bulunmuştur. Bu yanıtta göre optimum alev geciktiricili polipropilen kompozitleri belirlenmiştir [21].

Akpınar ve diğerleri (2017), 75 µm'nin altındaki öğütülmüş kolemanit Eti Maden İşletmeleri'nden (Türkiye) temin edilmiş bir çalışmada alınan kolemanit tozunun yapısal özellikleri XRD, DTA-TG ve BET analizleri ile incelenmiştir. Mikrodalga destekli kalsinasyon, kalsinasyon prosesinde daha kısa işlem süresi ve geleneksel yöntemle karşılaştırıldığında kolemanitin amorf kalsiyum borat ve kristal kalsite geçiş sıcaklığının yaklaşık 100°C azalması gibi bazı avantajlar sağlamıştır. Kalsinasyondan sonra, nihai ürünün yoğunlaşması ve teknolojik özellikleri üzerindeki etkilerini keşfetmek için ağırlıkça % 0-5 aralığında potasyum feldispatlarla kısmi ikame edilerek porselen karışımına kolemanit tozları ilave edilmiştir. Sert porselen formülasyonlarına ağırlıkça %3 oranında kalsine kolemanitin eşdeğer miktarda potasyum feldispatla değiştirilerek ve 1300°C'de pişirildikten sonra eklenmesi, mekanik mukavemetin artmasına ve gözeneklilik ve su emiliminin kademeli olarak azalmasına neden olmuştur [22].

Köseoğlu ve diğerleri (2014), yaptıkları çalışmada atık kordiyerit ile hazırladıkları örneklere fiziksel ve termal işlemler uygulayarak seramik sektöründe araştırılması için çelik fabrikasından elde edilen kordiyerit atıklarına talk, pomza taşı ve bağlayıcı özelliğine sahip kil konularak öğütülmüş örnekler ağırlıkça %6 oranında nemlendirilmiş 270 MPa basınç altında 1x5x10 cm³ ebatlarında kalıp hazırlanmıştır. Kalıplar 200 °C sıcaklıkta kurutulduktan sonra 1200-1250-1300 °C sıcaklıklarda pişirilmiştir [23].

Kara ve diğerleri (2023), Yapılan başka bir çalışmada ham öğütülmüş kolemanit mineralinin beton dayanımına etkisi araştırılmış beton dayanımı üzerine etkisi araştırılmış %5 kadar ham

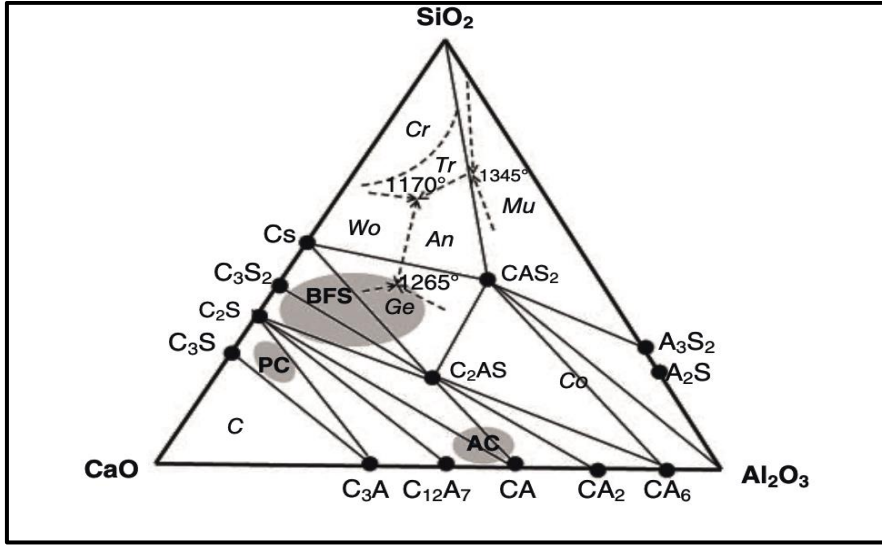
öğütülmüş kolemanit katıldığında C30-37 beton sınıfı için istenen basınç dayanımı sağladığı bulunmuştur. Optimal kolemanit katkı oranı %3 olarak belirlenmiştir [24].

Hernandez ve diğerleri (2022), Kaolinit kili bazlı seramik malzemelerin termal davranışı ve sinterlenebilirliğinde farklı bor oksit kaynakları olan borik asit, boraks, kolemanit ve üleksitin değerlendirildiği çalışmada düzgün karışımlar elde etmek için planeter değirmende dört ikili karışım yapılmıştır. Sistemik karşılaştırma için, tüm numunelere eklenen bor içeriği ağırlıkça %1 dir. Karışımların termal davranışının değerlendirilmesi, derin kristalli ve kristalli olmayan faz gelişimiyle tamamlanan dokusal, mikroyapısal karakterizasyonun eşlik ettiği çok teknikli bir yaklaşımla gerçekleştirilmiştir. Üleksit ve boraks en yüksek eritici etkiyi sergilerken, kolemanit borik asitten daha ılımlı bir etkiye sahiptir. Gözlenen mikro yapı, silika bazlı camsı faza gömülü kuvars taneleri, kristobalit ve mullit ile diğer kil bazlı seramiklere benzerdir. Bu çalışma, eritici madde olarak bor oksit içeren kil bazlı malzemelerin ilave tasarımı için bilgi sağlamaktadır. Bu ajanların kullanımında kuru yol alternatifini etkili olmuştur. Malzemenin mikro yapısı, 1300°C ısıtılmasından sonra, XRD tarafından da belirlendiği gibi kuvars, kristobalit, mullit ve camsı faz göstermiştir [25].

Kurama ve Özel (2009), Başlangıç hammaddelerinin ve pişirme koşullarının anortit ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) faz oluşumu üzerindeki etkileri diferansiyel termal analiz (DTA)-termogravimetri (TG) ve X-ışını toz kırınımı (XRD) ile araştırılmıştır. Anortit üretiminde $\text{Ca}(\text{OH})_2$, CaCO_3 , mermer tozu ve alçı kalıp atığı olmak üzere dört farklı CaO kaynağı kullanılmıştır. Hammade karışımı anortitin stokiometrik oranında hazırlanmıştır. Numunelerin sinterlenmesi çeşitli sıcaklıklarda (1000–1300 °C) gerçekleştirilmiştir. Anortit fazı oluşmadan önce tüm numunelerde düşük sıcaklıklarda (<1200°C) tabakalı alimünosilikat fazı (LAS) ve gehlenit fazı oluşumu gözlenmiştir. LAS aşaması pişirme sıcaklığına bağlıdır. LAS faz oluşumunun CaO kaynağı ile ilişkili olmadığı görülmüştür. Yüksek sinterleme sıcaklıklarında (>1100 °C), başlangıç bileşimlerine göre daha az miktarda gehlenit fazı gözlemlenmiş veya yok olmuştur. Öte yandan gehlenit ve LAS'ın bu sıcaklıkta erimesiyle anortit 1200 °C'de kristalleşmeye başlamıştır. Tüm numuneler 1200 °C'de benzer kristalleşme davranışı göstermiştir. Sonuçlar alçı kalıp atığı ve mermer tozunun anortit seramik üretiminde CaO kaynağı olabileceğini göstermiştir. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 'den hazırlanan örnekde maksimum yoğunluğa (%80) ulaşılmıştır [26].

Pal ve diğeri (2015), Yaptıkları çalışmada hammadde olarak $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, kuvars, alüminli çimento ve feldispat kullanılarak anortit ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) porselen üretmişlerdir. İki bileşim formüle edilerek (CAQ ve CFQ olarak kodlanmış) ve bunların fiziko-mekanik özellikleri (%AP, BD, bükülme mukavemeti) incelenmiş ve karşılaştırılmıştır. CAQ (ağırlıkça %21,2 $\text{Ca}(\text{OH})_2$, ağırlıkça %44,5 $\text{Al}(\text{OH})_3$ ve ağırlıkça %34,3 kuvars), ısıtmadan sonra bile çok zayıf yoğunlaşma ve dayanıklılık göstermiş 1450°C 'de, ancak çeşitli sıcaklıklarda ısıtıldığında anortit oluşumu gözlenmiştir. Öte yandan CFQ (ağırlıkça %48,6 alüminli çimento, ağırlıkça %29,37 feldispat ve ağırlıkça %22,06 kuvars), CAQ'ya kıyasla daha fazla anortit oluşumuyla 1450°C 'de tam yoğunlaşma ve üstün dayanım elde etmiştir. Faz ve mikro yapı gelişimini analiz etmek için X-ışını kırınımı ve taramalı elektron mikroskobu çalışmaları da yapılmıştır. Anortit bazlı numunenin termal genleşme katsayısının kuvars ve mullit porselenden daha düşük bulunması, bu numunenin pişirme kabı olarak kullanılmasını akla getirmiştir [27].

Heimann (2010), $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ üç bileşenli sisteminde, SiO_2 değeri az olan kısmı Portland ve alüminat çimentolarındaki faz ilişkilerini ve dönüşümleri tanımlamaya yarar; SiO_2 açısından zengin/orta derecede CaO kısmı içeren toprak çömlerinde, tuğla ve taş eşyalar dahil Al_2O_3 'ten zengin kısmında ise refrakter özellikli seramikler (mullit, şamot) bulunmaktadır. $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ üçlü sisteminde yalnızca üçlü bileşik bulunur: anortit (An, $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) ve gehlenit (Ge, $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$). İkili bileşikler, Şekil 2.1'de gösterilen üçgenin kenarlarıdır. Kalsiyum alüminat fazları C_3A ve C_{12}A_7 ve kalsiyum silikat fazları C_3S ve C_2S , çimentonun önemli klinker fazları alüminat, alit ve beliti oluştururlar. Demir açısından zengin kalsiyum alüminat, kahverengi millerit C_4AF , $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Fe}_2\text{O}_3$ üçlü sistemindeki bir bileşiktir. An, Wo ve Tr arasındaki üçlü nokta, 1170°C 'de erime noktasına sahip üçlü ötektiktir; düşük erime noktasına sahip diğer ötektikler An, Ge ve Wo (1265°C) ve An, Tr ve Mu (1345°C) üçlü noktalarında bulunur. 1335°C 'deki bir diğer önemli üçlü nokta C_2S , CA ve C_{12}A_7 arasındadır. Şekil 2.1. $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ üçlü diyagramındaki (kütle%) kotektik (uyumluluk) üçgenler (düz çizgiler). SiO_2 açısından zengin kısımda, faz sınırlarının kesişme noktasında üç önemli üçlü nokta (kesikli çizgiler) gösterilmiştir. An = anortit; Co = korindon; Cr = kristobalit; Ge = gehlenit; Mu = mullit; Tr = tridimit; Wo = volastonit. AC, PC ve BFS sırasıyla alüminat çimentosu, Portland çimentosu ve yüksek fırın cürufalarının bileşim alanlarını göstermektedir [28].



Şekil 2.1. CaO–Al₂O₃–SiO₂ sisteminin faz diyagramı

Köseçavuş (2007), Toz metalurjisi metodu ile volkanik tüf ve bor (borik asit) kullanılarak anortit seramik malzeme yapmak amaçlanmıştır. Katkısız ve %2, %4, %6 oranlarında borik asit katılarak yapılan örnekler 1000°C-1300°C sıcaklıklarda sinterleştirmişlerdir. Bunların yoğunluk ve sertlik ölçümleri yapılmıştır. 1000°C, 1200°C ve 1300°C sıcaklıklarda sinterlenen borik asit katkılı ve katkısız pelletlerin yoğunluk ölçümleri sonucunda sıcaklık ve borik asit katkısı arasında kararlı bir değişim olmadığı görülmüştür. Ancak 1100°C sıcaklıkta sinterlenen kalıplarda sıcaklık ve borik asit katkısı arasında daha kararlı bir değişim gözlenmiştir. Bu nedenle 1100°C sıcaklıkta sinterlenen örneklerin XRF, XRD, EDS analizleri yapılmıştır. Borik asit katkısının anortit oluşumunu hızlandırdığı, ancak yüksek bor oranının anortit oluşumunu çok fazla etkilemediği görülmüştür. Bor katkılı numunelerin sinterlemeden sonra katkısız kalıplara göre daha uniform yapıya sahip olduğu, ancak borik asit oranının artması 1200°C ve 1300°C yüksek sıcaklıklarında katkılı ve katkısız kalıplarda ergimeler deformasyon olmuştur [29].

Yakıcı (2014), Düşük sinterleme sıcaklığı ve düşük üretim maliyetine sahip anortit seramiklerinin ucuz ve bol yerli hammaddelerden olan kaolen, zeolit, kalsit, volastonit, kuvars ve bor oksit kullanılarak üretiminin yapılması hedeflenmiştir. Anortit toz karışımlarının hazırlanması için geleneksel oksitlerin karışımı yöntemi kullanılmıştır. Elde edilen tozlardan kalıp üretilmiş ve bu kalıplar 1000-1300°C sıcaklıkları arasında 1 saat boyunca sinterlenmiş ve faz oluşumları XRD ve SEM ile görülmüştür. Üretilen seramiklerin yoğunlukları sinterlenme sıcaklığının fonksiyonu olarak incelenmiştir. Bor oksit ilavesinin faz gelişimi ve yoğunluğa etkisi başlangıç hammaddelerinin tek fazlı anortit oluşumunda faz gelişimini önemli derecede

etkilediğini göstermiştir. Zeolit, kaolen ve alüminyum oksit ile birlikte CaO kullanılması, gehlenit ve anortit fazlarının bir arada oluşmasına neden olmuş ve 1300°C'lik sinterleme sıcaklığında bile tek fazlı anortit yapısı elde edilememiştir. Zeolit, volastonit, alümina ve az miktarda kuvars kullanılarak hazırlanmış numunelerin 1300°C'de 1 saat sinterleme sonrası tek fazlı anortit yapısı elde edilmiştir. Fakat aynı kompozisyona ağırlıkça %3 bor oksit ilavesi anortit fazının oluşumunu hızlandırmıştır. Bunun yanı sıra volastonit, kaolen ve alüminyum oksit kullanılan numunede yine aynı şekilde 1300°C'de tek fazlı anortit yapısı elde edilmiştir. Farklı endüstriyel hammaddelerin kullanımı 1300°C'de sinterlenen anortit seramiklerin yoğunluklarını önemli derecede etkilemiştir. Muhtemelen düşük reaktifliğinden dolayı, en düşük yoğunluk değeri CaO kullanıldığında elde edilmiş olmasına rağmen, volastonit, kaolen ve alüminyum oksitten oluşan kompozisyon en yüksek yoğunluğu vermiştir. Borlu ve borsuz numuneler karşılaştırıldığında bor katkısının 1300°C'de yoğunluğu 92,37%'den 96,18%'e yükselttiği saptanmıştır. SEM sonuçları, XRD ve yoğunluk ölçümlerini doğrulamaktadır. EDS analizleri mikroyapıda XRD analizinde saptanan fazların dışında bir faz olmadığını göstermiştir [30].

Gogtas ve diğerleri (2014), Bu çalışmada, çeşitli çimento içeriklerine dayalı olarak Al₂O₃ kendinden akışlı dökülebilir malzemeler (SFC'ler) üretilmiştir. SFC'ler 1273 K, 1573 K ve 1773 K'de sinterlenmiş ve sergilenen özellikler deneysel olarak belirlenmiştir. Bu çalışmada belirlenen özellikler arasında kütle yoğunluğu (BD), görünür gözeneklilik (AP), su emme (WA), soğuk basma mukavemeti (CCS), kopma modülü (MOR) ve kırılma tokluğu (KIC) yer almaktadır. %5 oranında çimento ilavesinin 1773 K'de pişirim sonrasında maksimum MOR ve KIC değerlerine sahip SFC'lere yol açtığı bulunmuştur. 1573 K'de pişirim ise hem MOR hem de KIC'de azalmaya yol açmaktadır. %3 çimento içeren SFC'de, 1573 K'de pişirildikten sonra maksimum 3,53 MPa m^{1/2} KIC değerlerine ulaşılmıştır. Düşük çimentolu SFC'lerde (ağırlıkça %1) 1773 K'de pişirildikten sonra sergilenen KIC değerleri, her iki yöntemle de elde edilen değerlerin altında iken SFC-3 veya SFC-5, ancak önemli ölçüde yüksek çıkmıştır (3,43 MPa m^{1/2}) Tam kendi kendine akış özelliklerine ulaşmak için %5,5 oranında su ilavesinin yeterli olduğu bulunmuştur. Hidratlanabilir alüminanın hacim oranı arttıkça öz akış değerlerinin azaldığı bulunmuştur. 383 K'de kurutma, tüm SFC'lerde tamamen korindon matris yapısı üretti. Sırasıyla 1273 K ve 1573 K'de SFC-5 ve SFC-3'te anortit oluşumu gözlemlendi. Buna karşılık, 1573 K'de SFC-1'de kristobalitin mevcut olduğu bulunmuştur. 1773 K'de, %1 ve %3 çimento içeriğine sahip SFC'ler, X-ışını kırınımıyla kanıtlandığı üzere nispeten büyük miktarlarda mullit geliştirmiştir. Soğuk ezilme mukavemeti değerlerinin SFC-3 ve SFC-1 dökülebilirlerinde 1573 K'de, SFC-5

dökülebilirlerinde ise 1273 K'de maksimuma ulaştığı görülmüştür. Ayrıca SFC-3 ve SFC-1 dökülebilir dökümlerde seramik bağlamanın gelişmesiyle birlikte KIC ve MOR değerlerinin pişirme sıcaklığıyla birlikte tutarlı bir şekilde arttığı tespit edilmiştir. Buna karşılık 1573 K'de SFC-5'te KIC ve MOR değerlerinde muhtemelen anortit oluşumuna bağlı olarak hafif bir düşüş gözlenmiştir. Ancak SFC-5'te sergilenen KIC, 1773 K'de ateşlemeden sonra büyük ölçüde geliştirilmiştir. En yüksek BD değerleri, en düşük AP değerlerine karşılık gelmiş ve tüm dökülebilir malzemelerde 1773 K'de ateşlemeden sonra elde edilmiştir [31].

Zawrah ve diğerleri (2001), Mullit bağ fazının refrakter dökülebilir malzemelerin fiziko-mekanik ve refrakter özellikleri üzerindeki etkisini incelemek amacıyla dört adet dökülebilir numune hazırlanmıştır; Dökülebilir 1, ağırlıkça %15 kalsiyum alüminat çimentosu (%80 alümina) ve ağırlıkça %85 iyi derecelendirilmiş tabular alümina hazırlanmıştır. Diğer üç numune (2, 3, 4) %10, %5 ve %2 çimento ve %5, %10 ve %13 alümina/silika karışımı (mullitin moleküler oranı olan 2.33:1 oranında) hazırlanmıştır. Bileşimleri, farklı pişirme sıcaklıklarında pişirildikten sonra X-ışını kırınımı analizi kullanılarak araştırılmıştır. Bu tür dökülebilir malzemelerin fiziko-mekanik ve refrakter özellikleri standart spesifikasyonlara göre belirlenmiştir. Ağırlıkça %13 alümina/silis karışımı ve ağırlıkça %85 iyi derecelendirilmiş tabular alümina agregası ile yalnızca ağırlıkça %2 çimento içeren dökülebilir 4, mullitin varlığına bağlı olarak 1500°C'de pişirildikten sonra olağanüstü fiziko-mekanik ve refrakter özellikler çok az CaO içeren bağ fazı oluşmuştur. Bu onların çelik, alüminyum, bakır, cam, çimento, kimya ve seramik üretimi gibi çeşitli refrakter uygulamalarında kullanılmasına olanak sağlamıştır [32].

Zanelli ve diğerleri (2019), Atık geri dönüşümü, madencilik faaliyetlerinin çevresel sürdürülebilirliğinde önemli bir konu haline gelmiştir. Borat cevherlerinin zenginleştirilmesi, seramik üretiminde kullanılan bor içeren bir çamur üretir ve bu da proses enerji talebini azaltabilmektedir. Arjantin'in Salta eyaletindeki Tincalayu madeninde bulunan evaporitin işlenmiş cevherinden gelen çamur üzerinde bir örnek çalışma yürütülmüştür. Bu çamurun vitrifiye karolarda kullanımı, işleme ve ürün performanslarındaki önemli noktalar ele alınarak değerlendirilmiştir. Çamur, taş yığınlarına (ağırlıkça %10'a kadar) eklenmiş ve laboratuvar ölçeğinde test edilmiştir. Feldispat, kuvars, illit ve kloritin yanı sıra bu çamuru güçlü bir akışa dönüştüren üleksit (%6,4 B₂O₃) içermektedir. Atıkların öğütme sırasında küçük bir etkisi olmuş ancak daha iyi bir sıkıştırma sağlamıştır. Pişirme sırasındaki reaktivite artırılmış: eklenen çamur miktarına göre

maksimum sıcaklık 1200°C'den 1140°C'ye düşürülebilmektedir. Taş fayanslar uygun bir teknik performansa sahiptir, ancak çamur yığın yoğunluğunu azaltma ve kapalı gözenekliliği artırma eğiliminde olduğu gözlenmiştir. Faz bileşimi üzerindeki etki görünüşte sınırlı olmasına rağmen, çamur, sinterleme davranışını yöneten eriyik bileşimini (bor ve alkali toprak oksitler açısından zenginleştirilmiş) önemli ölçüde değiştirebilmektedir. Vitrifiye karolarında geri dönüştürülebilen bor çamurunun gerçek miktarı ağırlıkça %5'e kadar bulunmuştur [33].

Heinrich ve Aneziris (2007), Cam-seramik porselen karo sırlarındaki atıklar son yıllarda porselen karoya olan ilginin artması, uygun özelliklere sahip sert sırların geliştirilmesini zorunlu hale getirmiştir. ZrO_2 -CaO-MgO-SiO₂ (ZrCMS) ve CaO-MgO-Al₂O₃-SiO₂ (CMAS) sistemlerine ait cam-seramik malzemeler oldukça sert olup aşınma ve çizilmelere karşı yüksek direnç göstermektedir. Bu çalışmalarla esas olarak Eti Maden Kırka Bor Şirketi'nin konsantratör ve türevi atıklarının ZrCMS ve CMAS cam-seramik sistemlerinde değerlendirilerek aşınma direnci yüksek fritler üretilmesi ve daha sonra bu fritler kullanılarak hazırlanan sırlarla porselen karo bünyelerinin kaplanması amaçlanmıştır. CaO-MgO-Al₂O₃-SiO₂ (CMAS) sistemi, ana fazı anortit olan cam seramik tarafıyla yüksek sertlik ve aşınma direnci açısından önem taşımaktadır. Benzer şekilde ZrO_2 -CaO-MgO-SiO₂ (ZrCMS) cam-seramik sistemi de diyopsit ve zirkon (ZrSiO₄) kristalleri sayesinde yüksek mekanik özelliklere sahiptir [34].

Mergena ve Aslanog (2003), Anortit seramikleri, bor oksit ilavesiyle ve çok ince parçacıklara ihtiyaç duyulmadan groleg kaolinit, kalsit ve kuvars kullanılarak üretilmiştir. Teorik yoğunluğun %87'si olan tek fazlı anortit seramik, 950°C'lik bir sinterleme sıcaklığında elde edilmiştir. Dahası, 1100°C'lik bir sinterleme sıcaklığında bile bor içermeyen numunelerden tek bir anortit fazı elde edilememiştir. SEM incelemesi, bor içermeyen numunelerin bazı büyük tanelerle birlikte çok küçük kristaller içermesine rağmen, bor içeren numunelerin genellikle ince taneli bir kristal matrisine sahip olduğunu ortaya koymuştur [35].

Pal ve Das (2012, 2013), anortit fazını yalnızca kuvars, feldispat gibi mineral hammaddelerden ve yüksek saflıkta kimyasallardan hazırlamayı amaç edinmişlerdir. Kütle yoğunluğu, gözeneklilik, faz, mikro yapılar ve eğilme mukavemeti gibi özellikleri detaylı olarak araştırmışlardır. Ancak sinterleme sıcaklığında (1000–1100°C) yalnızca anortit rapor

edilmiştir. Ayrıca bor içeren numunelerin beklendiği gibi daha yüksek yoğunluk gösterdiği de rapor edilmiştir [36,37].

Tai ve diğerleri (2002), alüminli çimentonun hidratasyon reaksiyonu nedeniyle yüksek yeşil dayanıma sahip olan feldispat, kuvars ve alüminli çimento gibi plastik olmayan hammaddeler kullanarak anortit porselen üretmişlerdir. Pişirme sırasında anortit oluşumu nedeniyle feldispatlı ve düşük yoğunluklu ateşlenen gövdede α -kuvars, anortit, cam ve az miktarda α -Al₂O₃ oluşmuştur. Kristoballit yalnızca daha yüksek kuvars içeriğiyle oluşmuştur ayrıca inorganik katı atıklardan ve diğer seramik malzemelerden anortit porselen hazırlamışlardır [38].

3. MATEMATİKSEL MODELLEME

3.1. Cevap Yüzey Yöntemi

Myers ve diğerleri (2016), Cevap Yüzey Yöntemi (RSM), süreçleri geliştirmek, iyileştirmek ve optimize etmek için yararlı olan istatistiksel ve matematiksel tekniklerin bir koleksiyonudur. Ayrıca yeni ürünlerin tasarlanması, geliştirilmesi ve formüle edilmesinde olduğu kadar mevcut ürün tasarımlarının iyileştirilmesinde de önemli uygulamalara sahiptir.

RSM'nin en kapsamlı uygulamaları endüstriyel dünyada, özellikle de çeşitli girdi değişkenlerinin ürün veya sürecin performans ölçümlerini veya kalite özelliklerini potansiyel olarak etkilediği durumlarda görülür. Bu performans ölçümleri veya kalite özelliklerine cevap adı verilir. Nitelik tepkileri, sıralamalar ve duyuşsal tepkiler alışılmadık olmasa da bunlar tipik olarak sürekli bir ölçekte ölçülür. RSM'nin gerçek dünyadaki çoğu uygulaması birden fazla cevabı içerecektir. Girdi değişkenlerine bazen bağımsız değişkenler adı verilir ve bunlar en azından bir test veya deney amacıyla mühendisin veya bilim insanının kontrolüne tabidir.

3.1.1. Cevap fonksiyonlarına yaklaşım

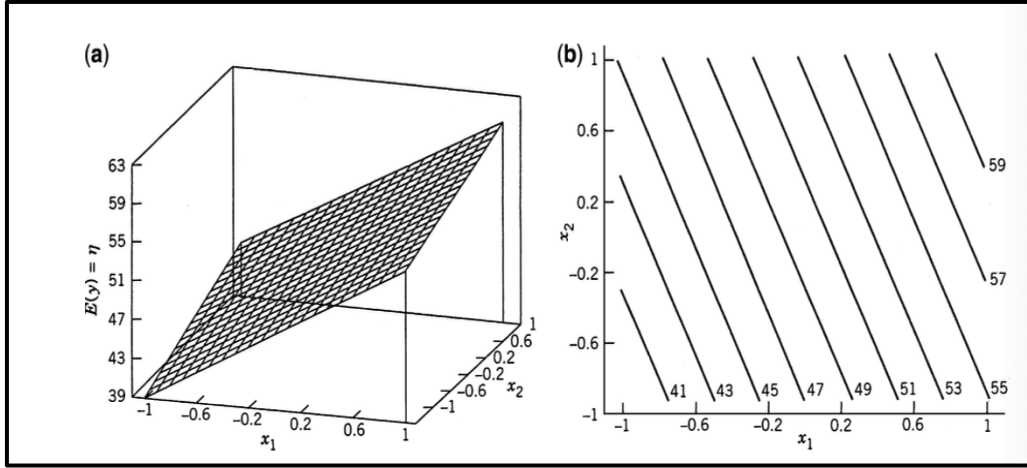
Genel olarak, (deneyci olarak adlandıracağımız) bilim adamının veya mühendisin, kontrol edilebilir girdi değişkenleri ξ_1, ξ_2, \dots 'ye bağılı olan bir y yanıtını içeren bir ürün, süreç veya sistemle ilgilendiğini varsayalım. ξ_k bu girdi değişkenlerine bazen faktörler, bağımsız değişkenler veya süreç değişkenleri de denir. Eş. 3.1 ile gerçek ilişki yazılabilir.

$$y = f(\xi_1, \xi_2, \dots, \xi_k) + \varepsilon \quad (3.1)$$

Burada gerçek cevap fonksiyonu f 'nin biçimi bilinmemektedir ve belki de çok karmaşıktır ve ε , f 'de hesaba katılmayan diğer değişkenlik kaynaklarını temsil eden bir terimdir. Bu nedenle ε , cevap üzerindeki ölçüm hatası, süreç veya sistemin doğasında olan diğer varyasyondan kaynaklanan (arka plan gürültüsü veya istatistiksel süreç kontrolü dilinde ortak/özel neden varyasyonu, diğerinin etkisi (muhtemelen bilinmeyen) gibi etkileri içerir.) Değişkenler vb. ε 'yi istatistiksel bir hata olarak ele alınacaktır ve genellikle sıfır ortalaması

ve varyansı σ^2 olan normal bir dağılıma sahip olduğunu varsayılacaktır. ε 'nin ortalaması sıfır ise, o zaman

$$\begin{aligned} E(y) &\equiv \eta = E[f(\xi_1, \xi_1, \dots, \xi_k)] + E(\varepsilon) \\ &= f(\xi_1, \xi_1, \dots, \xi_k) = f \end{aligned} \quad (3.2)$$



Şekil 3.1. (a) Birinci dereceden model için tepki yüzeyi $\eta = 50 + 8x_1 + 3x_2$, (b) Birinci dereceden model için kontur grafiği

Eş. 3.2'deki $\xi_1, \xi_2, \dots, \xi_k$ değişkenleri genellikle doğal değişkenler olarak adlandırılır çünkü bunlar Celsius derecesi ($^{\circ}\text{C}$) gibi doğal ölçüm birimleriyle ifade edilirler. Çoğu RSM çalışmasında, doğal değişkenleri, genellikle ortalama sıfır ve aynı yayılma veya standart sapma ile boyutsuz olarak tanımlanan kodlanmış x_1, x_2, \dots, x_k değişkenlerine dönüştürmek uygundur. Kodlanmış değişkenler açısından, gerçek cevap fonksiyonu Eş. 3.2 artık şu şekilde yazılmıştır.

$$\eta = f(x_1, x_2, \dots, x_k) \quad (3.3)$$

Gerçek cevap fonksiyonu f 'nin biçimi bilinmediğinden, onu yaklaşık olarak hesaplamamız gerekir. Aslında RSM'nin başarılı kullanımı, deneycinin f için uygun bir yaklaşım geliştirme becerisine kritik derecede bağlıdır. Genellikle bağımsız değişken uzayının nispeten küçük bir bölgesinde düşük dereceli bir polinom uygundur.

Çoğu durumda birinci dereceden veya ikinci dereceden model kullanılır. İki bağımsız değişken olması durumunda, kodlanan değişkenler açısından birinci dereceden model şu şekildedir:

$$\eta = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 \quad (3.4)$$

Şekil 3.1, birinci dereceden modelin özel bir durumu için üç boyutlu cevap yüzeyini ve iki boyutlu kontur grafiğini göstermektedir; Üç boyutta, y'nin cevap yüzeyi bir düzlemdir x_1, x_2 alanının üzerinde yatıyor. Kontur grafiği, birinci dereceden modelin x_1, x_2 düzleminde sabit yanıtı paralel düz çizgiler olarak temsil edilebileceğini göstermektedir. Birinci dereceden model, deneycinin, f'de çok az eğriliğin olduğu bir konumda, bağımsız değişken uzayının nispeten küçük bir bölgesi üzerindeki gerçek tepki yüzeyini yaklaşık olarak hesaplamakla ilgilendiği durumlarda muhtemelen uygun olacaktır.

Eş. 3.4'teki birinci dereceden modelin formuna bazen ana etkiler modeli denir çünkü yalnızca x_1 ve x_2 değişkenlerinin ana etkilerini içerir. Bu değişkenler arasında bir etkileşim varsa modele aşağıdaki şekilde (Eş.3.5) kolayca eklenebilir:

$$\eta = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{12} x_1 x_2 \quad (3.5)$$

Çoğunlukla gerçek cevap yüzeyindeki eğrilik, birinci dereceden modelin (etkileşim terimi dahil edilse bile) yetersiz kalmasına yetecek kadar güçlüdür. Bu durumlarda muhtemelen ikinci dereceden bir model gerekli olacaktır. İki değişkenli durum için ikinci dereceden model (Eş.3.6)

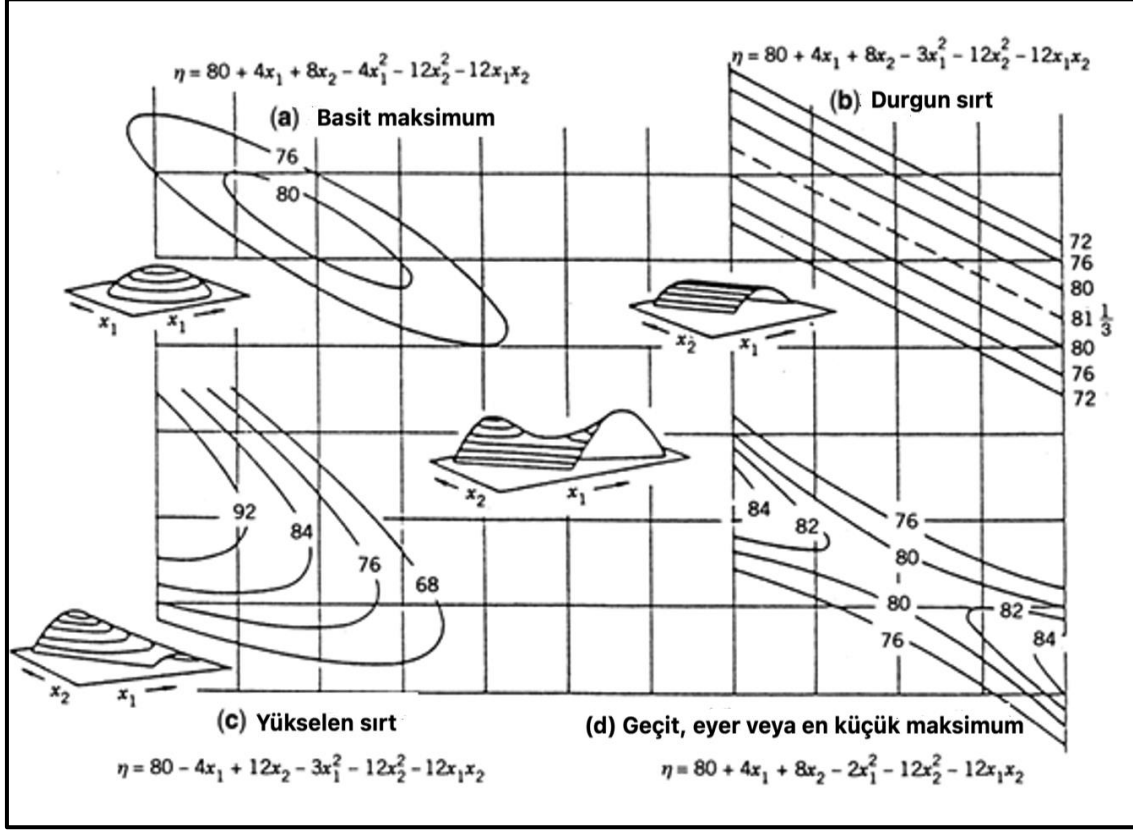
$$\eta = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{12} x_1 x_2 \quad (3.6)$$

Bu model, gerçek cevap fonksiyonu f'de önemli bir eğriliğin olduğu küçük bir bölgedeki gerçek cevap yüzeyine bir yaklaşım olarak muhtemelen faydalı olacaktır.

İkinci dereceden model, çeşitli nedenlerden dolayı cevap yüzeyi metodolojisinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bunlar arasında şunlar yer almaktadır:

1. İkinci dereceden model çok esneklerdir. Çok çeşitli işlevsel biçimler alabilir, bu nedenle çoğu zaman gerçek cevap yüzeyine bir yaklaşım olarak iyi çalışır. Şekil 3.2, ikinci dereceden bir model tarafından oluşturulabilecek birkaç farklı cevap yüzeyini ve kontur grafiğini göstermektedir.
2. Bu koşul-sıra modelindeki parametreleri (β 'ları) tahmin etmek kolaydır.

3. İkinci dereceden modellerin gerçek tepki yüzey problemlerini çözmeye iyi çalıştığını gösteren önemli pratik deneyimler vardır.



Şekil 3.2. İkinci derece model tarafından iki değişken x_1 ve x_2 ile tanımlanan yüzey tiplerine bazı örnekler.

Genel olarak birinci dereceden model Eş.3.7 ile gösterilmiştir.

$$\eta = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k \quad (3.7)$$

ve ikinci dereceden model Eş 3.8 ile gösterilmiştir.

$$\eta = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_j + \sum_{j=1}^k \beta_{jj} x_j^2 + \sum \sum_{i<j=2}^k \beta_{ij} x_i x_j \quad (3.8)$$

Son olarak RSM ile doğrusal regresyon analizi arasında yakın bir bağlantı vardır. Örneğin, şu modeli ele alalım.

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon$$

β 'lar bilinmeyen parametreler kümesidir. Bu parametrelerin değerlerini tahmin etmek için üzerinde çalıştığımız sistem hakkında veri toplamamız gerekir. Regresyon analizi, β 'leri tahmin etmek için bu verileri kullanan istatistiksel model oluşturmanın bir dalıdır. Genel olarak polinom modelleri bilinmeyen β 'lerin doğrusal fonksiyonları olduğundan, tekniğe doğrusal regresyon analizi denilmektedir.

3.2. Deneysel Modellerin Oluşturulması

3.2.1. Doğrusal regresyon modelleri

Cevap yüzey yöntemi (RSM) pratik uygulaması, gerçek cevap yüzeyi için yaklaşık bir model geliştirmeyi gerektirir. Temelde yatan gerçek cevap yüzeyi tipik olarak bilinmeyen bazı fiziksel mekanizmalar tarafından yönlendirilir. Yaklaşık model, süreçten veya sistemden gözlemlenen verilere dayanır ve ampirik bir modeldir. Çoklu regresyon, RSM'de gerekli ampirik model türlerini oluşturmak için yararlı olan istatistiksel tekniklerin bir koleksiyonudur.

Örnek olarak, bir kesici takımın etkin ömrünü kesme hızı ve takım açısıyla ilişkilendiren ampirik bir model geliştirmek istediğimizi varsayalım. Bu ilişkiyi açıklayabilecek birinci dereceden cevap yüzeyi modeli şu şekildedir:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \varepsilon \quad (3.9)$$

burada y takım ömrünü, x_1 kesme hızını ve x_2 takım açısını temsil eder. Bu, iki bağımsız değişkene sahip çoklu doğrusal regresyon modelidir. Bağımsız değişkenlere genellikle tahmi değişkenler veya regresörler adını veririz. “Doğrusal” terimi kullanılmıştır çünkü Eş. 3.9 bilinmeyen parametreler β_0 , β_1 ve β_2 'nin doğrusal bir fonksiyonudur. Model iki boyutlu x_1 , x_2 uzayındaki bir düzlemi tanımlamaktadır. β_0 parametresi düzlemin kesişimini sabitler. Bazen β_1 ve β_2 kısmi regresyon katsayıları olarak adlandırırız çünkü β_1 , x_2 sabit tutulduğunda x_1 'deki birim değişim başına y 'deki beklenen değişimi ölçer ve β_2 , x_1 sabit tutulduğunda x_2 'deki birim değişim başına y 'deki beklenen değişimi ölçer.

Genel olarak yanıt değişkeni y , k regresör değişkeniyle ilişkili olabilir. Model

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon \quad (3.10)$$

k regresör değişkenli çoklu doğrusal regresyon modeli olarak adlandırılır. $\beta_j, j = 0, 1, \dots, k$ parametrelerine regresyon katsayıları denir. Bu model, $\{x_j\}$ regresör değişkenlerinin k boyutlu uzayındaki bir hiperdüzlemi tanımlar. β_j parametresi, geri kalan tüm bağımsız değişkenler x_i ($i \neq j$) sabit tutulduğunda, x_j 'deki birim değişiklik başına y yanıtında beklenen değişikliği temsil eder. Görünüş olarak Eş 3.10'dan daha karmaşık olan modeller sıklıkla yine de çoklu doğrusal regresyon teknikleri ile analiz edilebilir. Örneğin, birinci dereceden modele iki değişkende bir etkileşim terimi eklemeyi düşünün;

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_{12} x_1 x_2 + \varepsilon \quad (3.11)$$

$x_3 = x_1 x_2$ ve $\beta_3 = \beta_{12}$ kabul edersek Eş. 3.11 şu şekilde yazılabilir:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \varepsilon \quad (3.12)$$

bu, üç regresörlü standart bir çoklu doğrusal regresyon modelidir. Başka bir örnek olarak, iki değişkenli ikinci dereceden yanıt yüzeyi modelini düşünüldüğünde:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \varepsilon \quad (3.13)$$

Eğer $x_3 = x_1^2$, $x_4 = x_2^2$, $x_5 = x_1 x_2$, $\beta_3 = \beta_{11}$, $\beta_4 = \beta_{22}$, ve $\beta_5 = \beta_{12}$ olarak kabul edersek, o zaman Eş.3.14 oluşmaktadır.

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_4 x_4 + \beta_5 x_5 + \varepsilon \quad (3.14)$$

bu doğrusal bir regresyon modelidir. Genel olarak parametrelerde (β değerleri) doğrusal olan herhangi bir regresyon modeli, ürettiği yanıt yüzeyinin şekline bakılmaksızın doğrusal bir regresyon modelidir.

3.2.2. Çoklu regresyonda hipotez testleri

Çoklu doğrusal regresyon problemlerinde, model parametrelerine ilişkin belirli hipotez testleri, modelin kullanılabilirliğinin ölçülmesinde yardımcı olur. Bu bölümde birkaç önemli hipotez testi prosedürünü açıklıyoruz. Bu prosedürler modeldeki ε_i hatalarının ortalama sıfır

ve varyans σ^2 , kısaltılmış $\varepsilon \sim \text{NID}(0, \sigma^2)$ ile normal ve bağımsız olarak dağıtılmasını gerektirir. Bu varsayımın bir sonucu olarak, y_i gözlemleri ortalama $\beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_{ij}$ ve σ^2 ile normal ve bağımsız olarak dağıtılır.

Regresyonun anlamlılığı testi

Regresyonun anlamlılığı testi, cevap değişkeni y ile regresör değişkenleri x_1, x_2, \dots, x_k 'nin bir alt kümesi arasında doğrusal bir ilişki olup olmadığını belirleyen bir testtir. Uygun hipotezler şunlardır:

$$\begin{aligned} H_0: \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_K = 0 \\ H_1: \beta_j \neq 0 \text{ en az bir } j \text{ için} \end{aligned} \quad (3.15)$$

Eş. 3.15'de H_0 'ın reddilmesi x_1, x_2, \dots, x_k regresyon değişkenlerinden en az birinin modele önemli ölçüde katkıda bulunduğunu gösterir. Test prosedürü, $SS_T = \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2$ karelerinin toplamını, model (veya regresyon) nedeniyle kareler toplamına ve artık (veya hata) nedeniyle kareler toplamına bölmeyi içerir.

$$SS_T = SS_R + SS_E \quad (3.16)$$

$H_0: \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_K = 0$ sıfır hipotezi doğruysa, o zaman SS_R/σ^2 χ_k^2 olarak dağıtılır, burada χ^2 'nin serbestlik derecesi sayısı modeldeki regresör k değişkenlerinin sayısına eşittir. Ayrıca SS_E/σ^2 nin χ_{n-k-1}^2 şeklinde dağıldığını ve SS_E ile SS_R 'nin bağımsız olduğunu gösterebiliriz. $H_0: \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_K = 0$ için test prosedürü hesaplanır.

$$F_0 = \frac{SS_R/k}{SS_E/(n-k-1)} = \frac{MS_R}{MS_E} \quad (3.17)$$

Eğer $F_0 > F_{\alpha, k, n-k-1}$ 'i aşarsa H_0 'ı reddeder. Alternatif olarak, hipotez testi için P değeri yaklaşımı kullanılabilir ve dolayısıyla F_0 istatistiğinin P değeri α 'den küçükse H_0 reddedilebilir. Test genellikle Çizelge 3.1 gibi bir tabloda özetlenir. Bu test prosedürüne varyans analizi (ANOVA) adı verilir çünkü cevap değişkeni y 'deki toplam değişkenliğin ayrıştırılmasına dayanır. SS_R için hesaplamalı bir formül kolayca bulunabilir. Eş 3.18'de hesaplamalı bir formül veya SS_E elde edilmiştir.

$$SS_E = y'y - bX'y \quad (3.18)$$

Çizelge 3.1. Çoklu regresyonda regresyonun önemi için varyans analizi

Değişken Kaynağı	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Ortalama Kare	F_0
Regresyon	SS_R	k	MS_R	MS_R/MS_E
Hata veya artık	SS_E	$n - k - 1$	MS_E	
Toplam	SS_T	$n - 1$		

$SS_T = \sum_{i=1}^n y_i^2 - \frac{(\sum_{i=1}^n y_i)^2}{n} = y'y - \frac{(\sum_{i=1}^n y_i)^2}{n}$, yukarıdaki eşitliği şu şekilde yeniden yazılabilir:

$$SS_E = y'y - \frac{(\sum_{i=1}^n y_i)^2}{n} - \left[b'X'y - \frac{(\sum_{i=1}^n y_i)^2}{n} \right]$$

veya

$$SS_E = SS_T - SS_R$$

Bu nedenle regresyon kareler toplamı Eş. 3.19'da verilmiştir.

$$SS_R = b'X'y - \frac{(\sum_{i=1}^n y_i)^2}{n} \quad (3.19)$$

karelerin hata toplamı Eş. 3.20'de verilmiştir.

$$SS_E = y'y - bX'y \quad (3.20)$$

Ve karelerin toplamı Eş. 3.21'de verilmiştir.

$$SS_T = y'y - \frac{(\sum_{i=1}^n y_i)^2}{n} \quad (3.21)$$

Çoklu belirleme katsayısı R^2 şu şekilde tanımlanır. Eş. 3.22'de verilmiştir.

$$R^2 = \frac{SS_R}{SS_T} = 1 - \frac{SS_E}{SS_T} \quad (3.22)$$

R^2 değişkenlikteki azalma miktarının bir ölçüsüdür. Modelde x_1, x_2, \dots, x_k regresör değişkenleri kullanılarak elde edilir. Varyans özdeşliği denkleminin (Eş. 3.16) analizini incelediğimizde $0 \leq R^2 \leq 1$ olduğunu görüyoruz. Bununla birlikte, R^2 'nin büyük bir değeri mutlaka regresyon modelinin iyi olduğu anlamına gelmez. Modele bir değişken eklemek, ek değişkenin istatistiksel olarak anlamlı olup olmadığına bakılmaksızın her zaman R^2 'yi artıracaktır. Bu nedenle, büyük R^2 değerlerine sahip modellerin, yeni gözlemlere ilişkin zayıf tahminler veya ortalama tepki tahminleri vermesi mümkündür. Modele terimler ekledikçe R^2 her zaman arttığından, bazı regresyon modeli oluşturucuları şu şekilde tanımlanan düzeltilmiş bir R^2 istatistiğini kullanmayı tercih eder:

$$R_{adj}^2 = 1 - \frac{\frac{SS_E}{n-p}}{\frac{SS_T}{n-1}} = 1 - \frac{n-1}{n-p} (1 - R^2) \quad (3.23)$$

Genel olarak düzeltilmiş R^2 istatistiği, değişkenler modele eklendikçe her zaman artmayacaktır. Aslında gereksiz terimler eklenirse Eş. 3.23'de verilen R_{adj}^2 'nin değeri çoğu zaman düşecektir.

3.3. İki Düzeyli Fraksiyonel Faktör Tasarımları

2^k faktöriyel tasarımdaki faktörlerin sayısı arttıkça, tasarımın tam bir kopyası için gereken çalışma sayısı, çoğu deneycinin kaynaklarını hızla aşar. Örneğin, 2^6 tasarımın tam bir kopyası 64 çalışma gerektirir. Bu tasarımda, ana etkileri tahmin etmek için 63 serbestlik derecesinden yalnızca 6'sı, iki faktörlü etkileşimleri tahmin etmek için ise yalnızca 15 serbestlik derecesi kullanılmıştır. Geriye kalan 42 serbestlik derecesi üç faktörlü ve daha yüksek etkileşimlerle ilişkilidir.

Eğer deneyci makul bir şekilde belirli yüksek dereceli etkileşimlerin ihmal edilebilir olduğunu varsayabilirse, o zaman ana etkiler ve düşük dereceli etkileşimler hakkındaki bilgiler, tüm faktöriyel deneyin yalnızca bir kısmını çalıştırarak elde edilebilir. Bu kesirli faktöriyel tasarımlar endüstride en yaygın kullanılan tasarım türleri arasındadır.

Kesirli faktöriyelerin önemli bir kullanımı tarama deneyleridir. Bunlar, büyük etkilere sahip olan faktörleri (varsa) belirlemek amacıyla birçok faktörün dikkate alındığı deneylerdir. Başlangıçta dikkate alınan faktörlerin birçoğunun yanıt üzerinde çok az etkisi olduğu veya hiç etkisi olmadığı durumlarda, tarama deneylerinin genellikle bir yanıt yüzeyi çalışmasının başlarında yapıldığını unutmayın. Önemli olarak tanımlanan faktörler daha sonra sonraki deneylerde daha ayrıntılı olarak araştırılır.

Kesirli faktöriyel tasarımların başarılı kullanımı üç temel fikre dayanmaktadır:

1. Etkilerin Azlığı İlkesi. Çok sayıda değişken olduğunda, sistem veya süreç muhtemelen bazı temel etkiler ve düşük dereceli etkileşimler tarafından yönlendirilecektir.
2. Projeksiyon Özelliği. Kesirli faktöriyel tasarımlar, önemli faktörlerin alt kümesinde daha güçlü (daha büyük) tasarımlara yansıtılabilir.
3. Sıralı Deneyler. Faktör etkilerini ve ilgilenilen etkileşimleri tahmin etmek amacıyla sırayla daha büyük bir tasarım oluşturmak için iki (veya daha fazla) kesirli faktöriyelin çalışmasını birleştirmek mümkündür [39].

4. MATERYAL VE YÖNTEM

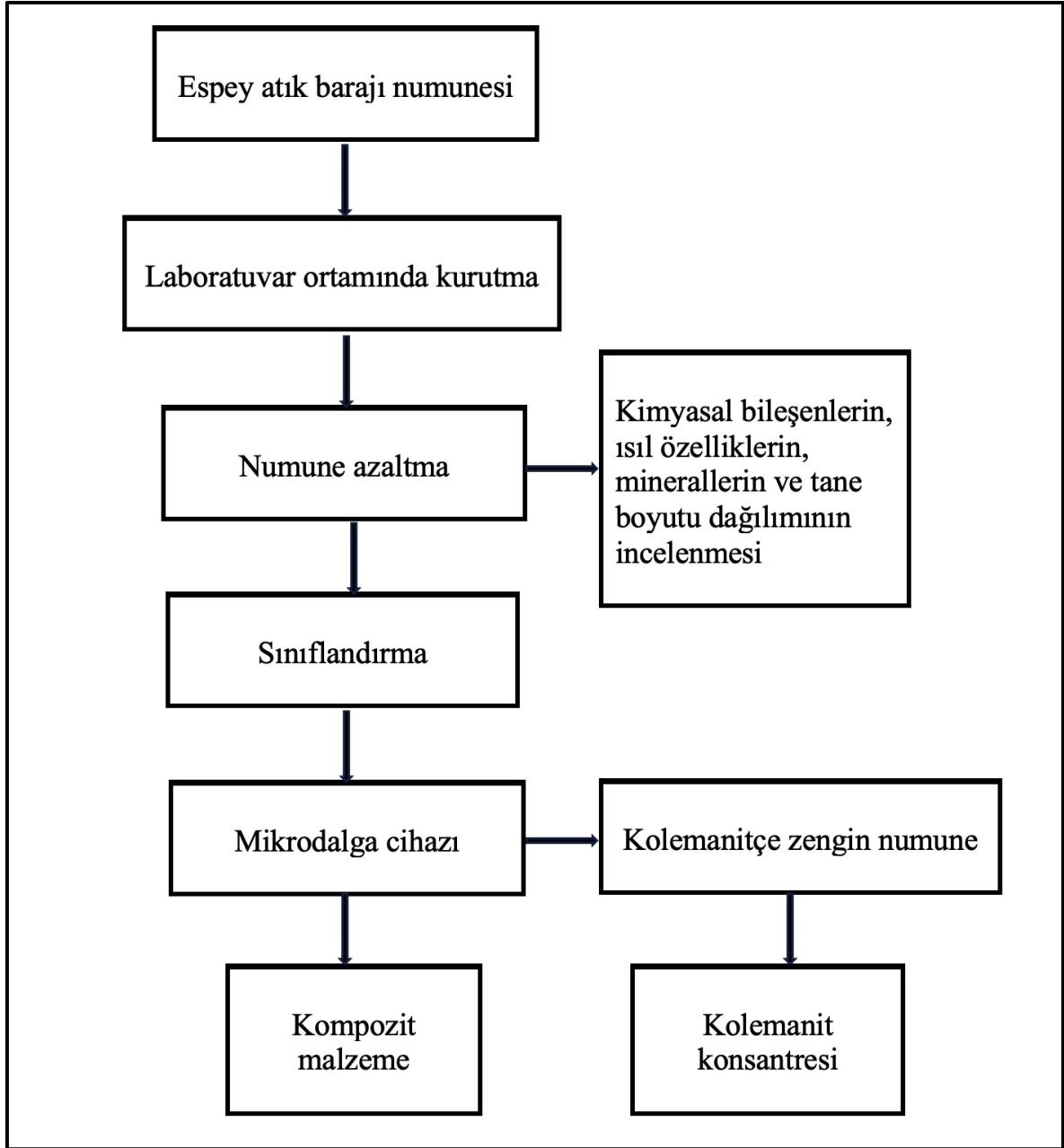
4.1. Espey Atık Barajından Numune Alınması

Deneysel çalışmalarda kullanılan ince (-3 mm) atık numunesi, Espey atık barajından numune alma teknikleri uygulanarak alınmıştır (Resim 4.1). Atık barajının değişik konumlarından alınan 100 kg atık numunesi Teknik Ateş Mukavim Malzeme San. ve Tic. Ltd. Şti. (Çorum) Kimyasal Analiz Laboratuvarında 7 gün dinlendirildikten sonra 106 °C sıcaklıktaki etüvde yaklaşık 2 saat bekletilmiştir. Atık numunesi, standardlarına uygun ayrılmış, 1'er kg'lık torbalara konulmuş ve yapılması planlanan testler için hazır hale getirilmiştir.



Resim 4.1. Emet bor işletmesine ait atık barajı

Yapılan deneysel çalışmaların akış diyagramı Şekil 4.1'de sunulmuştur.



Şekil 4.1. Sistemin akış diyagramı

4.2. Espey Atık Barajı Numunesinin Yapısının Tespit Edilmesi

Karakterizasyon testleri kapsamında Emet Bor İşletme Müdürlüğü, Espey ince (-3 mm) atıklarının kimyasal, ısı özellikleri, mineralojik ve tane boyutu incelemeleri yapılmıştır.

4.2.1. Kimyasal bileşenlerin incelenmesi

Ankara Üniversitesi Yer Bilimleri Uygulama ve Araştırma Merkezinde XRF Analizi ile Espey atık barajı numunesinin Specto X-Lab 2000 marka cihaz ile kimyasal analizi yapılmıştır. Bor trioksit analizlerinde Türk Standardları Enstitüsünün TS 13664:2017 Sanayide kullanılan ham sodyum borat–Bor trioksit (B_2O_3) tayini–Titrimetrik yöntemi kullanılmıştır [40]. B_2O_3 tayinleri Seyitömer, Tunçbilek Termik Santralleri ve Tenmak Boren Laboratuvarlarında yapılmıştır.

4.2.2. Isıl özelliklerin incelenmesi

Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü laboratuvarında bulunan, Netzsch marka Jupiter 449 F3 model $1650^{\circ}C$ 'ye kadar çıkabilen Rodyum fırına sahip bir TG/DTA cihazı ile aynı marka ve model TG/DSC cihazı kullanılmış olup çekimler Argon atmosferinde $25-1300^{\circ}C$ aralığında yapılmıştır.

4.2.3. Minerallerin incelenmesi

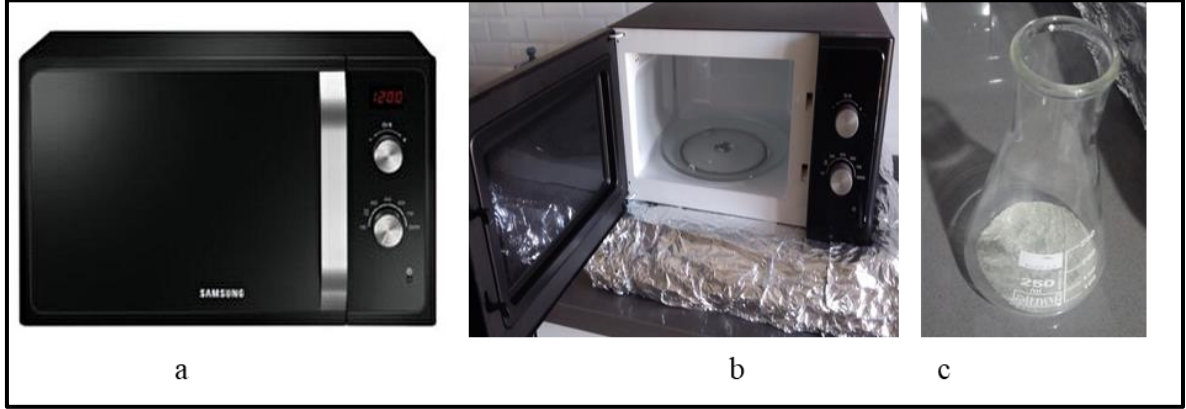
Atık numunesi içerisindeki minerallerin bulunması için XRD (X-Işını Kırınımı) analizi yapılmıştır. Atık örneğinin mineralojik değerleri Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü laboratuvarında bulunan, Panalytical marka Empreyan model XRD cihazı ile $5-70^{\circ}C$ (2θ) aralığında çekilmiş olup X ışın kaynağı olarak Cu tüp ($1,54$ nm) kullanılmıştır. Ankara Üniversitesi Yer Bilimleri Uygulama ve Araştırma Merkezinde Polarizam Mikroskobu ile Espey atık barajı numunesinin ince kesiti üzerinde mineralojik inceleme gerçekleştirilmiştir.

4.2.4. Tane boyutu incelenmesi

Deneyleerde kullanılan %15,22 B_2O_3 içeren (-3 mm) atığın tane boyutu dağılımını belirlemek amacıyla elek analizi yapılmıştır. +2, -2+1, -1+0,5, -0,5+0,425, -0,425+0,300, -0,300+0,212, -0,212+0,125, -0,125+0,075, -0,075+0,045, -0,045 mm'lik elekler kullanılmıştır. Espey atık barajı numunesinin elek analizleri Seyitömer ve Tunçbilek Termik Santralleri Laboratuvarlarında yapılmıştır. Haver Boecker marka 220 50 EML modelinde elek cihazı kullanılmıştır.

4.3. Mikrodalga Cihazı Çalışmaları

Mikrodalga deneylerinde Samsung marka MS23F300EEK/TR model cihaz kullanılmıştır. 2450 MHz sabit frekans özelliğine ve maksimum 800 watt çıkış gücüne sahiptir. Deneysel çalışmalarda kullanılan mikrodalga cihazı Resim 4.2.(a) ve (b)'de gösterilmiştir.



Resim 4.2. (a) Deneysel çalışmalarda kullanılan mikrodalga cihazı (b) İç görünümü (c) yaklaşık 20 gram atık numunesi konulmuş erlen

Deneylerde yaklaşık olarak 20 gr atık numunesi içeren Resim 4.2.(c)'de gösterilen erlen konulmuştur. Erendeki numune mikrodalga cihazın içindeki tabak üzerinde döndüğü halde enerjinin cihazın içine eşit dağılmadığı düşünülerek atık numunesi belirli sürede örneğin, 30 dakika için 15. dakikada karıştırılmıştır.

Mikrodalga cihazı ile 2 farklı tane boyutundaki numuneler 10, 20, 30, 40, 50, 60 dakika boyunca 180, 300, 450, 600, 700, 800 watt mikrodalga gücüne maruz bırakılarak zenginleştirilmeye çalışılmıştır. Mikrodalga cihazı ile gerçekleştirilen deneylerin akış yöntemi Çizelge 4.1'de verilmiştir.

Çizelge 4.1. Mikrodalga cihazı ile gerçekleştirilmiş deneylerin programı

Tane büyüklüğü (mm)	Zaman (dk)	Güç (watt)	Ürünler
+0,045	10, 20, 30, 40, 50, 60	180, 300, 450, 600, 700, 800	Konsantre Atık
-0,045	10, 20, 30, 40, 50, 60	180, 300, 450, 600, 700, 800	Konsantre Atık

4.4. Deneysel Tasarım Planı ile Optimum Koşulların Bulunması

Mikrodalga cihazı ile 2 farklı tane boyutunda olan atık numuneleri zenginleştirilmiştir. Zenginleştirme sürecinin optimal koşulları B₂O₃ oranı +0,045 mm ve -0,045 mm tane boyutlarına ait mikrodalga deneyleri için konsantre ve atık olmak üzere optimum B₂O₃ ve onun verim değerleri gibi izleme değişkenlerine dayalı olarak deney tasarım yöntemi (DTY) kullanılarak araştırılmıştır. Bu çalışmada B₂O₃ zenginleştirmeyi etkileyen değişkenler, atık numunesinin mikrodalga cihazında kalma süresi ve mikrodalga gücü iki değişken olarak atanmıştır. Kalma süresi için 10 ile 60 dakika arasındaki değerler mikrodalga gücü için 180 ile 800 watt arasındaki değerler seçilmiştir. Bu değerlerin deney tasarımında kullanılması için kodlaşmış olarak her değişken için 5 seviye faktörü belirlenmiştir. Böylelikle sembolleri ile her değişkenin seviyeleri (Çizelge 4.2'de) gösterilmiştir.

Çizelge 4.2. Uygulamalı ölçeğin seviyeleri ve bağımsız test değişkenleri

Gerçek değişkenler (x _j)		Kodlaşmış değişkenler X ₁ , X ₂				
Sembol		-1,41421	-1	0	+1	+1,41421
ξ ₁ : Zaman	dk	10	17,32	35	52,68	60
ξ ₂ : Güç	watt	180	270,80	490	709,20	800

Çalışmanın prensibi regresyonun varyansını ANOVA yöntemiyle analiz etmektedir. Bu yöntem 2.dereceden modellerin uyumunu doğrulamaktadır. Güven düzeyine göre (%95, %99 veya %99,99) en pratik terimler belirlendikten sonra regresyon denklemleri elde edilmiştir. Cevap Yüzey Yöntemine göre eşyanıt eğrileri ve yanıt yüzeyleri oluşturmak için sıralı bir süreç olarak kullanılmıştır [41]. Bu sonuçlar doğrusal etkileri incelemek için kullanılmıştır. 2 gruba ayrılan deney matrisi 13 deneyden oluşmaktadır. Design-Expert 12.0 programı ile bulunan 3D yüzey grafiklerle işletim parametrelerinin sistem cevapları üzerindeki çoklu etkileri verilmiştir. Eş. 4.1 ile deney sayısı elde edilmiştir.

k: faktör sayısı (k=2)

$$N_f = 2^k = 4 \quad (4.1)$$

Deneysel tasarım planında, kaç tane deney gerçekleştirileceği Eş. 4.2 ve 4.3'e ile hesaplanmıştır.

$$N = 2^k + 2k + n_0 \quad (k < 5) \quad (4.2)$$

$$N = 2^{k-1} + 2k + n_0 \quad (k > 5) \quad (4.3)$$

n_0 : merkezdeki deney sayısıdır.

2. derece eğrisel model için kodlanmış değerler gerçek değerlerle Eş. 4.4, 4.5 ve 4.6'ya göre hesaplanmıştır.

$$x_i = \frac{\xi_i - \xi_i^0}{\Delta \xi_i} \quad (4.4)$$

$$\Delta \xi_i = \frac{\xi_i^{max} - \xi_i^{min}}{2} \quad (4.5)$$

$$\xi_i^0 = \frac{\xi_i^{max} + \xi_i^{min}}{2} \quad (4.6)$$

Doğrusal model Eş. 4.7 ile gösterilmiştir.

$$y = \beta_0 + \beta_1 \xi_1 + \beta_2 \xi_2 + \dots + \beta_k \xi_k + \varepsilon \quad (4.7)$$

Eş. 4.7'de; bağımlı değişken, y bağımsız değişken, ξ_i regresyon katsayısı, β_i ve deneysel hata, ε olarak ifade edilir. Modeldeki regresyon katsayıları bulunan deney verilerinin regresyonu ile bulunur. Eş. 4.7'de bağımsız değişkenlerde gerçek değerler ve kodlanmış olarak verilir. Birçok uygulamada gerçek değişkenler kodlanarak kullanılmaktadır. Etkileşim terimlerini de içermektedir (Eş. 3.8).

Doğrusal Model

$$Y = f(X) = \beta_0 + \sum_{i=1}^2 \beta_i X_i + \sum_{\substack{j=1 \\ i < j}}^2 \beta_{ij} X_i X_j \quad (4.8)$$

Eş. 4.9'da Eş. 7'den farklı olarak bağımlı değişken üzerine bağımsız değişkenlerin birbiriyle etkileşimi ve kuadratik etkisi gösterilmiştir.

Doğrusal Olmayan Model

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^2 \beta_i X_i + \sum_{i=1}^2 \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i<j}^2 B_{ij} X_i X_j + \varepsilon \quad (4.9)$$

y: Tahmin edilen cevap, X_i : Bağımsız değişken, X_{i2} : Değişkenlerin kare etkileri, $X_i X_j$: Değişken etkileşim efektleri, β_0 : Sabit katsayı, β_i : Doğrusal regresyon katsayısı, β_{ii} : İkinci dereceden regresyon katsayısı, β_{ij} : Etkileşim regresyon katsayısı verilmiştir [39].

Ek 1'de kodlaşmış değerlerin zaman için örnek hesaplaması verilmiştir.

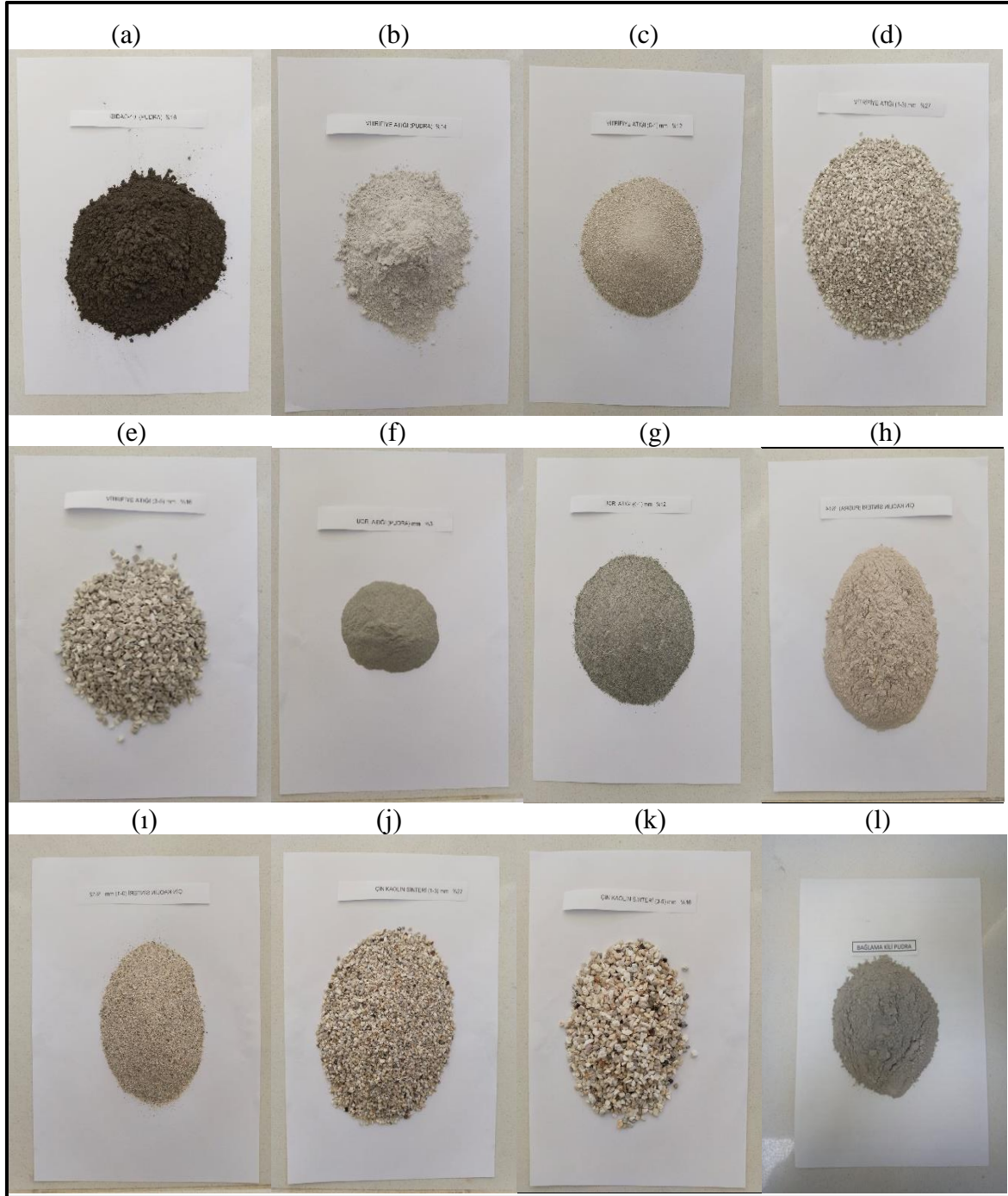
4.5. Kompozit Malzeme (Ateş Betonu) ve Polimerik Kompozit Malzeme Çalışmaları

Kompozit malzeme (ateş betonu) çalışmaları için ilk önce %15,22 B_2O_3 içeren atık numunesi kullanılmıştır. Çalışmanın ikinci kısmında kompozit malzeme (ateş betonu) ile polimerik kompozit malzeme yapımında +0,045 mm tane boyutunda %33,33 B_2O_3 içeren ve -0,045 mm tane boyutunda %32,34 B_2O_3 içeren mikrodalga cihazında 30 dakika 600 watt ile zenginleştirilmiş atık numuneleri kullanılmıştır. Bu çalışmalar Çaytaş Ateş Tuğla San. ve Tic. A.Ş. Çaycuma/Zonguldak'da gerçekleştirilmiştir. Reçete çalışmalarında terkip hazırlanmasında kullanılan malzemeler Resim 4.3'de gösterilmiştir. Ayrıca atık numunesi sinterleştirilerek pudrası kullanılmıştır. Tüm hammaddelerin elek analizleri yapıldıktan sonra terkipler hazırlanmıştır. %15,22 B_2O_3 içeren atık numunesi kullanılarak kompozit malzeme (ateş betonu) yapımı için sırasıyla Terkip 1*, Terkip 2*, Terkip 3* ve Terkip 4* adında 4 farklı reçete çalışması gerçekleştirilmiştir. Mikrodalga cihazında 30 dk 600 wattta zenginleştirilmiş %33,33 ve %32,34 B_2O_3 içeren atık numuneleri kullanılarak kompozit malzeme (ateş betonu) yapımı için sırasıyla adlandırılmış Terkip 1, Terkip 2, Terkip 3, Terkip 4, Terkip 5, Terkip 6, Terkip 7, Terkip 8, Terkip 9 ve Terkip 10 (polimerik kompozit malzeme) ile birlikte 10 farklı reçete çalışması gerçekleştirilmiştir. Toplam 14 adet terkipin XRD analizleri ODTÜ Merkez Laboratuvarında bulunan Rigaku Ultima-IV X-Işını Kırınım Cihazı ile yapılmıştır. 1*.terkipin XRF analizi EÜAŞ Elektrik Üretim A.Ş Laboratuvarında bulunan XRF Spektrometresi Rikagu NexQC-QuantEZ cihazı ile yapılmış diğer 13 adet XRF analizleri ODTÜ Merkez Laboratuvarında bulunan Rigaku ZSX Primus II Cihazı ile

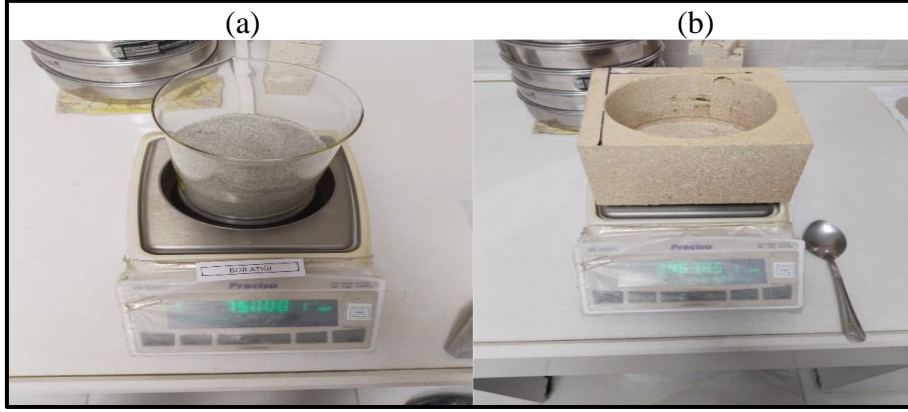
yapılmıştır. 1*, 9 ve 10. terkipin SEM ve EDX analizi ise ODTÜ Merkez Laboratuvarında bulunan QUANTA 400F Field Emission SEM cihazı ile yapılmıştır.

4.5.1. Atık numunesinin sinterleştirilmesi

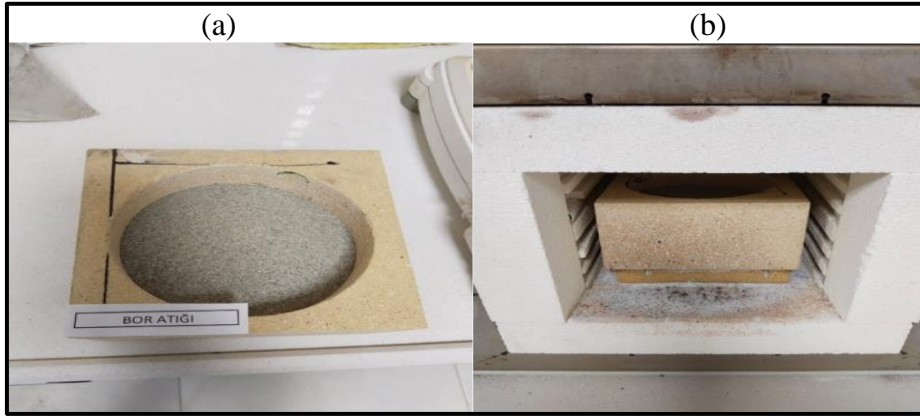
Sinterleştirme işlemi için kullanılan Resim 4.4.(a)'daki 750 gr atık numunesi ve Resim 4.4.(b)'deki pişirme potasının darası 3467,85 gr tartılmıştır. Resim 4.5.(a) ve Resim 4.5.(b)'de görülen 750 gr atık numunesi pota içinde kül fırınına konulmuştur. Resim 4.6.(a), (b) 'de kül fırını 950 °C ye ayarlanmış ve 4 saatte 950 °C ye yükseltilmiştir. 950 °C'de 2 saat pişirildikten sonra fırın kapatılmış ve fırın kapağı açılmadan soğumaya bırakılmıştır. Resim 4.7 (a), (b)'de soğuduktan sonra fırın açılarak pota çıkarılmış pota içindeki atık numunesinin cam faza geçtiği ve şeffaflaştığı görülmüştür. Cam fazındaki atık numunesi pota ile birlikte 4051,78 gr tartılmıştır. Resim 4.8.(a)'daki atık numunesi sinteri potadan çıkartıldıktan sonra öğütülerek Resim 4.8.(b)'de görülen pudra haline getirilmiştir. Analizlerde Precisa Marka, XB Model 4200 C hassas terazi ve KRC Marka MKF-10 1100°C kül fırını kullanılmıştır. Ek 2'de atık numuneli sinterleştirilmiş malzeme oluşurken ateş kaybı hesaplanması verilmiştir.



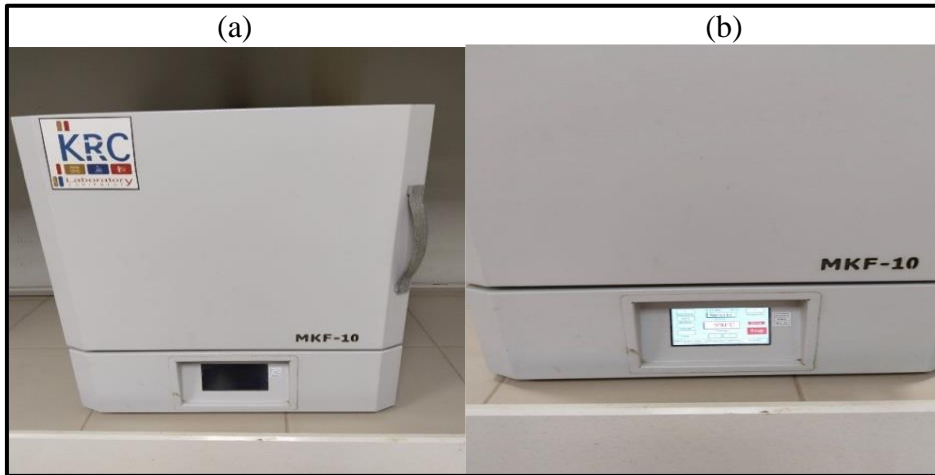
Resim 4.3. Terkip hazırlanması için kullanılan malzemeler (a) Isıdac-40 (pudra) (b) vitrikiye atığı (pudra), (c) vitrikiye atığı (0-1) mm, (d) vitrikiye atığı (1-3) mm, (e) vitrikiye atığı (3-5) mm, (f) atık numunesi (pudra), (g) atık numunesi (0-1) mm, (h) çin kaolin sinteri (pudra), (i) çin kaolin sinteri (0-1) mm, (j) çin kaolin sinteri (1-3) mm, (k) çin kaolin sinteri (3-5) mm, (l) bağlama kili (pudra)



Resim 4.4. (a) Atık numunesi tartımı, (b) Pişirme potasının darası (gr)



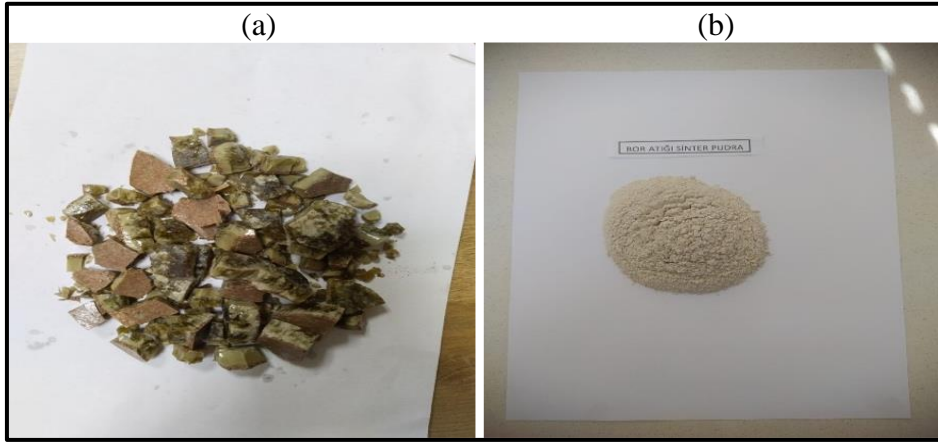
Resim 4.5. (a) Pota içindeki atık numunesi, (b) Kül fırını içindeki atık numuneli pota



Resim 4.6. (a) Kül fırını, (b) çalışır durumda 950°C



Resim 4.7. (a), (b) Atık numunesinin cam faza geçmesi



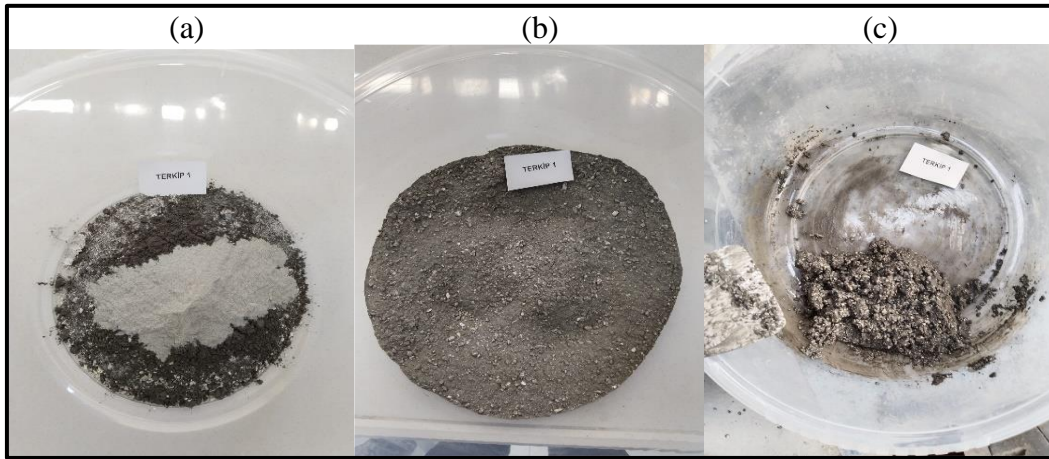
Resim 4.8. (a) Atık numunesi sinteri, (b) pudrası

4.5.2. Terkip hazırlanması

Terkip hazırlanması için tüm hammaddelerin elek analizleri yapıldıktan sonra kullanılan malzemeler 0,001 hassas terazide reçetede istenilen ağırlıkta tartılmıştır. Resim 4.9'da KRC Marka CX 65 model 200 elek sarsma cihazı kullanılmıştır.



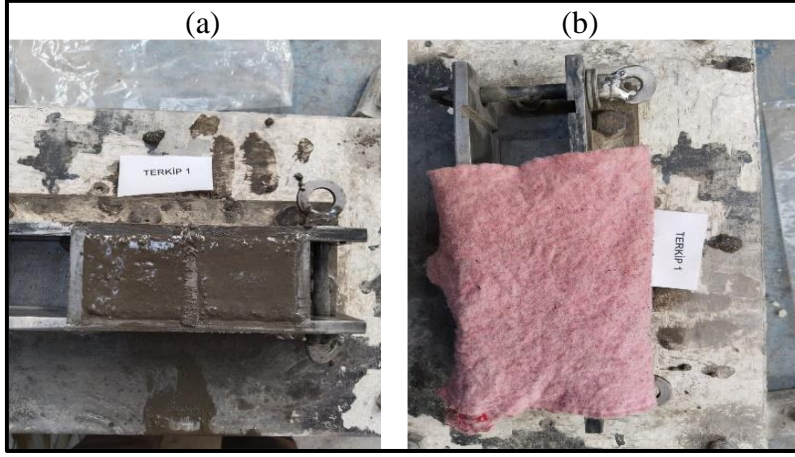
Resim 4.9. Elek sarsma cihazı



Resim 4.10. (a) Terkip için kullanılan malzemelerin karışımı, (b) malzemelerin 5 dakika karıştırılmış durumu, (c) malzemenin çamur hali

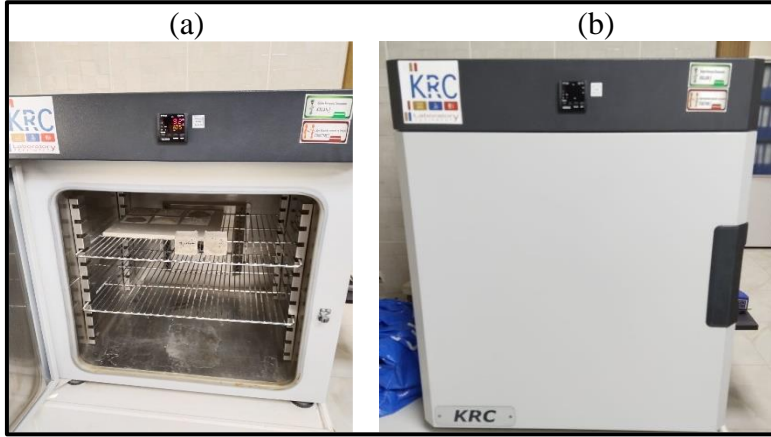
Resim 4.10.(a)'da Tartılan malzemeler karıştırma kabına konulduktan sonra 1500 gr harman elde edilmiştir. Resim 4.10.(b)'de görüldüğü üzere kuru olarak 5 dakika karıştırılmıştır. Resim 4.10.(c) 'de görülen karıştırma işlemi devam ederken %12 oranında, yağmurlama yöntemi ile su ilave edilmiş ve 5 dakika daha karıştırılarak malzemenin çamur hali elde edilmiştir.

Resim 4.11.(a)'da oluşan harman $50 \times 50 \times 50 \text{ cm}^3$ 'lük kalıba dökülmüş ve 1 dakika vibrasyon uygulanmıştır. Resim 4.11.(b)'de görülen kalıp içindeki malzemenin üzeri ıslak bez ile örtülmüş ve 24 saat kalıpta bekletilmiştir.



Resim 4.11. (a) Kompozit malzemenin kalıptaki görüntüsü, (b) ıslak bezle 24 saat nemli tutulması

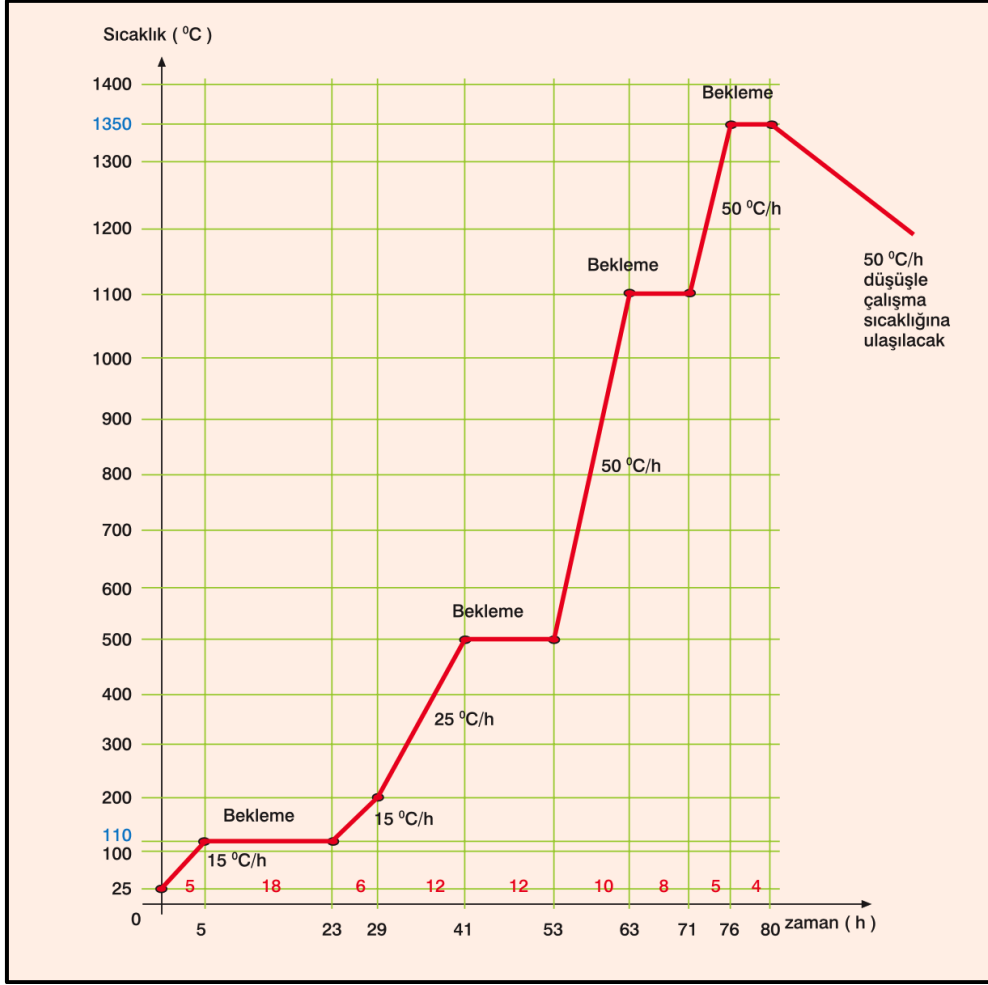
Kompozit malzeme kalıptan çıkartılıp bir 24 saatte oda sıcaklığında doğal kurutmaya bırakıldıktan sonra Resim 4.12.(a), (b)'de görülen 24 saat 100 °C'deki etüvde kurutma işlemi yapılmıştır. Analizlerde KRC Marka TT 104 Model Etüv kurutma fırın 100°C kullanılmıştır.



Resim 4.12. (a) Etüvde kurutma, (b) Etüv

Terkip ile oluşturulan kompozit malzeme için tavsiye edilen Şekil 4.2'deki ısı kürü diyagramına uygun 0°C'den 1100°C'ye kadar pişirilip kompozit malzeme üretilmiştir.

Isıtma prosesi üretimde en önemli faktörlerden biridir. Her ürün üretilirken aşağıdaki diyagrama bağlı kalarak üretim gerçekleştirilmelidir.



Şekil 4.2. Kompozit malzeme için tavsiye edilen ısı kürü diyagramı [42].

Resim 4.13'deki Ref-San Endüstriyel Sanayi Fırınları Seramik Atölyesi Kurulum Merkezi Kütahya'da bulunan Ref-San Marka RF 850 Model Fırın 1200°C kullanılmıştır.



Resim 4.13. Yüksek sıcaklık fırını

Terkip'in pişmiş haline presde soğukta basma mukavemeti testi yapılmıştır. Resim 4.14'de KRC Marka PCM 304 Model Soğukta Basma Test Presi kullanılmıştır. Soğuk kırılma mukavemetinin tayininde TS EN 993-5 standardına uyulmuştur [43].



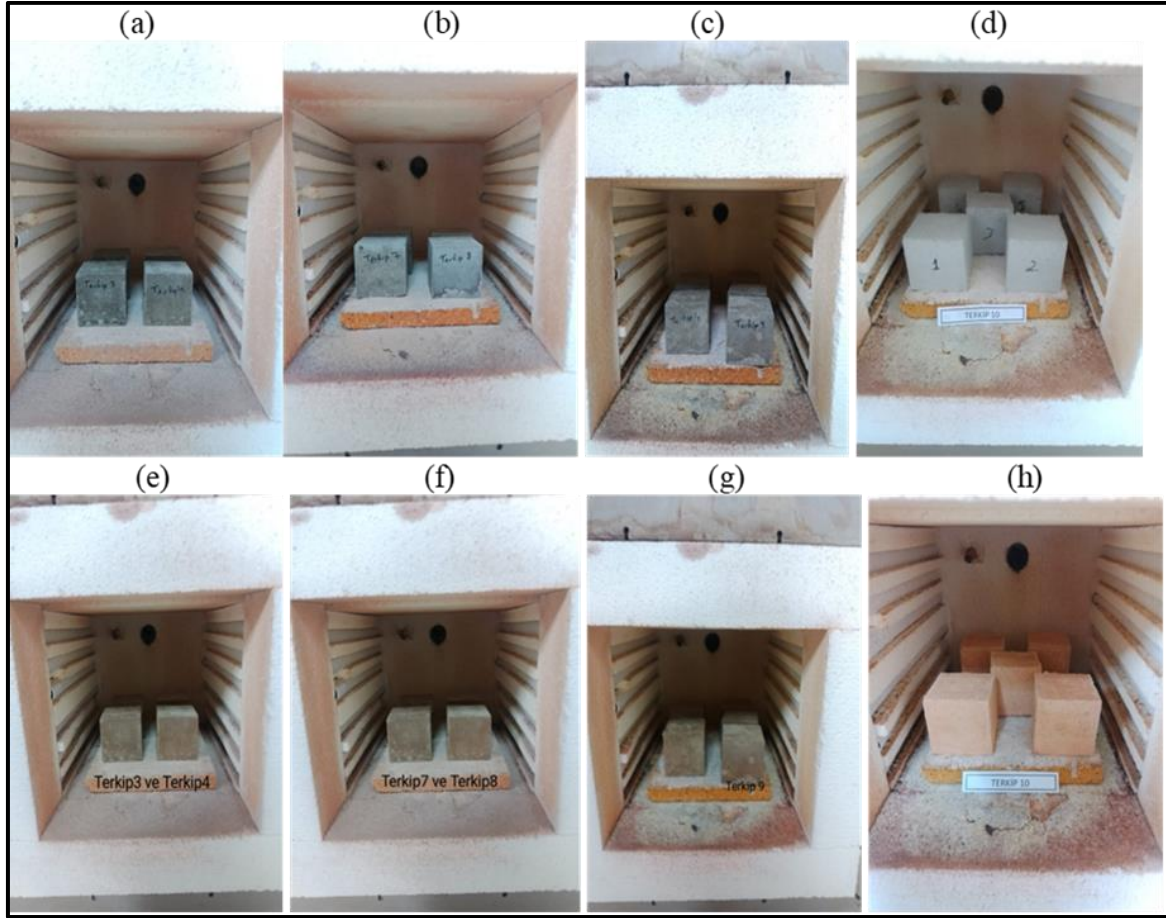
Resim 4.14. Soğukta basma mukavemeti presi

Terkip'in pişmiş haline porozite testi yapılmıştır. Resim 4.15'de KRC Marka MUB-04 Model porozite kazanında porozite çalışmaları yapılmıştır. Porozite tayininde TS EN 993-1 standardına uyulmuştur [44].



Resim 4.15. Porozite kazanı

Resim 4.16.(a), (b), (c), (d)'de, Terkip 3, 4, 7, 8, 9, 10'un etüvden çıkmış durumları Resim 4.16.(e), (f), (g), (h)'de pişmiş durumları verilmiştir.



Resim 4.16. (a), (b), (c), (d) terkip 3,4,7,8,9,10'un etüvden çıkmış durumları, (e), (f), (g), (h) pişmiş durumları

4.5.3. Terkip reçeteleri

Çizelge 4.3'den 4.16'ya kadar terkip reçeteleri verilmiştir. Tüm terkipler için kullanılan su oranı %12'dir. Sadece terkip 10 için kullanılan su oranı %25'dir.

Çizelge 4.3. Terkip 1* için kullanılan malzemeler

Terkip 1*		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	240
Vitrifiye atığı (pudra)	14	210
Vitrifiye atığı (0-1) mm	12	180
Vitrifiye atığı (1-3) mm	27	405
Vitrifiye atığı (3-5) mm	16	240
Atık numunesi (pudra)	3	45
Atık numunesi (0-1) mm	12	180
Toplam	100	1500

Çizelge 4.4. Terkip 2* için kullanılan malzemeler

Terkip 2*		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	240
Çin kaolin sinteri (Pudra)	14	210
Çin kaolin sinteri (0-1) mm	12	180
Çin kaolin sinteri (1-3) mm	27	405
Çin kaolin sinteri (3-5) mm	16	240
Atık numunesi (pudra)	3	45
Atık numunesi (0-1) mm	12	180
Toplam	100	1500

Çizelge 4.5. Terkip 3* için kullanılan malzemeler

Terkip 3*		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	96
Vitrifiye atığı (pudra)	6	36
Vitrifiye atığı (0-1) mm	20	120
Vitrifiye atığı (1-3) mm	27	162
Vitrifiye atığı (3-5) mm	16	96
Atık numunesi sinteri (pudra)	15	90
Toplam	100	600

Çizelge 4.6. Terkip 4* için kullanılan malzemeler

Terkip 4*		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	96
Çin kaolin sinteri (pudra)	6	36
Çin kaolin sinteri (0-1) mm	20	120
Çin kaolin sinteri (1-3) mm	27	162
Çin kaolin sinteri (3-5) mm	16	96
Atık numunesi sinteri (pudra)	15	90
Toplam	100	600

Çizelge 4.7. Terkip 1 için kullanılan malzemeler

Terkip 1		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	96
Vitrifiye atığı (pudra)	14	84
Vitrifiye atığı (0-1) mm	12	72
Vitrifiye atığı (1-3) mm	27	162
Vitrifiye atığı (3-5) mm	16	96
Atık numunesi (pudra)	3	18
Atık numunesi (0-1) mm	12	72
Toplam	100	600

Çizelge 4.8. Terkip 2 için kullanılan malzemeler

Terkip 2		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	96
Çin kaolin sinteri (pudra)	14	84
Çin kaolin sinteri (0-1) mm	12	72
Çin kaolin sinteri (1-3) mm	27	162
Çin kaolin sinteri (3-5) mm	16	96
Atık numunesi (pudra)	3	18
Atık numunesi (0-1) mm	12	72
Toplam	100	600

Çizelge 4.9. Terkip 3 için kullanılan malzemeler

Terkip 3		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	96
Vitrifiye atığı (pudra)	6	36
Vitrifiye atığı (0-1) mm	20	120
Vitrifiye atığı (1-3) mm	27	162
Vitrifiye atığı (3-5) mm	16	96
Atık numunesi sinteri (pudra)	15	90
Toplam	100	600

Çizelge 4.10. Terkip 4 için kullanılan malzemeler

Terkip 4		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	96
Çin kaolin sinteri (pudra)	6	36
Çin kaolin sinteri (0-1) mm	20	120
Çin kaolin sinteri (1-3) mm	27	162
Çin kaolin sinteri (3-5) mm	16	96
Atık numunesi sinteri (pudra)	15	90
Toplam	100	600

Çizelge 4.11. Terkip 5 için kullanılan malzemeler

Terkip 5		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	96
Vitrifiye atığı (pudra)	17	102
Vitrifiye atığı (0-1) mm	19	114
Vitrifiye atığı (1-3) mm	27	162
Vitrifiye atığı (3-5) mm	16	96
Atık numunesi (0-1) mm	5	30
Toplam	100	600

Çizelge 4.12. Terkip 6 için kullanılan malzemeler

Terkip 6		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	96
Çin kaolin sinteri (pudra)	17	102
Çin kaolin sinteri (0-1) mm	19	114
Çin kaolin sinteri (1-3) mm	27	162
Çin kaolin sinteri (3-5) mm	16	96
Atık numunesi (0-1) mm	5	30
Toplam	100	600

Çizelge 4.13. Terkip 7 için kullanılan malzemeler

Terkip 7		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	96
Vitrifiye atığı (pudra)	16	96
Vitrifiye atığı (0-1) mm	20	120
Vitrifiye atığı (1-3) mm	27	162
Vitrifiye atığı (3-5) mm	16	96
Atık numunesi sinteri (pudra)	5	30
Toplam	100	600

Çizelge 4.14. Terkip 8 için kullanılan malzemeler

Terkip 8		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	96
Çin kaolin sinteri (Pudra)	16	96
Çin kaolin sinteri (0-1) mm	20	120
Çin kaolin sinteri (1-3) mm	27	162
Çin kaolin sinteri (3-5) mm	16	96
Atık numunesi sinteri (pudra)	5	30
Toplam	100	600

Çizelge 4.15. Terkip 9 için kullanılan malzemeler

Terkip 9		
Malzemeler	%	gr
Isıdac-40 (pudra)	16	96
Çin kaolin sinteri (pudra)	11	66
Çin kaolin sinteri (0-1) mm	20	120
Çin kaolin sinteri (1-3) mm	27	162
Çin kaolin sinteri (3-5) mm	16	96
Atık numunesi sinteri (pudra)	10	60
Toplam	100	600

Çizelge 4.16. Terkip 10 için kullanılan malzemeler

Terkip 10		
Malzemeler	%	gr
Bağlama kili (pudra)	18	270
Çin kaolin sinteri (pudra)	10	150
Çin kaolin sinteri (0-1) mm	30	450
Çin kaolin sinteri (1-3) mm	32	480
Atık numunesi (pudra)	10	150
Toplam	100	1500

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

5.1. Atık Numunenin Yapısının Tespit Edilmesi Sonuçları

Bu testler Emet Bor İşletme Müdürlüğü, Espey konsantratör tesisi ince (-3 mm) atıklarının kimyasal, ısıl özellikleri, mineralojik ve tane boyutu incelemeleri yapılmıştır.

5.1.1. Kimyasal bileşenlerin incelenmesi sonuçları

Çizelge 5.1’de Atık barajı örneğinin kimyasal analiz değerleri verilmiştir.

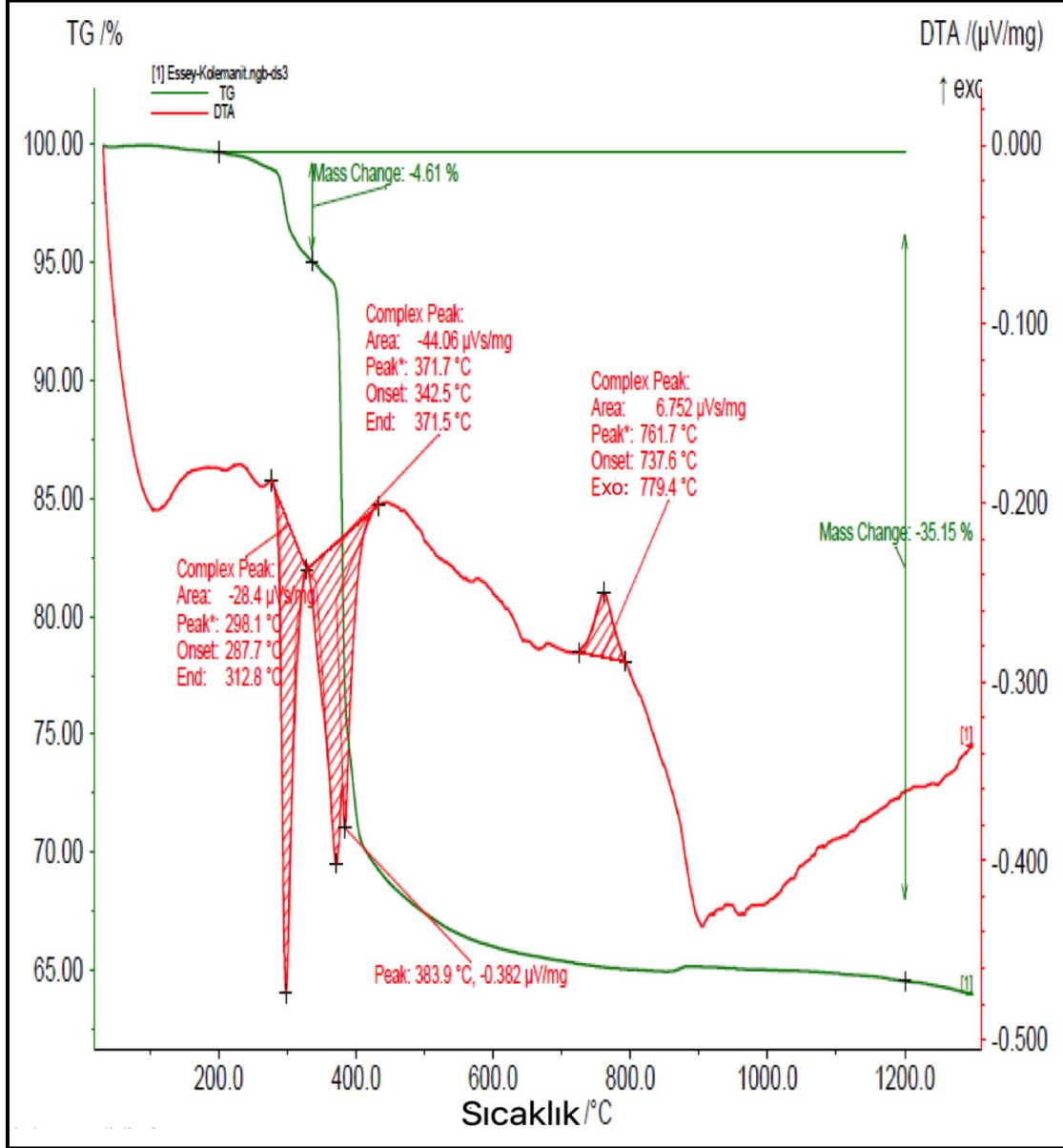
Çizelge 5.1. Atık barajı örneğinin kimyasal analiz değerleri

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (ppm)	İçerik	Miktar (ppm)	İçerik	Miktar (ppm)
B ₂ O ₃	15,22	Co	16,5	Cd	2	Bi	2,9
SiO ₂	24,86	Ni	55,1	In	2,3	Th	5,3
CaO	13,27	Cu	11,2	Sn	1,1	U	16,3
MgO	4,869	Zn	49,3	Sb	1,1		
Fe ₂ O ₃	2,283	Ga	8	Te	1,4		
K ₂ O	1,95	Ge	5,2	I	2,4		
Na ₂ O	0,035	As	1647	Cs	638,8		
Al ₂ O ₃	6,781	Se	0,6	Ba	181,8		
TiO ₂	0,2714	Br	2,5	La	7,3		
P ₂ O ₅	0,0895	Rb	332,6	Ce	33,6		
SO ₃	0,1745	Sr	5558	Hf	3,1		
Cl	0,00408	Y	3,1	Ta	3,2		
V ₂ O ₅	0,0155	Zr	96	W	6,3		
Cr ₂ O ₃	0,0085	Nb	13.,1	Hg	1,6		
MnO	0,0478	Mo	3,4	Tl	3,5		
K.K.	29,55	Ag	5,4	Pb	37,6		

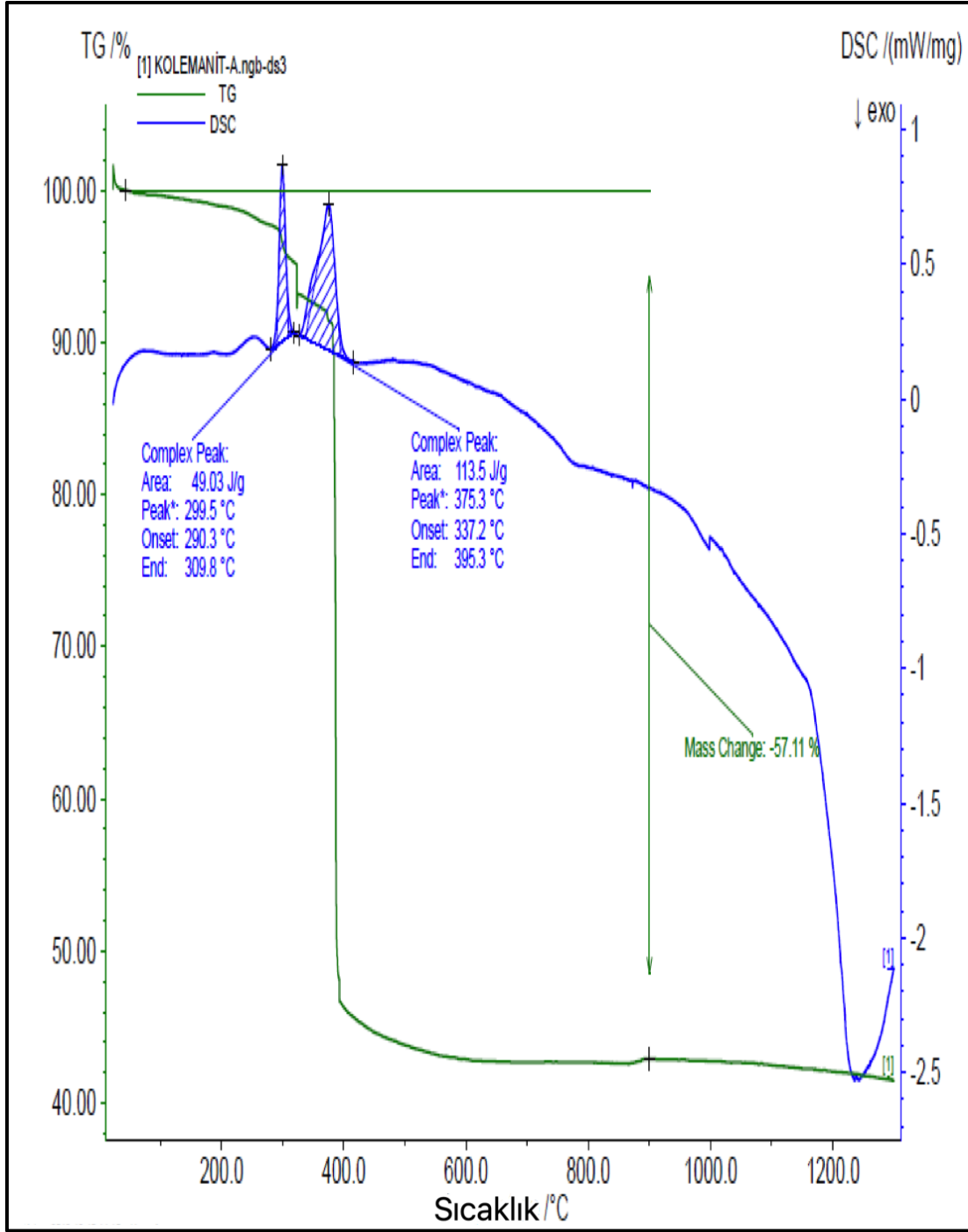
5.1.2. Isıl özelliklerin incelenmesi sonuçları

Şekil 5.1’de difraktogramdan görüldüğü üzere toplamda ağırlıkça %39,76’lık bir kütle kaybı gözlenmiştir. Espey atık barajı örneği için çizilen DTA eğrilerinde üç endotermik tepe görülmüştür. Birincisi 312,8°C’dedir ve kolemanitin termal ayrışmasının, su moleküllerini oluşturan OH gruplarının uzaklaştırılmasıyla başladığı anlamına gelir. İkincisi 371,5 ve

üçüncüsü 383,9 °C'dedir kristale ait bağlar, borat halkaları ile kopar ve ilk ayrışma döneminde ortaya çıkan su molekülleri uzaklaştırılır. Dördüncüsü 779,4 °C bileşiğin erime noktasının 1200 °C'nin altında ekzotermik bir kristalleşmeden kaynaklanır.



Şekil 5.1. Essey atık barajı örneğinin TGA ve DTA grafikleri

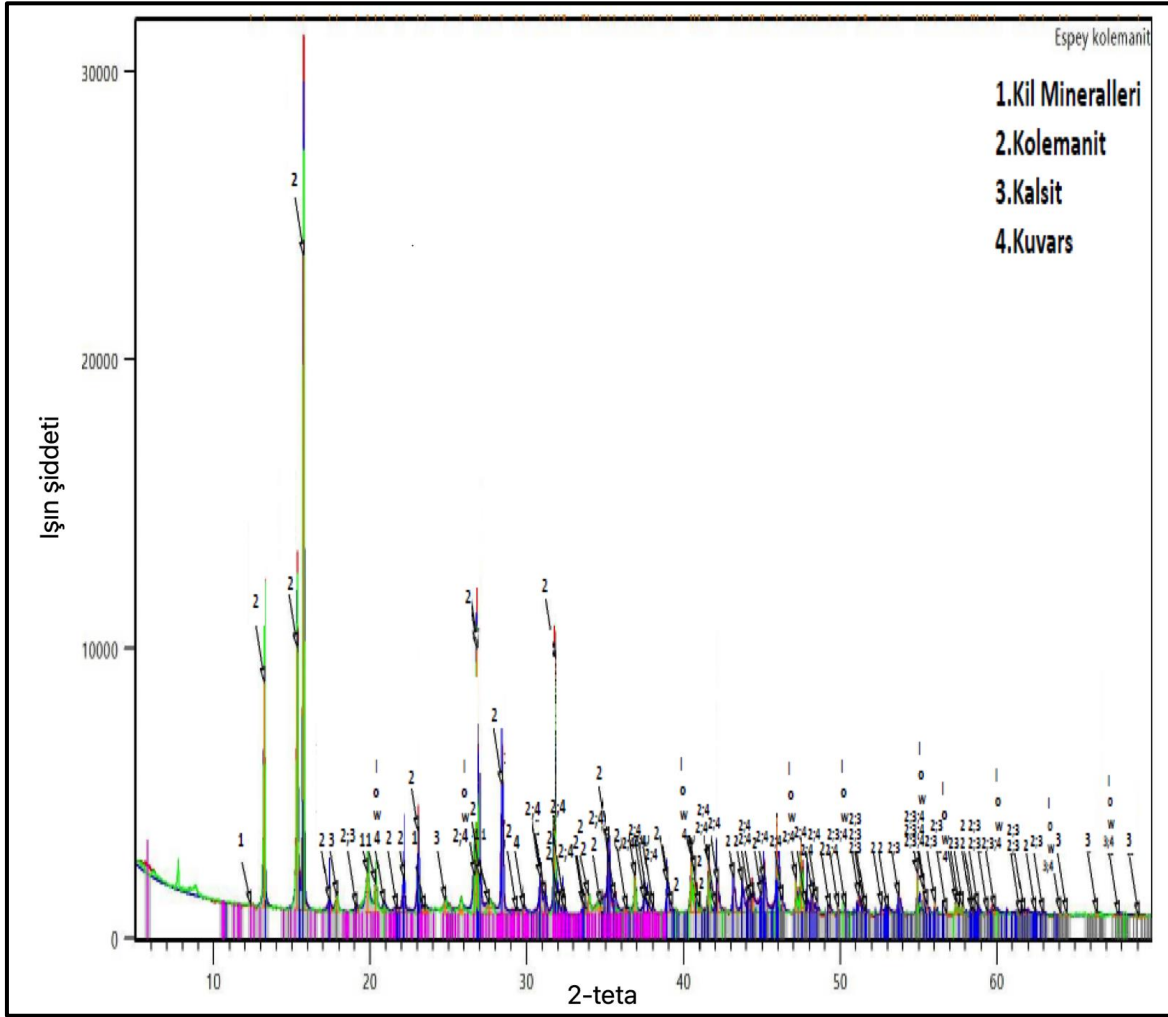


Şekil 5.2. Espey atık barajı örneğinin TGA ve DSC grafikleri

Şekil 5.2’de difraktogramdan görüldüğü üzere toplamda %57,11’lik bir kütle kaybı gözlenmiştir.

5.1.3. Minerallerin incelenmesi sonuçları

Şekil 5.3’de difraktogramdaki piklerde yapının büyük çoğunluğu kolemanit içermektedir. Bununla birlikte kalsit ve kil mineralleri de gözlemlenmiştir. Bazı piklerde kuvars bazı piklerde de düşük oranda kuvars görülmüştür.



Şekil 5.3. Espey atık barajı örneğinin XRD analizi

Çizelge 5.2’de verilen mineral bileşimi daha çok kolemanit, kalsit ve kil mineralleri oluşturmuştur.

Çizelge 5.2. Espey atık barajı örneğinin mineral bileşimi

Mineral Bileşimi	Mineral (%)	Tane boyu (Mikron)
Kuvars	11	150
Kolemanit	14	210
Amfibol	12	180
Piroksen	11	175
Mika	09	135
Kil mineralleri	22	50
Kalsit	14	190
Diğerleri	7	-

5.1.4. Tane boyutu incelenmesi sonuçları

Elek analizine ait sonuçlar ve her fraksiyona ait B_2O_3 tenör değerleri Çizelge 5.3’de verilmiştir. Analiz sonuçlarında atık numunenin yaklaşık olarak %100’ü 2 mm’nin altında kalmıştır. Tane boyutu inceldikçe öğütme maliyetlerinde artış olmaktadır. +0,045 mm den yukarı boyuttaki tenörler yüksek, +2-0,212 mm üzeri ayrıca değerlendirilebilir ancak ağırlıkça -0.212+0,045 mm boyutundaki atık numune miktarı $17,916+9,336+5,68=\%33$ olduğu için değerlendirilmesine gerek görülmemiştir. Çizelge 5.3’de Espey atık barajı numunesinin tenör dağılımları verilmiştir. Tane büyüklüğü inceldikçe tenör değeri belirli boyuta kadar yükselmiş -0,075 mm’den sonra azalmıştır.

Çizelge 5.3. Espey atık barajı örneğine ait elek analiz ve % B_2O_3 sonuçları

Tane boyutu (mm)	Ağırlık (%)	$\Sigma E\ddot{U}$ (%)	ΣEA (%)	B_2O_3 (%)
+2	0,00	0,00	100,00	
-2+1	0,06	0,06	100,00	
-1+0,5	7,57	7,63	99,94	13,60
-0,5 +0,425	5,482	13,11	92,37	15,35
-0,425+0,300	9,454	22,56	86,89	17,07
-0,300+0,212	20,692	43,25	77,44	15,67
-0,212+0,125	17,916	61,17	56,75	17,75
-0,125+0,075	9,336	70,51	38,83	15,36
-0,075+0,045	5,68	76,19	29,49	15,64
-0,045	23,81	100,00	23,81	12,63
TOPLAM	100,00			

Çizelge 5.4’de Espey atık barajı numunesinin % B_2O_3 değerleri yakın olduğu için +0,045 mm ve -0,045 mm tane boyutlarında 2 fraksiyona ayrılarak deneyler yapılmıştır.

Çizelge 5.4. Espey atık barajı örneğinin tane büyüklüğüne göre tenör dağılımları

Tane boyutu (mm)	Ağırlık (%)	ΣEÜ (%)	ΣEA (%)	B ₂ O ₃ (%)
+0,045	76,19	76,19	100,00	15,78
-0,045	23,81	100,00	23,81	12,63
TOPLAM	100,00			

5.2. Mikrodalga Cihazı ile Yapılan Deney Sonuçları

5.2.1. +0,045 mm tane boyutunda atık barajı numunesi için yapılan deney sonuçları

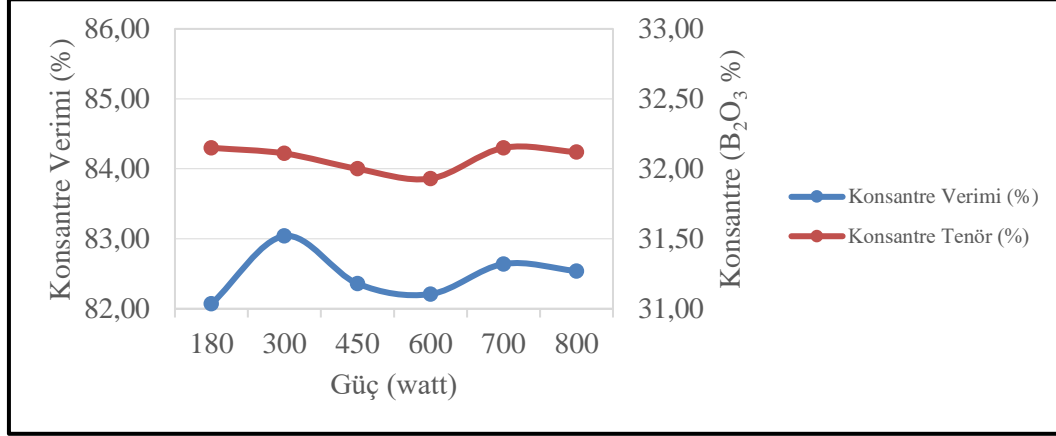
+0,045 mm tane büyüklüğü için elde edilen sonuçlardan oluşan Çizelge 5.5’de Espey atık numunesi 180, 300, 450, 600, 700 ve 800 watt mikrodalga güçlerde 10 dakika boyunca mikrodalga enerjisi kullanıldığında; % verim, % B₂O₃ tenörlü konsantre ürünler ve atıklar elde edilmiştir.

Çizelge 5.5. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 10 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	76,00	32,15	82,07
	atık	24,00	27,42	17,93
	besleme	100,00	15,78	100,00
300	konsantre	77,00	32,11	83,04
	atık	23,00	27,05	16,95
	besleme	100,00	15,78	100,00
450	konsantre	76,63	32,00	82,36
	atık	23,37	27,70	17,64
	besleme	100,00	15,78	100,00
600	konsantre	76,66	31,93	82,21
	atık	23,34	27,96	17,78
	besleme	100,00	15,78	100,00
700	konsantre	76,53	32,15	82,64
	atık	23,47	27,15	17,36
	besleme	100,00	15,78	100,00
800	konsantre	76,51	32,12	82,54
	atık	23,49	27,27	17,46
	besleme	100,00	15,78	100,00

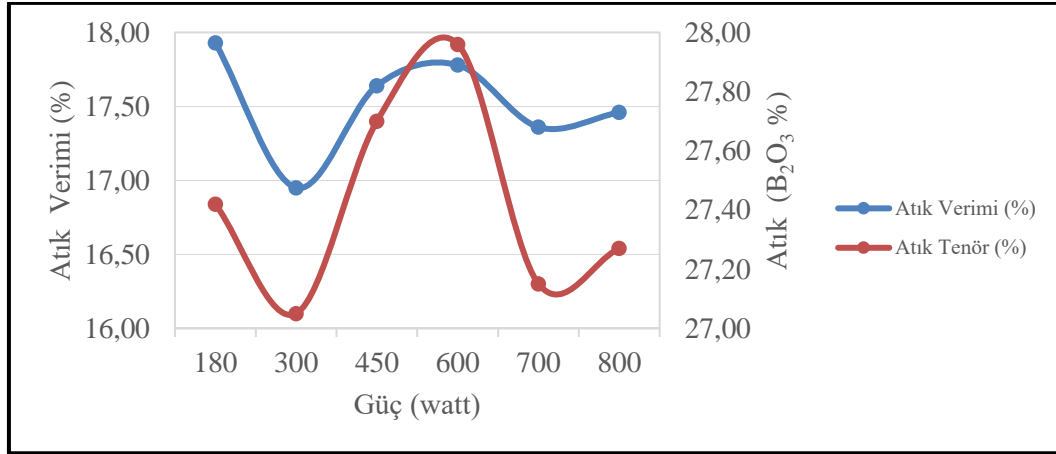
Şekil 5.4’de konsantre ürün verimi 180 watt değerinden 300 watt değerine kadar artmış daha sonra ise 600 watt’a kadar azalmış, 700 watt’a kadar biraz artmış, 800 watt’a kadar Konsantre ürün B₂O₃ tenörün de gözle görünür bir değişiklik olmamıştır. +0,045 mm tane

boyutunda 10 dakika mikrodalga süresi boyunca yüksek oranda elde edilen konsantre tenörü %32,11 ve en yüksek konsantre ürün verimi %83,04 ile 300 watt güçte elde edilmiştir.



Şekil 5.4. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 10 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

+0,045 mm tane boyutunda 10 dakika mikrodalga süresi boyunca 300 watt güçte atık tenörü %27,05 ve atık verimi %16,95 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 300 watt güçte en düşük olduğundan 300 watt tercih edilmiştir. Sonuç olarak güç değerlerine bakınca verimde ve tenörde gözle görünür artış olmamıştır. Dolayısıyla 300 watt ile çalışmak tercih edilmiştir.



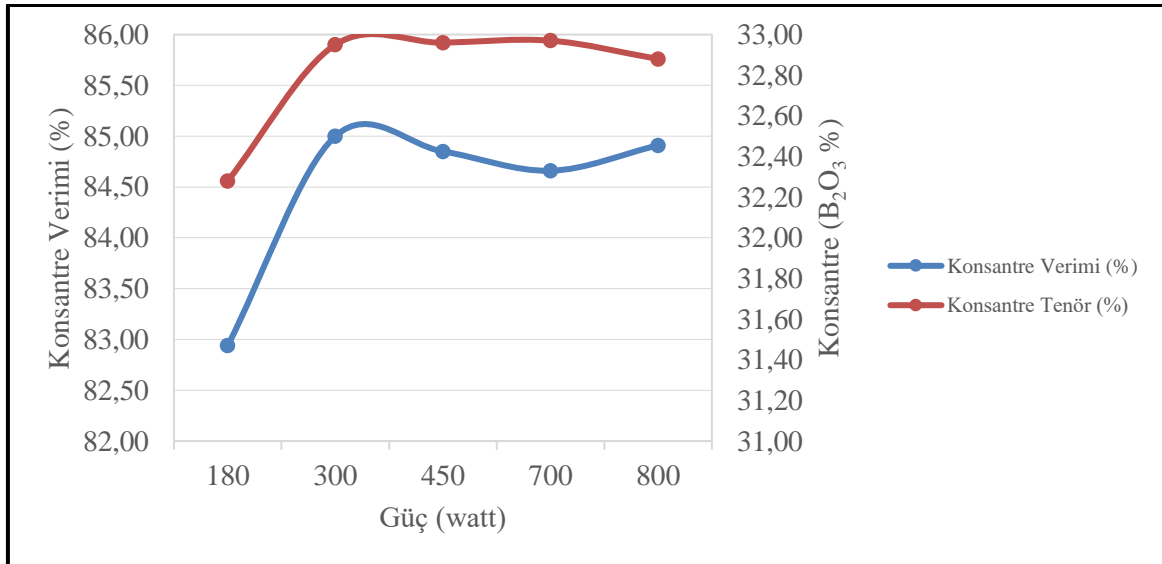
Şekil 5.5. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 10 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Çizelge 5.6'da +0,045 mm tane boyutundaki % verim, % B₂O₃ tenörlü konsantre ürünler ve atıklar elde edilmiştir.

Çizelge 5.6. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 20 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	76,50	32,28	82,94
	atık	23,50	26,64	17,06
	besleme	100,00	15,78	100,00
300	konsantre	76,81	32,95	85,00
	atık	23,19	23,73	15,00
	besleme	100,00	15,78	100,00
450	konsantre	76,65	32,96	84,85
	atık	23,35	23,81	15,15
	besleme	100,00	15,78	100,00
600	konsantre	76,45	32,97	84,66
	atık	23,55	23,91	15,34
	besleme	100,00	15,78	100,00
700	konsantre	76,89	32,88	84,91
	Atık	23,11	23,96	15,09
	Besleme	100,00	15,78	100,00
800	Konsantre	76,79	32,89	84,83
	Atık	23,21	23,99	15,17
	Besleme	100,00	15,78	100,00

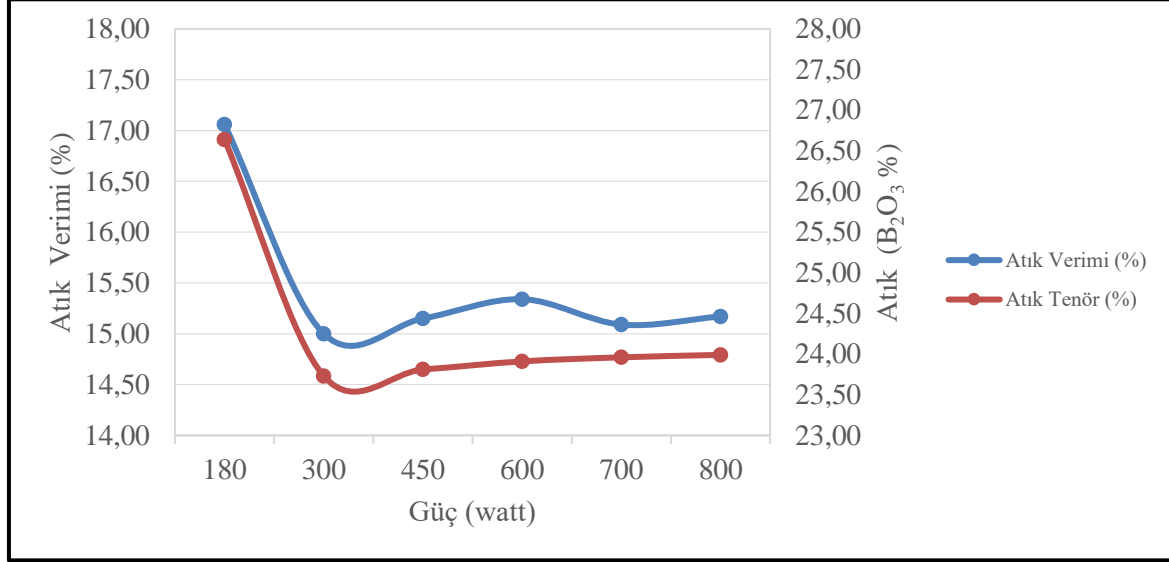
Şekil 5.6'da 300 watta kadar konsantre tenörü ve konsantre verimi artmıştır. Düşük enerji tasarrufu için 300 watt tercih edilmiştir.



Şekil 5.6. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 20 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Şekil 5.7'de 300 watta kadar atık tenörü ve atık verimi azalmıştır. Optimal değer olarak 300 watt en az enerjiye göre tercih edilmiştir. +0,045 mm tane büyüklüğünde 20 dakika sürede

300 watt güçte atık tenörü %23,73 ve atık verimi %15,00 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 300 watt güçte en düşük olduğundan 300 watt tercih edilmiştir.



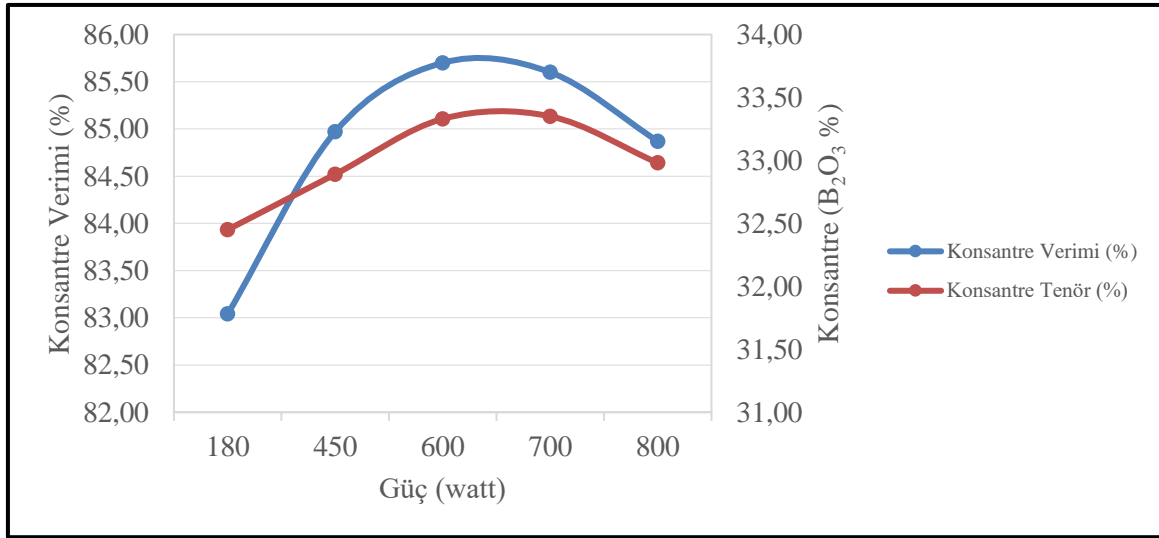
Şekil 5.7. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 20 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Çizelge 5.7'de 180, 300, 450, 600, 700 ve 800 watt mikrodalga güçlerinde 30 dakika boyunca mikrodalga enerjisine maruz bırakıldığında; % verim, % B_2O_3 tenörlü konsantre ürünler ve atıklar sağlanmıştır.

Şekil 5.8'de 600 watta kadar konsantre tenörü ve konsantre verimi artmıştır. 600 watt tercih edilmiştir. +0,045 mm tane boyutunda 30 dakika mikrodalga süresi boyunca yüksek oranda elde edilen konsantre tenörü %33,33 ve yüksek konsantre ürün verimi %85,70 ile 600 watt güçte elde edilmiştir.

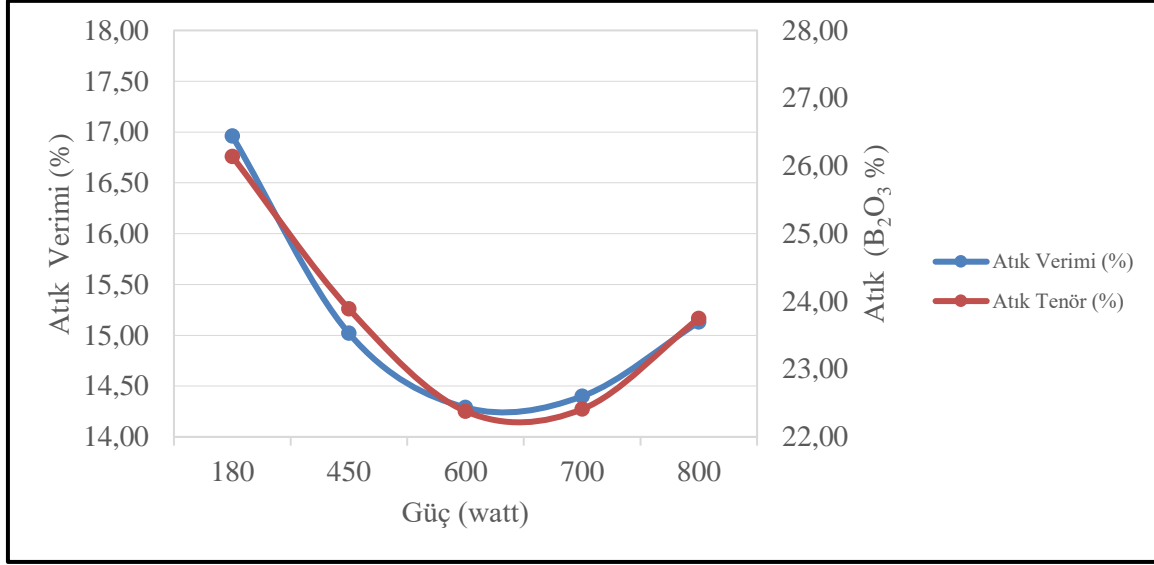
Çizelge 5.7. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 30 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	76,19	32,45	83,04
	atık	23,81	26,14	16,96
	besleme	100,00	15,78	100,00
300	konsantre	76,95	32,86	84,93
	atık	23,05	23,99	15,07
	besleme	100,00	15,78	100,00
450	konsantre	76,92	32,89	84,97
	atık	23,08	23,90	15,03
	besleme	100,00	15,78	100,00
600	konsantre	76,56	33,33	85,70
	atık	23,44	22,39	14,30
	besleme	100,00	15,78	100,00
700	konsantre	76,42	33,35	85,60
	atık	23,58	22,41	14,40
	besleme	100,00	15,78	100,00
800	konsantre	76,62	32,98	84,87
	atık	23,38	23,75	15,13
	besleme	100,00	15,78	100,00



Şekil 5.8. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 30 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Şekil 5.9'da 600 watta kadar atık tenörü ve atık verimi azalmıştır. 600 watt tercih edilmiştir. +0,045 mm tane boyutunda 30 dakika sürede, 600 watt güçte atık tenörü %22,38 ve atık verimi %14,29 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 600 watt güçte en düşük olduğundan 600 watt tercih edilmiştir. 30 dakikada 600 watt %85,70 verim elde edilmiştir.



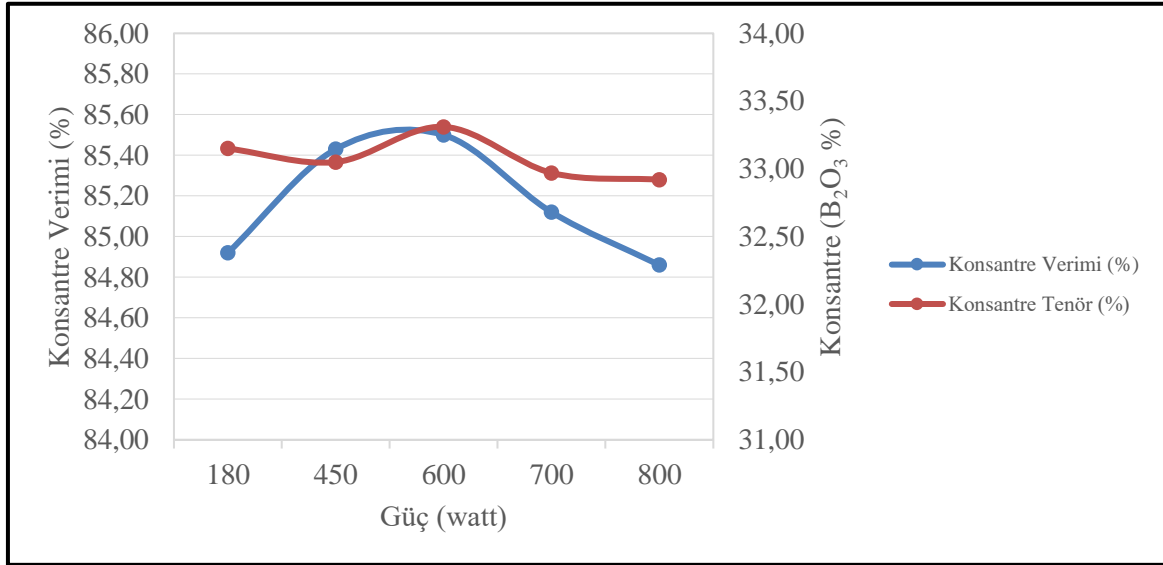
Şekil 5.9. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 30 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Çizelge 5.8'de gerçekleştirilen deney sonucunda % verim, % B_2O_3 tenörlü konsantre ürünler ve atıklar sağlanmıştır.

Şekil 5.10'da +0,045 mm tane büyüklüğünde 40 dakika mikrodalga cihazında 600 watt güçte zenginleştirme yapıldığında konsantre tenörü %33,31 ve konsantre ürün verimi %85,50 elde edilmiştir. Konsantre tenörü ve konsantre ürün verimi 600 watt güçte en yüksek olduğundan 600 watt tercih edilmiştir.

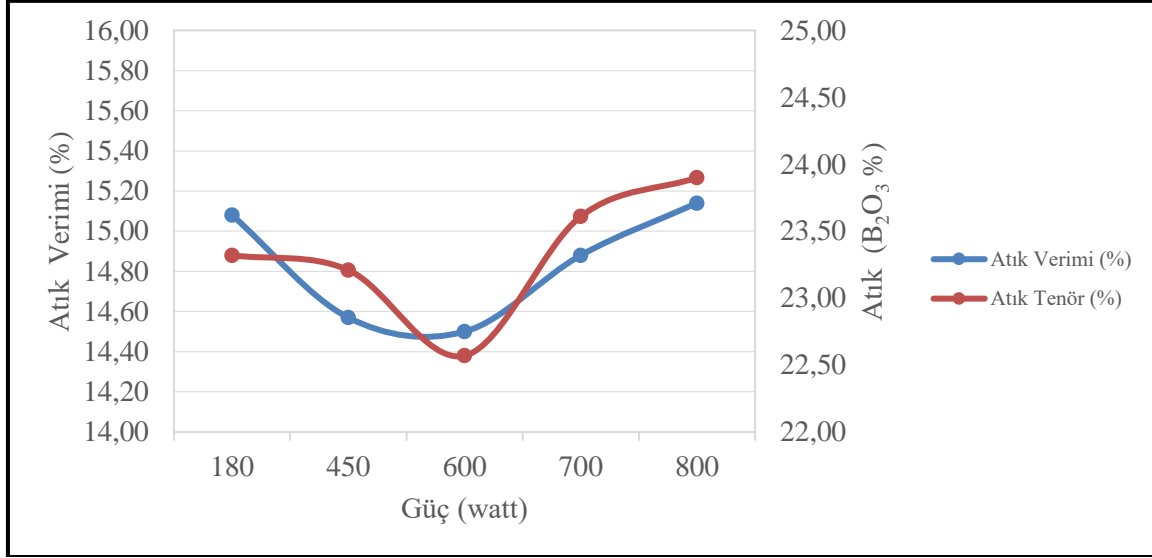
Çizelge 5.8. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 40 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	76,27	33,15	84,92
	atık	23,73	23,32	15,08
	besleme	100,00	15,78	100,00
300	konsantre	76,86	32,70	84,41
	atık	23,14	24,71	15,58
	besleme	100,00	15,78	100,00
450	konsantre	76,96	33,05	85,43
	atık	23,04	23,21	14,57
	besleme	100,00	15,78	100,00
600	konsantre	76,42	33,31	85,50
	atık	23,58	22,57	14,50
	besleme	100,00	15,78	100,00
700	konsantre	76,87	32,97	85,12
	atık	23,13	23,61	14,88
	besleme	100,00	15,78	100,00
800	konsantre	76,75	32,92	84,86
	atık	23,25	23,90	15,14
	besleme	100,00	15,78	100,00



Şekil 5.10. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 40 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Şekil 5.11’de +0,045 mm tane büyüklüğünde 40 dakika mikrodalga süresi boyunca 600 watt güçte atık tenörü %22,57 ve atık verimi %14,50 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 600 watt güçte en düşük olduğundan 600 watt tercih edilmiştir.



Şekil 5.11..+0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 40 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

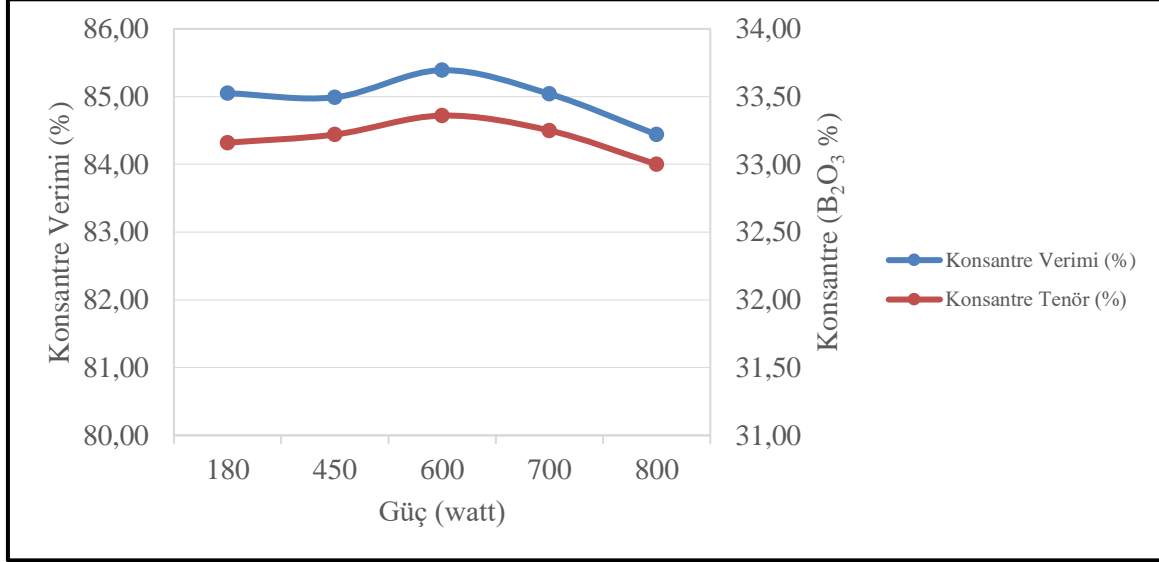
Çizelge 5.9’da +0,045 mm boyutundaki atık numunesi 180, 300, 450, 600, 700 ve 800 watt mikrodalga güçlerde 50 dakika boyunca mikrodalga enerjisi ile zenginleştirildiğinde; % verim, % B₂O₃ tenörlü konsantre ürünler ve atıklar bulunmuştur.

Çizelge 5.9. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 50 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	76,36	33,16	85,05
	atık	23,64	23,22	14,96
	besleme	100,00	15,78	100,00
300	konsantre	76,51	33,00	84,80
	atık	23,49	23,75	15,20
	besleme	100,00	15,78	100,00
450	konsantre	76,17	33,22	84,99
	atık	23,83	23,12	15,01
	besleme	100,00	15,78	100,00
600	konsantre	76,21	33,36	85,39
	atık	23,79	22,54	14,61
	besleme	100,00	15,78	100,00
700	konsantre	76,15	33,25	85,04
	atık	23,85	23,02	14,96
	besleme	100,00	15,78	100,00
800	konsantre	76,18	33,00	84,44
	atık	23,82	23,98	15,57
	besleme	100,00	15,78	100,00

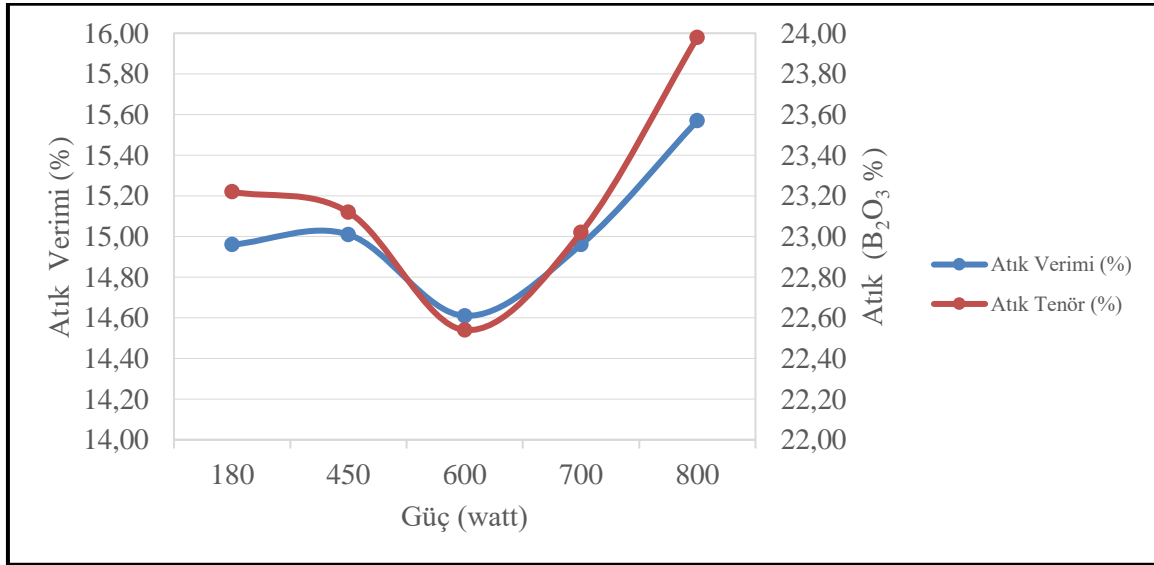
Şekil 4.12’de +0,045 mm tane boyutunda 50 dakika mikrodalga süresi boyunca 600 watt güçte konsantre tenörü %33,36 ve konsantre ürün verimi %85,39 elde edilmiştir. Konsantre

tenörü ve konsantre ürün verimi 600 watt güçte en yüksek olduğundan 600 watt tercih edilmiştir.



Şekil 5.12. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 50 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Şekil 5.13'de +0,045 mm tane boyutunda 50 dakika mikrodalga süresi boyunca 600 watt güçte atık tenörü %22,54 ve atık verimi %14,61 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 600 watt güçte en düşük olduğundan 600 watt tercih edilmiştir.



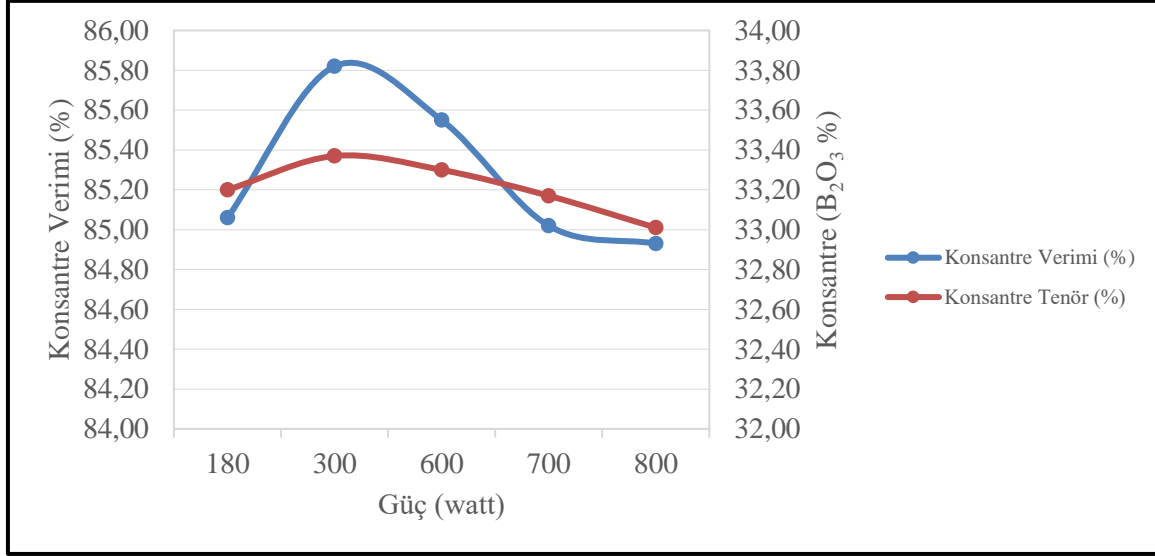
Şekil 5.13. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 50 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Çizelge 5.10'da +0,045 mm boyutundaki Espey baraj numunesi 180, 300, 450, 600, 700 ve 800 watt mikrodalga güçlerde 60 dakika boyunca mikrodalga enerjisi ile zenginleştirildiğinde % verim, % B₂O₃ tenörlü konsantre ürünler ve atıklar elde edilmiştir.

Çizelge 5.10. +0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 60 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

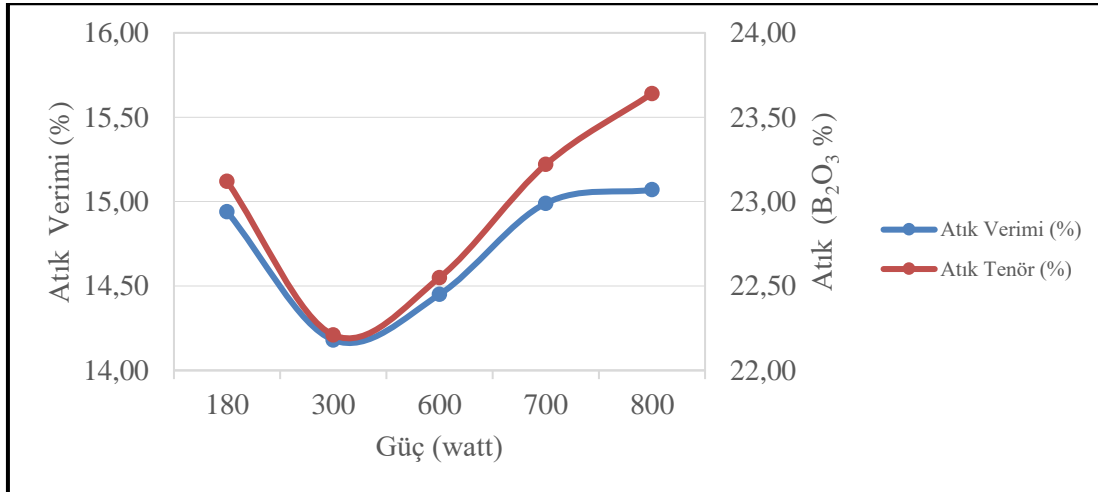
Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	76,28	33,20	85,06
	atık	23,72	23,12	14,94
	besleme	100,00	15,78	100,00
300	konsantre	76,57	33,37	85,82
	atık	23,43	22,21	14,18
	besleme	100,00	15,78	100,00
450	konsantre	76,43	32,99	84,69
	atık	23,57	23,85	15,32
	besleme	100,00	15,78	100,00
600	konsantre	76,49	33,30	85,55
	atık	23,51	22,55	14,45
	besleme	100,00	15,78	100,00
700	konsantre	76,31	33,17	85,02
	atık	23,69	23,22	14,99
	besleme	100,00	15,78	100,00
800	konsantre	76,60	33,01	84,93
	atık	23,40	23,64	15,07
	besleme	100,00	15,78	100,00

Şekil 5.14'de +0,045 mm tane boyutunda 60 dakika mikrodalga süresi boyunca 300 watt güçte konsantre tenörü %33,37 ve konsantre ürün verimi %85,82 elde edilmiştir. Konsantre tenörü ve konsantre ürün verimi 300 watt güçte en yüksek olduğundan 300 watt tercih edilmiştir. 180 wattta verim %85,06, 300 wattta verim %85,82, 600 wattta verim %85,55 ve 700 wattta verim %85,02'dir. Bunlar birbirlerine yakın değerlerdir. Bu sonuçlardan 60 dakika için 300 watt tercih edilir. Amaç uzun sürede düşük enerji kullanmaktır. Süreyi artırmakla hiçbir kazancımız yoktur.



Şekil 5.14. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 60 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Şekil 5.15'de +0,045 mm tane boyutunda 60 dakika mikrodalga süresi boyunca 300 watt güçte atık tenörü %22,21 ve atık verimi %14,18 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 300 watt güçte en düşük olduğundan 300 watt tercih edilmiştir.



Şekil 5.15. +0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 60 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

+0,045 mm tane boyutunda mikrodalga cihazı ile yapılan deneylerde yüksek oranda konsantre tenörü %33,33, konsantre ürün verimi %85,70, düşük atık tenörü %22,39 ve atık verimi %14,30 elde edildiği için 30 dakika 600 watt optimum değer olarak seçilmiştir.

5.2.2. -0,045 mm tane boyutunda atık barajı numunesi için yapılan deney sonuçları

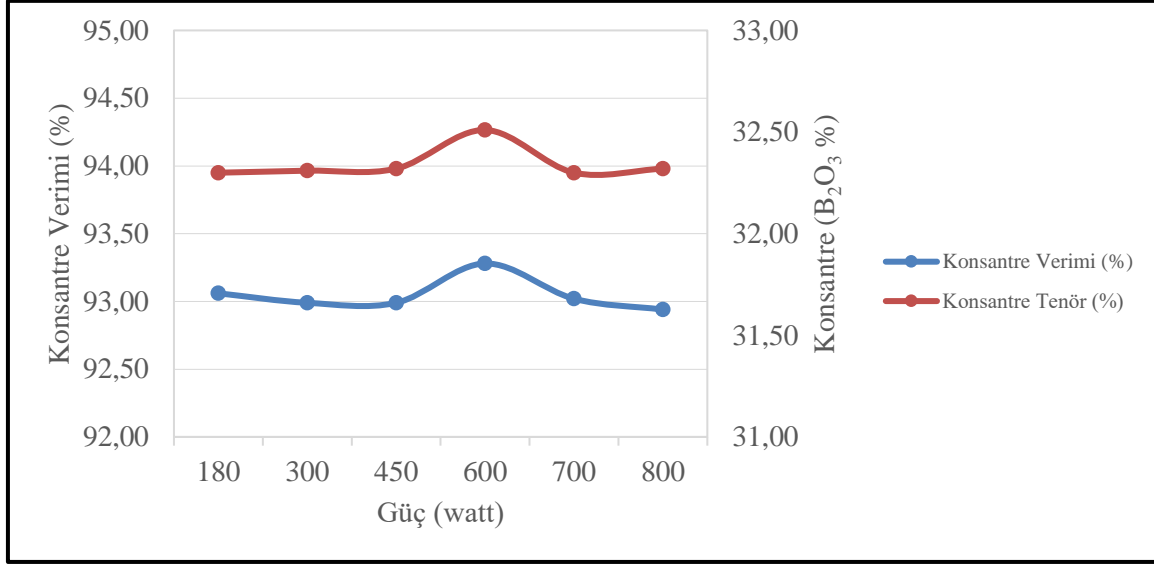
-0,045 mm tane büyüklüğü için elde edilen sonuçlar gösterilmiştir.

Çizelge 5.11. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 10 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	88,75	32,30	93,06
	atık	11,25	27,83	6,94
	besleme	100,00	12,63	100,00
300	konsantre	88,66	32,31	92,99
	atık	11,34	27,87	7,01
	besleme	100,00	12,63	100,00
450	konsantre	88,63	32,32	92,99
	atık	11,37	27,82	7,01
	besleme	100,00	12,63	100,00
600	konsantre	88,39	32,51	93,28
	atık	11,61	26,14	6,73
	besleme	100,00	12,63	100,00
700	konsantre	88,71	32,30	93,02
	atık	11,29	27,94	6,99
	besleme	100,00	12,63	100,00
800	konsantre	88,58	32,32	92,94
	atık	11,42	27,88	7,06
	besleme	100,00	12,63	100,00

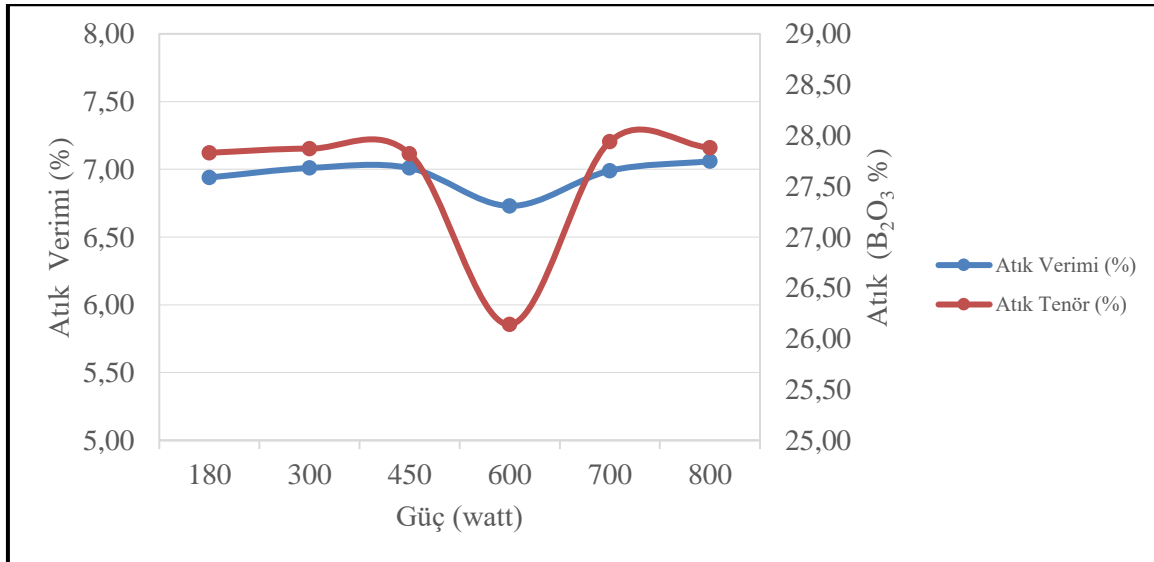
Çizelge 5.11’de –0,045 mm tane büyüklüğündeki Espey atık barajı numunesi 180, 300, 450, 600, 700 ve 800 watt mikrodalga güçlerde 10 dakika boyunca mikrodalga enerjisine maruz bırakıldığında; % verim, % B₂O₃ tenörlü konsantre ürünler ve atıklar elde sağlanmıştır.

Şekil 5.16’da -0,045 mm tane büyüklüğündeki örnek 10 dakika mikrodalga süresi boyunca 600 watt güçte konsantre tenörü %32,51 ve konsantre ürün verimi %93,28 elde edilmiştir. Konsantre tenörü ve konsantre ürün verimi 600 watt güçte en yüksek olduğundan 600 watt tercih edilmiştir.



Şekil 5.16. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 10 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Şekil 5.17'de -0,045 mm tane boyutunda 10 dakika mikrodalga süresi boyunca 600 watt güçte atık tenörü %26,14 ve atık verimi %6,73 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 600 watt güçte en düşük olduğundan 600 watt tercih edilmiştir.

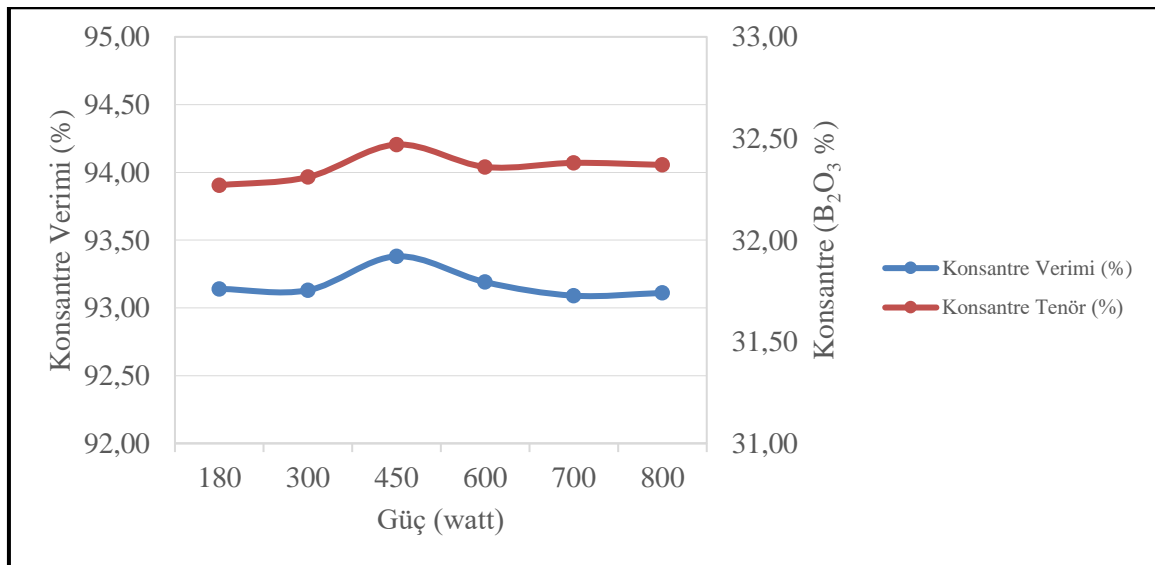


Şekil 5.17. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 10 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Çizelge 5.12. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 20 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

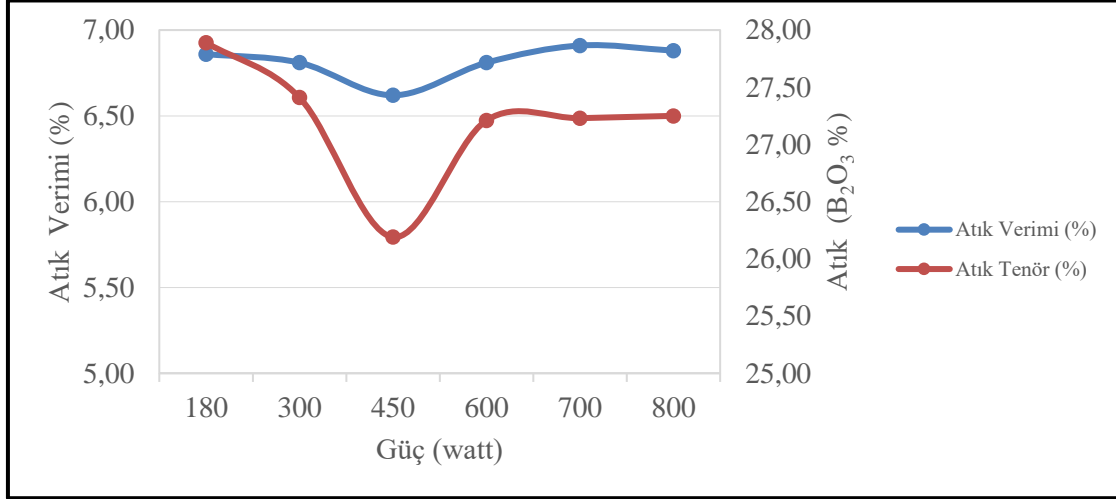
Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	88,91	32,27	93,14
	atık	11,09	27,89	6,86
	besleme	100,00	12,63	100,00
300	konsantre	88,79	32,31	93,13
	atık	11,21	27,41	6,81
	besleme	100,00	12,63	100,00
450	konsantre	88,59	32,47	93,38
	atık	11,41	26,19	6,62
	besleme	100,00	12,63	100,00
600	konsantre	88,71	32,36	93,19
	atık	11,29	27,21	6,81
	besleme	100,00	12,63	100,00
700	konsantre	88,56	32,38	93,09
	atık	11,44	27,23	6,91
	besleme	100,00	12,63	99,99
800	konsantre	88,61	32,37	93,11
	atık	11,39	27,25	6,88
	besleme	100,00	12,63	99,99

Şekil 5.18'de -0,045 mm tane boyutunda 20 dakika mikrodalga süresi boyunca 450 watt güçte konsantre tenörü %32,47 ve konsantre ürün verimi %93,38 elde edilmiştir. Konsantre tenörü ve konsantre ürün verimi 450 watt güçte en yüksek olduğundan 450 watt tercih edilmiştir. 450 wattta konsantre tenörü ve konsantre ürün verimi arttığı için en düşük enerji tasarrufu için tercih edilmiştir.



Şekil 5.18. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 20 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Şekil 5.19'da -0,045 mm tane boyutunda 20 dakika mikrodalga süresi boyunca 450 watt güçte atık tenörü %26,19 ve atık verimi %6,62 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 450 watt güçte en düşük olduğundan 450 watt tercih edilmiştir.



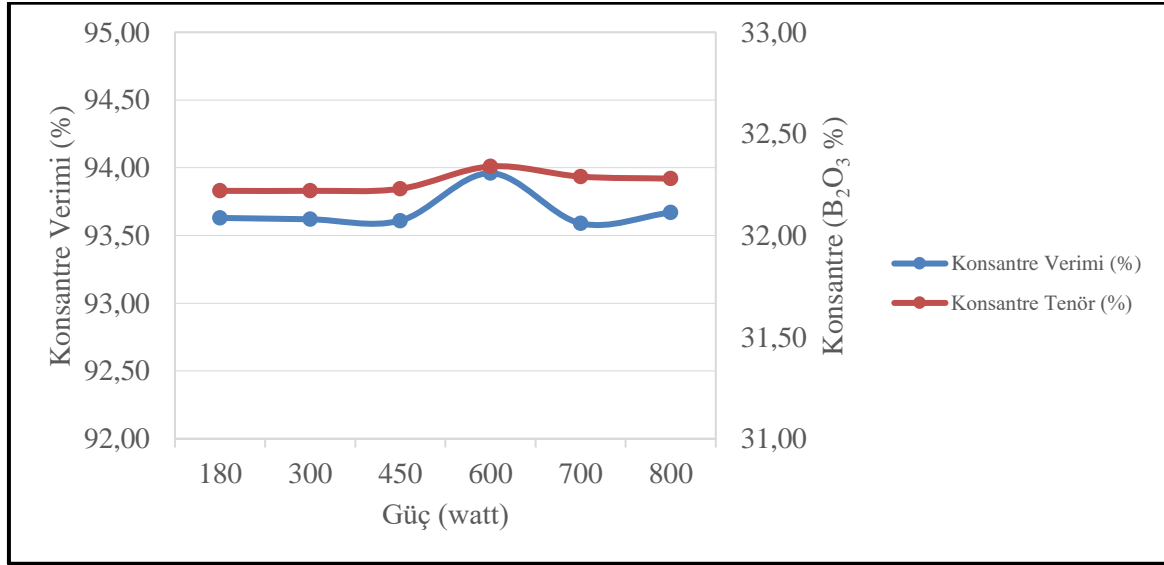
Şekil 5.19. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 20 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Çizelge 5.13'de -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numunesi 180, 300, 450, 600, 700 ve 800 watt mikrodalga güçlerde 30 dakika süresinde mikrodalga cihazı ile zenginleştirildiğinde; % verim, % B₂O₃ tenörlü konsantre ürünler ve atıklar sağlanmıştır.

Çizelge 5.13. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 30 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

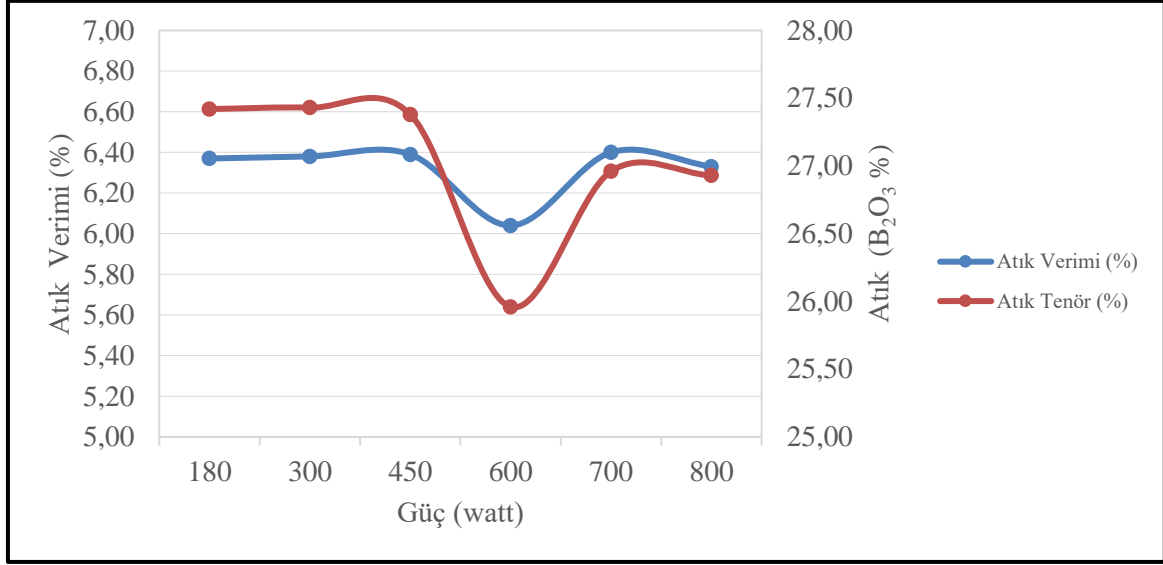
Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	89,52	32,22	93,63
	atık	10,48	27,42	6,37
	besleme	100,00	12,63	100,00
300	konsantre	89,51	32,22	93,62
	atık	10,49	27,43	6,38
	besleme	100,00	12,63	100,00
450	konsantre	89,47	32,23	93,61
	atık	10,53	27,38	6,39
	besleme	100,00	12,63	100,00
600	konsantre	89,50	32,34	93,96
	atık	10,50	25,96	6,04
	besleme	100,00	12,63	100,00
700	konsantre	89,29	32,29	93,59
	atık	10,71	26,98	6,41
	besleme	100,00	12,63	100,00
800	konsantre	89,39	32,28	93,67
	atık	10,61	26,93	6,33
	besleme	100,00	12,63	100,00

Şekil 5.20'de -0,045 mm tane büyüklüğündeki 30 dakika mikrodalga süresi boyunca 600 watt güçte konsantre tenörü %32,34 ve konsantre ürün verimi %93,96 elde edilmiştir. Konsantre tenörü ve konsantre ürün verimi 600 watt güçte en yüksek olduğundan 600 watt tercih edilmiştir.



Şekil 5.20. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 30 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Şekil 5.21'de -0,045 mm tane boyutunda 30 dakika mikrodalga süresi boyunca 600 watt güçte atık tenörü %25,96 ve atık verimi %6,04 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 600 watt güçte en düşük olduğundan 600 watt tercih edilmiştir. 30 dakikada 600 watt %93,96 verim elde edilmiştir.



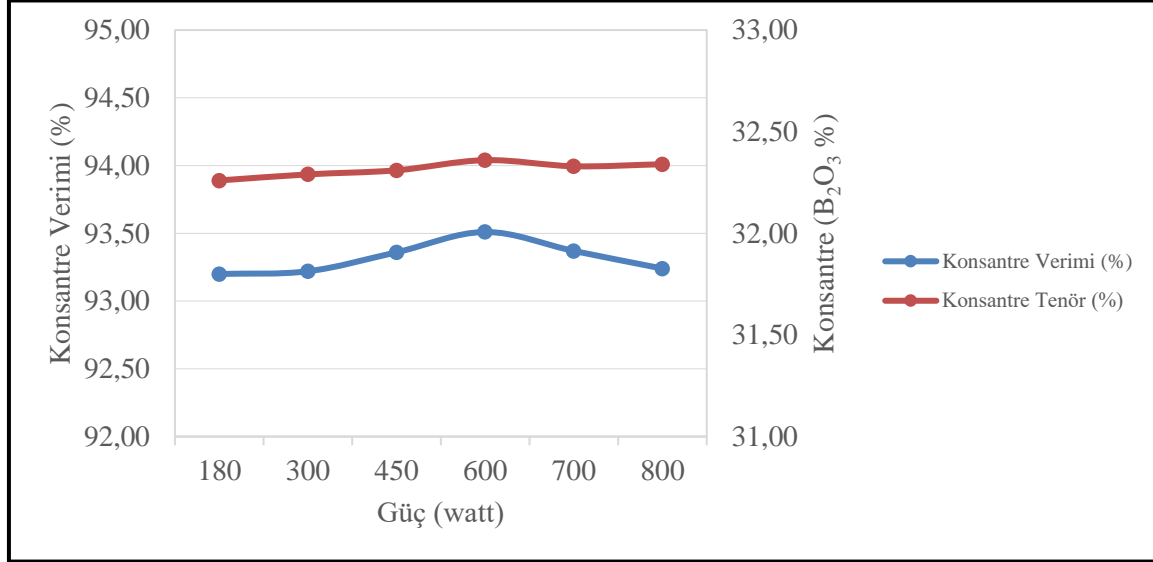
Şekil 5.21. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 30 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Çizelge 5.14'de -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numunesi 180, 300, 450, 600, 700 ve 800 watt mikrodalga güçlerde 40 dakika süresinde mikrodalga cihazı ile zenginleştirildiğinde; % verim, % B₂O₃ tenörlü konsantre ürünler ve atıklar sağlanmıştır.

Çizelge 5.14. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 40 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

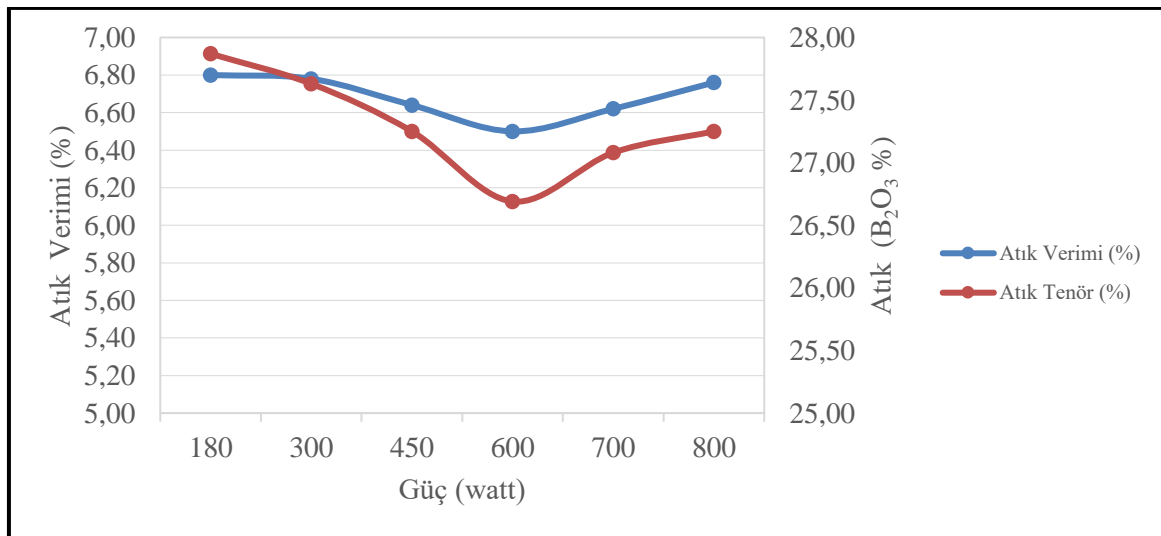
Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	89,00	32,26	93,20
	atık	11,00	27,87	6,80
	besleme	100,00	12,63	100,00
300	konsantre	88,93	32,29	93,22
	atık	11,07	27,63	6,78
	besleme	100,00	12,63	100,00
450	konsantre	89,01	32,31	93,36
	atık	10,99	27,25	6,64
	besleme	100,00	12,63	100,00
600	konsantre	89,02	32,36	93,51
	atık	10,98	26,69	6,50
	besleme	100,00	12,63	100,00
700	konsantre	88,97	32,33	93,37
	atık	11,03	27,08	6,62
	besleme	100,00	12,63	100,00
800	konsantre	88,81	32,34	93,24
	atık	11,19	27,25	6,76
	besleme	100,00	12,63	100,00

Şekil 5.22’de -0,045 mm tane boyutunda 40 dakika sürede 600 watt güçte konsantre tenörü %32,36 ve konsantre ürün verimi %93,51 elde edilmiştir. Konsantre tenörü ve konsantre ürün verimi 600 watt güçte en yüksek olduğundan 600 watt tercih edilmiştir.



Şekil 5.22. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 40 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Şekil 5.23’de -0,045 mm tane boyutunda 40 dakika sürede 600 watt güçte atık tenörü %26,69 ve atık verimi %6,50 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 600 watt güçte en düşük olduğundan 600 watt tercih edilmiştir.



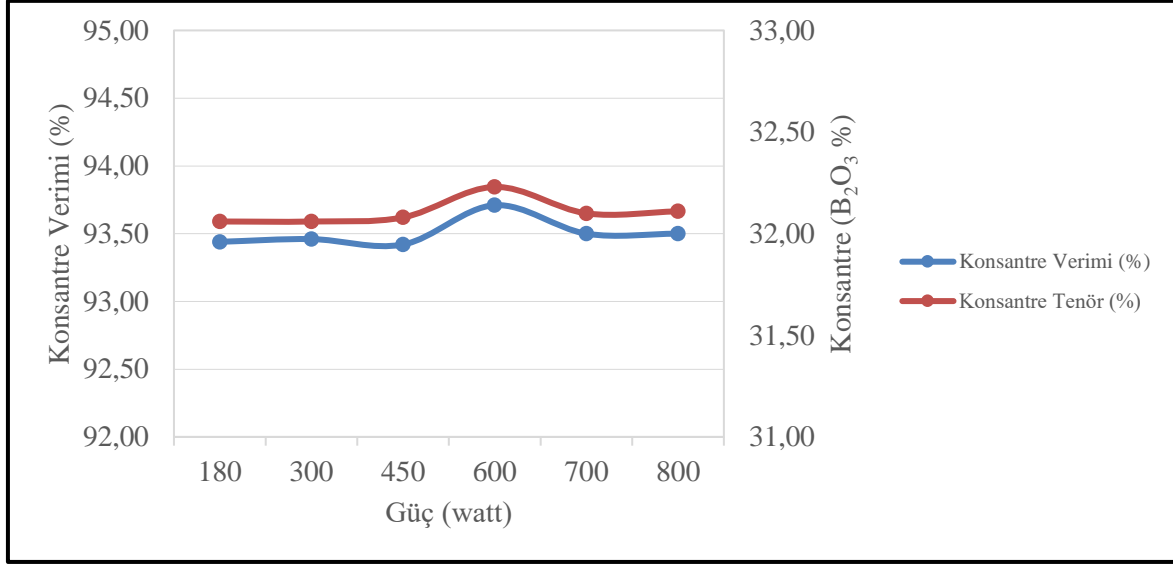
Şekil 5.23. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 40 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Çizelge 5.15’de -0,045 mm tane büyüklüğündeki numune 180, 300, 450, 600, 700 ve 800 watt mikrodalga güçlerde 50 dakika süresinde mikrodalga cihazı ile zenginleştirildiğinde; % verim, % B₂O₃ tenörlü konsantre ürünler ve atıklar elde edilmiştir.

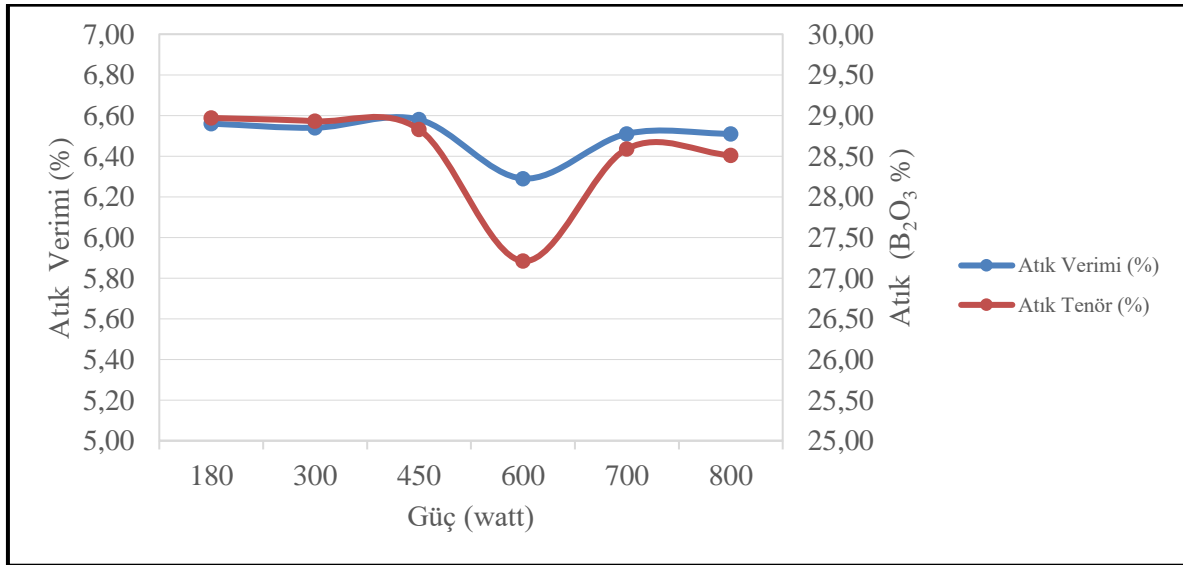
Çizelge 5.15. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 50 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	89,78	32,06	93,44
	atık	10,22	28,97	6,56
	besleme	100,00	12,63	100,00
300	konsantre	89,80	32,06	93,46
	atık	10,20	28,93	6,54
	besleme	100,00	12,63	100,00
450	konsantre	89,71	32,08	93,42
	atık	10,29	28,83	6,58
	besleme	100,00	12,63	100,00
600	konsantre	89,57	32,23	93,71
	atık	10,43	27,21	6,29
	besleme	100,00	12,63	100,00
700	konsantre	89,73	32,10	93,50
	atık	10,27	28,59	6,51
	besleme	100,00	12,63	100,00
800	konsantre	89,70	32,11	93,50
	atık	10,30	28,51	6,51
	besleme	100,00	12,63	100,00

Şekil 5.24’de -0,045 mm tane boyutunda 50 dakika mikrodalga süresi boyunca 600 watt güçte konsantre tenörü %32,23 ve konsantre ürün verimi %93,71 elde edilmiştir. Konsantre tenörü ve konsantre ürün verimi 600 watt güçte en yüksek olduğundan 600 watt tercih edilmiştir.



Şekil 5.24. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 50 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik



Şekil 5.25. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 50 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

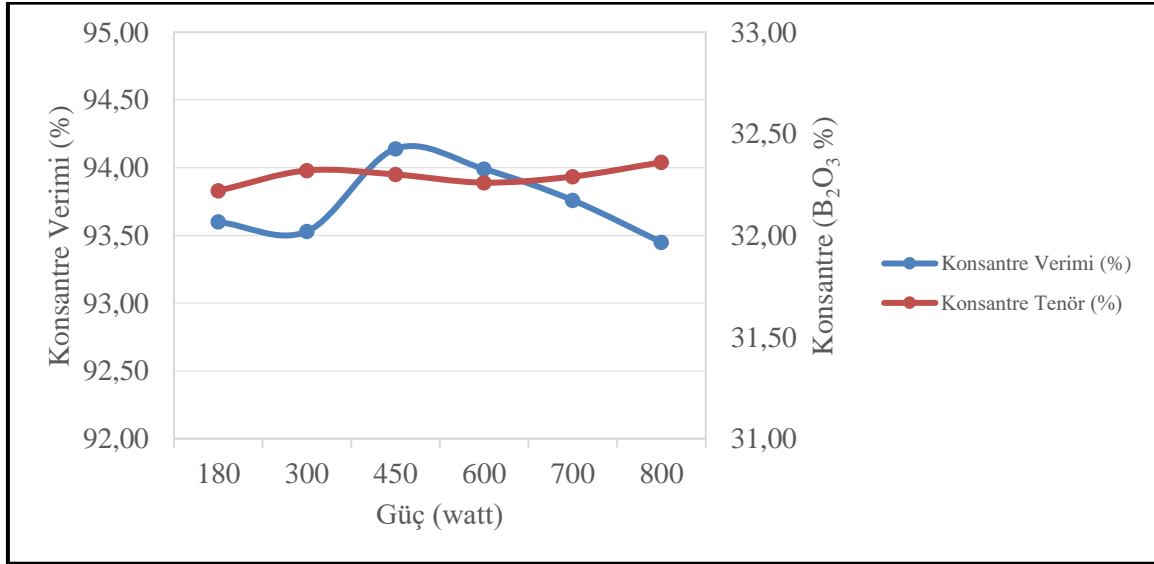
Şekil 5.25'de -0,045 mm tane boyutunda 50 dakika mikrodalga süresi boyunca 600 watt güçte atık tenörü %27,21 ve atık verimi %6,29 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 600 watt güçte en düşük olduğundan 600 watt tercih edilmiştir.

Çizelge 5.16'da 180, 300, 450, 600, 700 ve 800 watt mikrodalga güçlerde 60 dakika için % verim, % B₂O₃ tenörlü konsantre ürünler ve atıklar elde edilmiştir.

Çizelge 5.16. -0,045 mm tane büyüklüğündeki atık numune için 60 dakika süre ile mikrodalga cihazında gerçekleştirilen deney sonucu

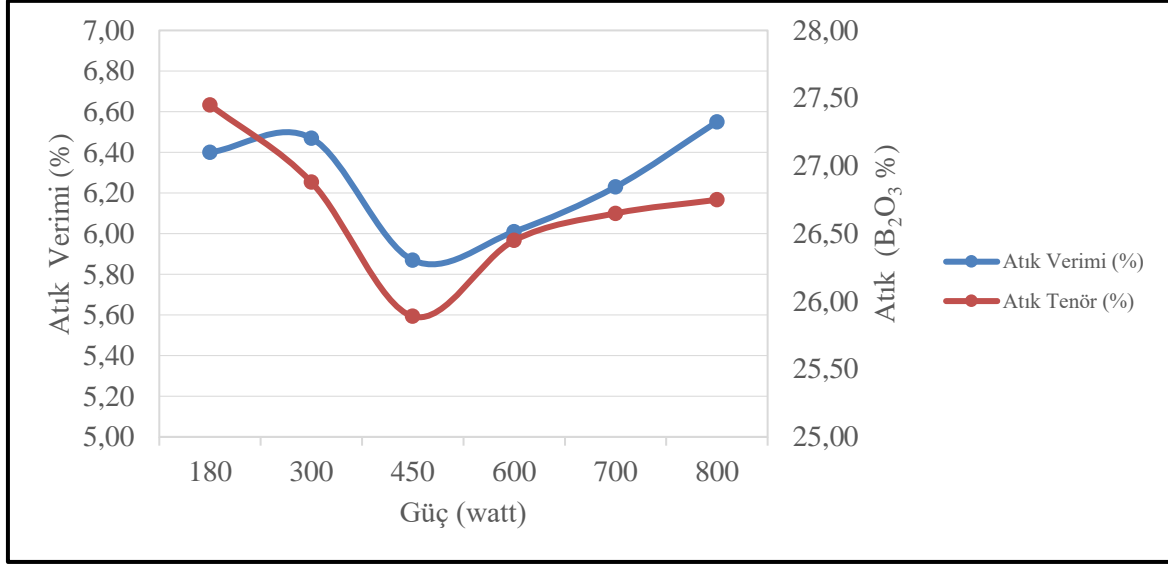
Güç	Ürünler	Ağırlık (%)	B ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
180	konsantre	89,49	32,22	93,60
	atık	10,51	27,45	6,40
	besleme	100,00	12,63	100,00
300	konsantre	89,15	32,32	93,53
	atık	10,85	26,88	6,47
	besleme	100,00	12,63	100,00
450	konsantre	89,78	32,30	94,14
	atık	10,22	25,89	5,87
	besleme	100,00	12,63	100,00
600	konsantre	89,75	32,26	93,99
	atık	10,25	26,45	6,01
	besleme	100,00	12,63	100,00
700	konsantre	89,45	32,29	93,76
	atık	10,55	26,65	6,23
	besleme	100,00	12,63	100,00
800	konsantre	88,96	32,36	93,45
	atık	11,04	26,75	6,55
	besleme	100,00	12,63	100,00

Şekil 5.26'da yüksek oranda elde edilen konsantre tenörü %32,30 ve en yüksek konsantre ürün verimi %94,14 ile 450 watt güçte elde edilmiştir.



Şekil 5.26. -0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 60 dakika için gücün konsantre verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

Şekil 5.27'de -0,045 mm tane boyutunda 60 dakika mikrodalga süresi boyunca 450 watt güçte atık tenörü %25,89 ve atık verimi %5,87 elde edilmiştir. Atık tenörü ve atık verimi 450 watt güçte en düşük olduğundan 450 watt tercih edilmiştir.



Şekil 5.27. - 0,045 mm tane boyutunda atık numunenin 60 dakika için gücün atık verimi ve tenörüne etkisini gösteren grafik

-0,045 mm tane boyutunda mikrodalga cihazı ile yapılan deneylerde yüksek oranda konsantre tenörü %32,34 ve konsantre ürün verimi %93,96, düşük atık tenörü %25,96 ve atık verimi %6,04 elde edildiği için 30 dakika 600 watt optimum değer olarak seçilmiştir.

Sonuç olarak Mikrodalga cihazı ile gerçekleştirilen +0,045 ve -0,045 mm tane boyutlarındaki atık numunesi zenginleştirme deneylerinde 30 dakika 600 watt optimum değer olarak seçilmiştir.

5.3. Deney Tasarımı ve Merkezi Kompozit Tasarımı

Tüm araştırmalar Cevap Yüzey Yenileme (CYY), Merkezi Kompozit Tasarımı (MKT)'ye göre yapıldı. Tasarım yazılımı Dizayn Expert 12 kullanılarak B_2O_3 'ün mikrodalga ile zenginleştirilmesi işleminde toplanan tüm deneysel veriler incelenmiştir. Ek 3'de +0,045 mm ve -0,045 mm tane boyutlarındaki atık numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 dakika boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 watt mikrodalga güçlerinde konsantre ve atık ürünlerin tenör ve verim değerleri bulunması grafiklerde gösterilmiştir. Deney tasarımında, +0,045 mm ve -0,045 mm tane boyutları için konsantre ve atık numunede olmak üzere, konsantre B_2O_3 tenörü, konsantre ürün verimi, atık B_2O_3 tenörü ve atık verimi olmak üzere toplam 8 yanıtın, 2 bağımsız değişken sırasıyla konsantrenin mikrodalgada kalma süresi (X_1) ve mikrodalga gücü (X_2) ile arasındaki ilişkiyi bulmada bir merkezi kompozit tasarım seçilmiştir. Çalışılan sekiz yanıt Y_1 : +0,045 mm tane boyutunda konsantre B_2O_3 tenörü, Y_2 :

+0,045 mm tane boyutunda konsantre ürün verimi, Y_3 : +0,045 mm tane boyutunda atık tenörü ve Y_4 : +0,045 mm tane boyutunda atık verimi, Y_5 : -0,045 mm tane boyutunda konsantre B_2O_3 tenörü ve Y_6 : -0,045 mm tane boyutunda konsantre ürün verimi Y_7 : -0,045 mm tane boyutunda atık tenörü ve Y_8 : -0,045 mm tane boyutunda atık verimidir. Çizelge 5.17-5.31’de gösterildiği gibi faktör sayısı $k=2$ ’dir ve her faktör 5 seviyeye yükseltilmiştir. Toplam deney sayısı $2^k + 2k + n_0$ denklemine göre matris $2^2 = 4$ faktöriyel deney + $2 \times 2 = 4$ aksenal + $n_0 = 5$ merkezi noktadan oluşan toplam deney sayısı 13 olarak hesaplanmıştır. Bağımlı değişken ile bağımsız değişken arasındaki deneysel verilerin 2.dereceden bir polinom regresyon modeline uydurulması ile belirlenmiştir. Aşağıdaki yanıt yüzey analizi kullanılarak oluşturulan 2.dereceden polinom regresyon modeli $Y_1, Y_2, Y_3, Y_4, Y_5, Y_6, Y_7, Y_8$ için bulunmuştur.

5.3.1. İkinci derece regresyon modellerinin uygunluğu

Deneysel parametreler cevap yüzey yöntemiyle birlikte merkezi kompozit tasarımı kullanılarak başarı ile optimize edilmiştir. Bu deney tasarımı kolemanit atığını mikrodalgada kalma süresi ve mikrodalga gücü parametrelerinin doğrusal, etkileşim ve ikinci dereceden etkilerinin B_2O_3 en yüksek zenginleştirme verimini bulan kombinasyonuna dayalı olarak optimize edilmiştir. Çoklu belirleme katsayıları incelenerek ve varyans analizleri yapılarak ikinci dereceden polinom modeline deneysel verilerin uygunluğu ve türetilen denklemin yanıtlardaki değişkenliği açıklayıp açıklamayacağını görmek için değerlendirilmiştir. Analitik gücü değerlendirmek için tek yönlü varyans analizi (ANOVA) testi kullanılmıştır. F testi ve p testi kullanılarak katsayıların anlamlılığı %95 güven düzeyinde ölçülmüştür [45]. F değeri artarken p değeri azalır bu tahmin edilen modelin önemini gösterir [46]. Önemli olarak p değerleri $< 0,05 < 0,01$ ve $< 0,0001$ olduğunda model terimleri sırasıyla anlamlı, son derece anlamlı ve etkileyici bir şekilde anlamlı olduğunu göstermektedir.

+0,045 mm tane boyutunda atık numuneden elde edilen konsantre B_2O_3 tenörü (Y_1)

Y konsantre tenör değerinin 2.dereceden regrasyon modeli:

$$Y_1 = 33,28 + 0,4251X_1 + 0,0468X_2 - 0,0625X_1X_2 - 0,3075X_1^2 - 0,1550X_2^2$$

$$(R^2 = 0,9601) \quad (5.1)$$

Kodlaşmış model:

$$Y_{model} = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_1X_2 + b_4X_1^2 + b_5X_2^2 \quad (5.2)$$

y değerinin gerçek değerlere göre regresyon modeli Eş. 5.4 hesaplanmıştır.

$$y = 33,28 + 0,4251 \left(\frac{\xi_1 - \xi_1^0}{\Delta\xi_1} \right) + 0,0468 \left(\frac{\xi_2 - \xi_2^0}{\Delta\xi_2} \right) - 0,0625 \left(\frac{\xi_1 - \xi_1^0}{\Delta\xi_1} \right) \left(\frac{\xi_2 - \xi_2^0}{\Delta\xi_2} \right) - 0,3075 \left(\frac{\xi_1 - \xi_1^0}{\Delta\xi_1} \right)^2 - 0,1550 \left(\frac{\xi_2 - \xi_2^0}{\Delta\xi_2} \right)^2 \quad (5.3)$$

$$y = 33,28 + 0,4251 \left(\frac{\xi_1 - 35}{25} \right) + 0,0468 \left(\frac{\xi_2 - 490}{310} \right) - 0,0625 \left(\frac{\xi_1 - 35}{25} \right) \left(\frac{\xi_2 - 490}{310} \right) - 0,3075 \left(\frac{\xi_1 - 35}{25} \right)^2 - 0,1550 \left(\frac{\xi_2 - 490}{310} \right)^2 \quad (5.4)$$

Eş. 5.1'e göre mikrodalgada kalma süresi (X_1), karesel terim X_1^2 ve mikrodalga gücünün karesi (X_2^2), katkısının önemi p değerleri $<0,05$ 'den olduğu Çizelge 5.18'de de görülmektedir. Tek başına değişken X_2 mikrodalga gücü anlamlı değildir. Regresyon katsayısı R^2 0,9601 olarak bulunmuştur. Bulunan modelden elde edilen yanıt değerlerinin anlamlı ve yüksek oranda deneysel verilerle uyumlu olduğunu göstermektedir. R^2 1'e yakın olduğunda deneysel ve tahmin edilen değerler arasında iyi bir uyum olduğunu gösterir [39]. Benzer şekilde modellerin uyumu düzeltilmiş belirleme katsayısı ($R_{adjusted}^2$) 0,9316 olarak bulunmuştur. Bir modelin çok iyi uygun olduğu bu katsayıyla onaylanır ve korelasyon veya otokorelasyon arasındaki hataların olup olmadığı da Durbin Watson istatistiği ile belirlenir. Bu durumda düzeltilmiş belirleme katsayısının değeri kabul edilebilirdir.

Çizelge 5.18 +0,045 mm tane boyutunda konsantre B_2O_3 tenörü için varyans analizini (ANOVA) özetlemektedir. Fisher'in F-testi, ana faktörlerin ve bunların etkileşimlerini gösteren yanıtlar üzerindeki etkilerini incelemek için bu analizi gerçekleştirir. %95 güven düzeyi için p değerleri ne kadar küçükse ($<0,05$), F istatistik oranı ne kadar büyükse karşılık gelen katsayı terimi de o kadar önemlidir. İncelenen faktörlerin tüm doğrusal ve etkileşim etkileri için F istatistik oranı p değeri Çizelge 5.18'de de görüldüğü gibidir. F değerinin 1,32 ve 1,18'e sahip olduğu sırasıyla X_2 , X_1X_2 mikrodalga gücünün ve mikrodalga gücü ile mikrodalgada kalma süresinin etkileşimi model için önemsizdir. Şekil 5.28.(a)'da gözlenen ile tahmin edilen değerler arasındaki korelasyonu +0,045 mm tane boyutunda konsantre

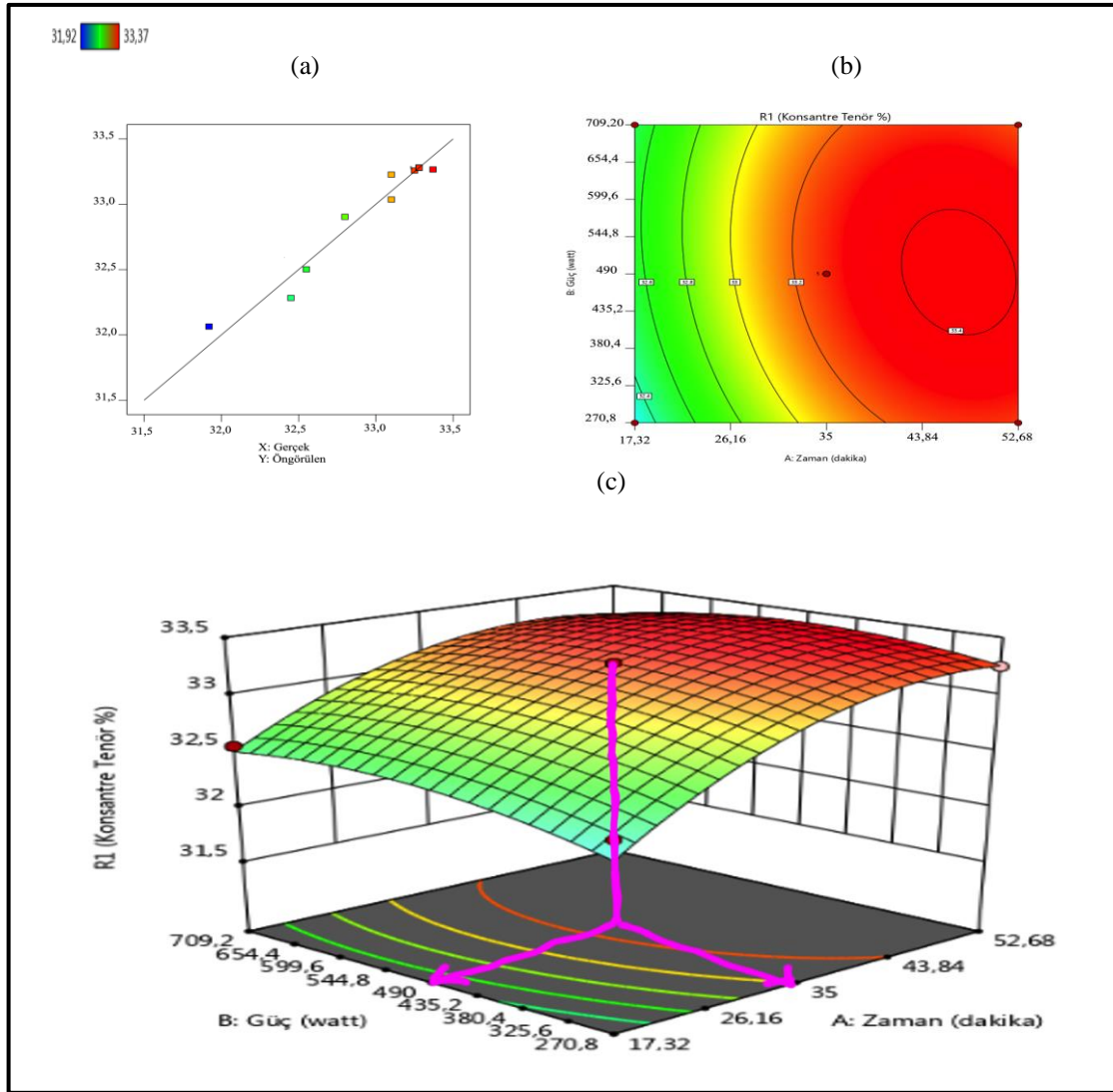
B₂O₃ tenörü için verilmektedir. Şekil 5.28.(a)'da Y₁ için gözlenen ile deneysel verileri arasındaki korelasyonun çok iyi olduğunu göstermektedir. Bu grafikler hizalaması düz çizgiye yakın olan nokta bulutları ile karakterize edilir. Buda, modelin yanıt için yeterli olduğunu gösterir. Şekil 5.28.(b)'de kırmızı bölgedeki kırmızı noktadan x eksenine dik açı çizildiğinde apsisde 35 dakika, y eksenine dik açı çizildiğinde ordinatta 490 watt değerleri okunmaktadır. Şekil 5.28.(c) grafiğinde ise maksimum konsantre tenör konkav yüzeyin maksimumdan geçen noktadan aşağı doğru dik inildiğinde bu noktadan zaman ve güç eksenlerine dik açı çizildiğinde 35 dakika ve 490 watt değerleri okunmaktadır. Şekil 5.28.(b) ve 5.28.(c) kontur ve yüzey grafiklerinden +0,045 mm tane boyutunda maksimum konsantre B₂O₃ tenörü (Y₁) 33,4'e karşılık gelen optimum mikrodalga cihazında kalma süresi (X_{1opt}) 35 dakika ve 490 watt (X_{2opt}) mikrodalga gücüne karşılık geldiği görülmektedir. Dizayn Expert 12 programında bu grafiklerden faydalanılarak optimum noktalar bulunmuştur. Mikrodalga süresi için kodlaşmış değerlerin örnek hesaplaması Ek 2'de gösterilmiştir.

Çizelge 5.17. +0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı konsantre tenör değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı

Deney Sayısı	Faktör 1: X ₁ A: Zaman dakika	Faktör 2: X ₂ B: Güç watt	Gerçek t, dakika t, ξ ₁	Gerçek E, watt E, ξ ₂	Cevap1: Konsantre Tenör R ₁ (%) Y
1	0	0	35	490	33,28
2	-1	-1	17,32	270,80	32,45
3	-1,41421	0	10	490	31,92
4	1,41421	0	60	490	33,37
5	1	-1	52,68	270,80	33,25
6	0	1,41421	35	800	33,10
7	0	0	35	490	33,28
8	0	-1,41421	35	180	32,80
9	0	0	35	490	33,28
10	-1	1	17,32	709,20	32,55
11	1	1	52,68	709,20	33,10
12	0	0	35	490	33,28
13	0	0	35	490	33,28

Çizelge 5.18. +0,045 mm tane boyutunda konsantre tenör için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	2,23	5	0,4460	33,69	< 0,0001
x_1	1,45	1	1,45	109,19	< 0,0001
x_2	0,0175	1	0,0175	1,32	0,2879
x_1x_2	0,0156	1	0,0156	1,18	0,3133
x_1^2	0,6578	1	0,6578	49,69	0,0002
x_2^2	0,1671	1	0,1671	12,62	0,0093



Şekil 5.28. +0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın konsantre tenörüne etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri

+0,045 mm tane boyutunda atık numuneden elde edilen konsantre ürün verimi (Y_2)

$$Y_2 = 85.58 + 0.9204X_1 + 0.1673X_2 - 0.1250X_1X_2 - 0.7812X_1^2 - 0.4512X_2^2$$

$$(R^2 = 0.8810) \quad (5.5)$$

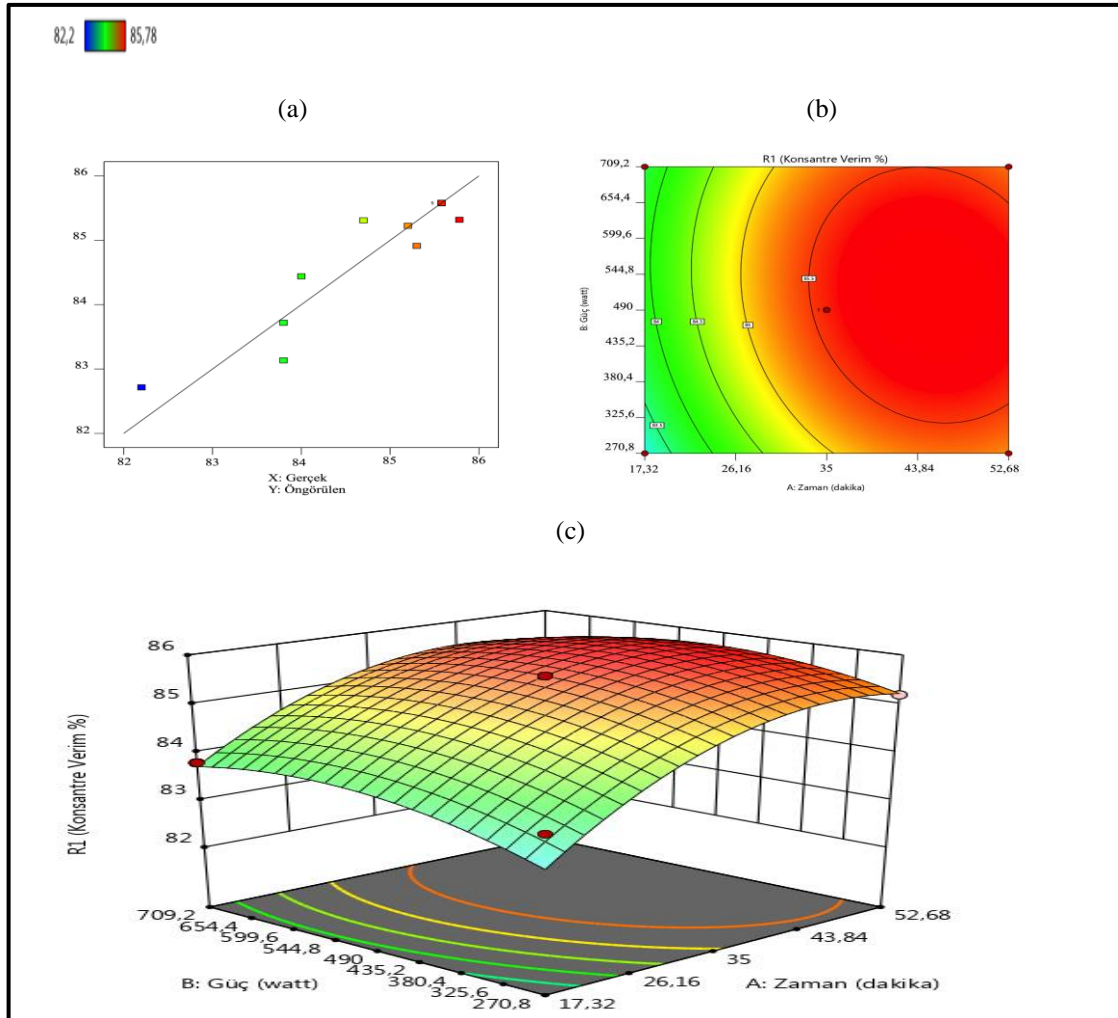
Çizelge 5.20'deki RSM tasarımının istatistiksel analizine ve model denklemlerine dayanarak konsantre verimi doğrusal terimleri X_1 : mikrodalgada kalma süresi, sırasıyla X_1^2 , X_2^2 : mikrodalgada kalma süresinin ve mikrodalga gücünün ikinci dereceden terimleri her verim üzerinde önemli etkilere sahiptir. Ek olarak mikrodalgada kalma süresi ($p < 0,05$) olduğundan önemli ölçüde etkilemiştir. Y_1 'deki gibi aynı terimlerin (X_2 , X_1X_2) uyum eksikliği için karşıt gelen p değerleri ise sırasıyla 0,3613, 0,6218'dir. Çizelge 5.20'de görülmektedir. Eş. 5.5 için R^2 0,8810 bulunmuştur. ($R^2 \gg 0.7$) regresyon katsayısının yüksek değeri iyi bir uyumu olduğunu Şekil 5.29.(a) göstermektedir. +0,045 mm tane boyutunda atık numuneden elde edilen maksimum konsantre verimi (Y_2) 85,5 dir. Şekil 5.29.(b) ve 5.29.(c)'deki grafiklerden Y_2 'nin bu değerine karşılık gelen optimum değerler, maksimum konsantre B_2O_3 oranı (Y_1) için bulunan optimum değerler ile aynı bulunmuştur.

Çizelge 5.19. +0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı konsantre verim değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı

Deney Sayısı	Faktör 1: X_1 A: Zaman dakika	Faktör 2: X_2 B: Güç watt	Gerçek t, dakika t, ξ_1	Gerçek E, watt E, ξ_2	Cevap1: Konsantre Verim R_1 (%) Y
1	0	0	35	490	85,58
2	-1	-1	17,32	270,80	83,80
3	-1,41421	0	10	490	82,20
4	1,41421	0	60	490	85,78
5	1	-1	52,68	270,80	85,20
6	0	1,41421	35	800	85,30
7	0	0	35	490	85,58
8	0	-1,41421	35	180	84,00
9	0	0	35	490	85,58
10	-1	1	17,32	709,20	83,80
11	1	1	52,68	709,20	84,70
12	0	0	35	490	85,58
13	0	0	35	490	85,58

Çizelge 5.20. +0,045 mm tane boyutunda konsantre verim için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	12,17	5	2,43	10,37	0,0039
x_1	6,78	1	6,78	28,86	0,0010
x_2	0,2239	1	0,2239	0,9536	0,3613
x_1x_2	0,0625	1	0,0625	0,2662	0,6218
x_1^2	4,25	1	4,25	18,08	0,0038
x_2^2	1,42	1	1,42	6,03	0,0437



Şekil 5.29. +0.045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın konsantre verimine etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri

+0.045 mm tane boyutunda atık B₂O₃ tenörü (Y₃)

$$Y_3 = 22.80 - 1.52X_1 - 0.0104X_2 + 0.3000X_1X_2 + 1.08X_1^2 + 0.4731X_2^2 \quad (R^2 = 0.9332) \quad (5.6)$$

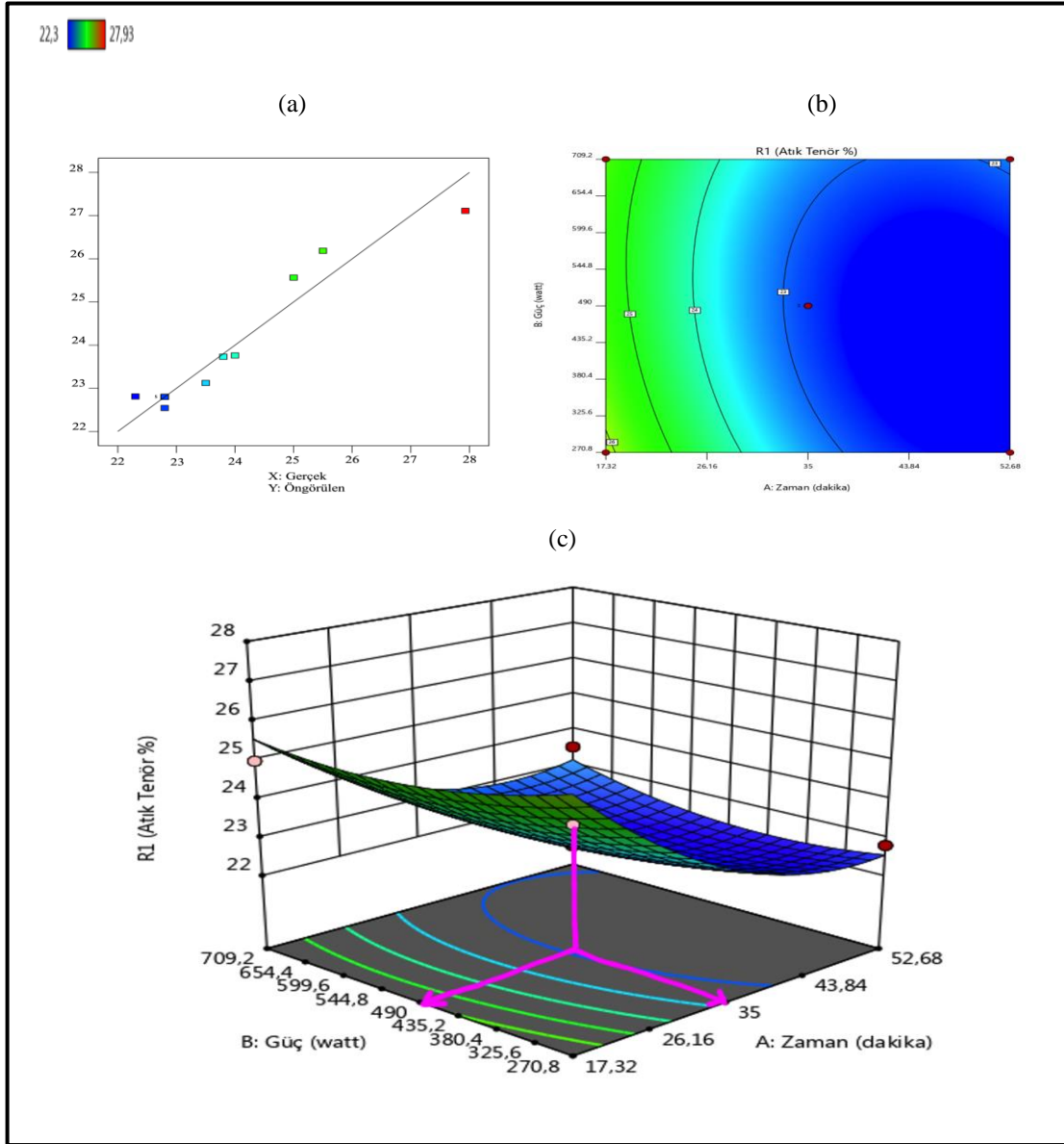
Eş. 5.6 için regresyon katsayısı R² 0,9332 bulunmuştur. R²'nin 1'e daha yakın değeri olması regresyonun çok iyi olduğunu ifade etmektedir. +0,045 mm tane boyutunda atıkta bulunan B₂O₃ tenörü (Y₃)'ü ifade eden model denklemde yine aynı terimler (X₂, X₁X₂) önemsizdir. Bunu bu terimler için Çizelge 5.22'deki p değerlerine bakarak 0,05'den büyük olmasından anlayabiliriz. Sırasıyla 0,9577 ve 0,2973'dür. F testi değerleri de bu terimler için F_{kritik} 3,69 değerinden küçük kalmaktadır. Sırasıyla 0,0030, 1,27'dir. Model mikrodalgada kalma süresi X₁ ve onun karesi X₁², mikrodalga gücünün karesi X₂² olarak daha yalın ifade edilebilir. Modelin uyumluluğu Şekil 5.30.(a)'de verilerin doğru üzerindeki yakın dağılımından anlaşılmaktadır. Şekil 5.30.(b) ve 5.30.(c)'de sırasıyla kontür ve yüzey grafiklerinden atıktaki minimum B₂O₃ tenörü 23 olarak okunmaktadır. Şekil 5.30.(b)'de koyu mavi bölgedeki kırmızı noktadan x eksenine dik açı çizildiğinde apsisde 35 dakika, y eksenine dik açı çizildiğinde ordinatta 490 watt değerleri okunmaktadır. Şekil 5.30.(c) grafiğinde ise minimum atık tenörü konveks yüzeyin minimumdan geçen noktadan aşağı doğru dik inildiğinde bu noktadan zaman ve güç eksenlerine dik açı çizildiğinde 35 dakika ve 490 watt değerleri okunmaktadır. Bu değer için optimum değerler X₁ ve X₂ sırasıyla 35 dakika ve 490 watttır.

Çizelge 5.21. +0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı atık tenör değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı

Deney Sayısı	Faktör 1: X_1 A: Zaman dakika	Faktör 2: X_2 B:Güç watt	Gerçek t, dakika t, ξ_1	Gerçek E, watt E, ξ_2	Cevap 1: Atık Tenör R_1 (%) Y
1	0	0	35	490	22,80
2	-1	-1	17,32	270,80	25,50
3	-1,41421	0	10	490	27,93
4	1,41421	0	60	490	22,30
5	1	-1	52,68	270,80	22,80
6	0	1,41421	35	800	23,80
7	0	0	35	490	22,80
8	0	-1,41421	35	180	24,00
9	0	0	35	490	22,80
10	-1	1	17,32	709,20	25,00
11	1	1	52,68	709,20	23,50
12	0	0	35	490	22,80
13	0	0	35	490	22,80

Çizelge 5.22. +0,045 mm tane boyutunda atık tenör için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	27,75	5	5,55	19,55	0,0006
x_1	18,49	1	18,49	65,12	< 0,0001
x_2	0,0009	1	0,0009	0,0030	0,9577
x_1x_2	0,3600	1	0,3600	1,27	0,2973
x_1^2	8,12	1	8,12	28,61	0,0011
x_2^2	1,56	1	1,56	5,48	0,0517



Şekil 5.30. +0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın atık tenörüne etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri

+0.045 mm tane boyutunda atık numuneden elde edilen atık verimi (Y_4)

$$Y_4 = 14.60 - 0.8604X_1 - 0.0816X_2 + 0.0550X_1X_2 + 0.6325X_1^2 + 0.3875X_2^2$$

$$(R^2 = 0.8245) \quad (5.7)$$

Atık numunede konsantre verimini mikrodalgada kalma süresi (X_1) ve mikrodalga gücü (X_2)'ye bağlayan 2. dereceden model Eş. 5.7 ile verilmiştir. Bu modelin uyumluluğu R^2 0,8245 bulunmuştur. Model katsayılarının ANOVA analizine göre geçerliliği Çizelge 5.24'de sunulmuştur. Bu tabloya göre yine doğrusal etki olarak tek başına X_1 'in etkisi,

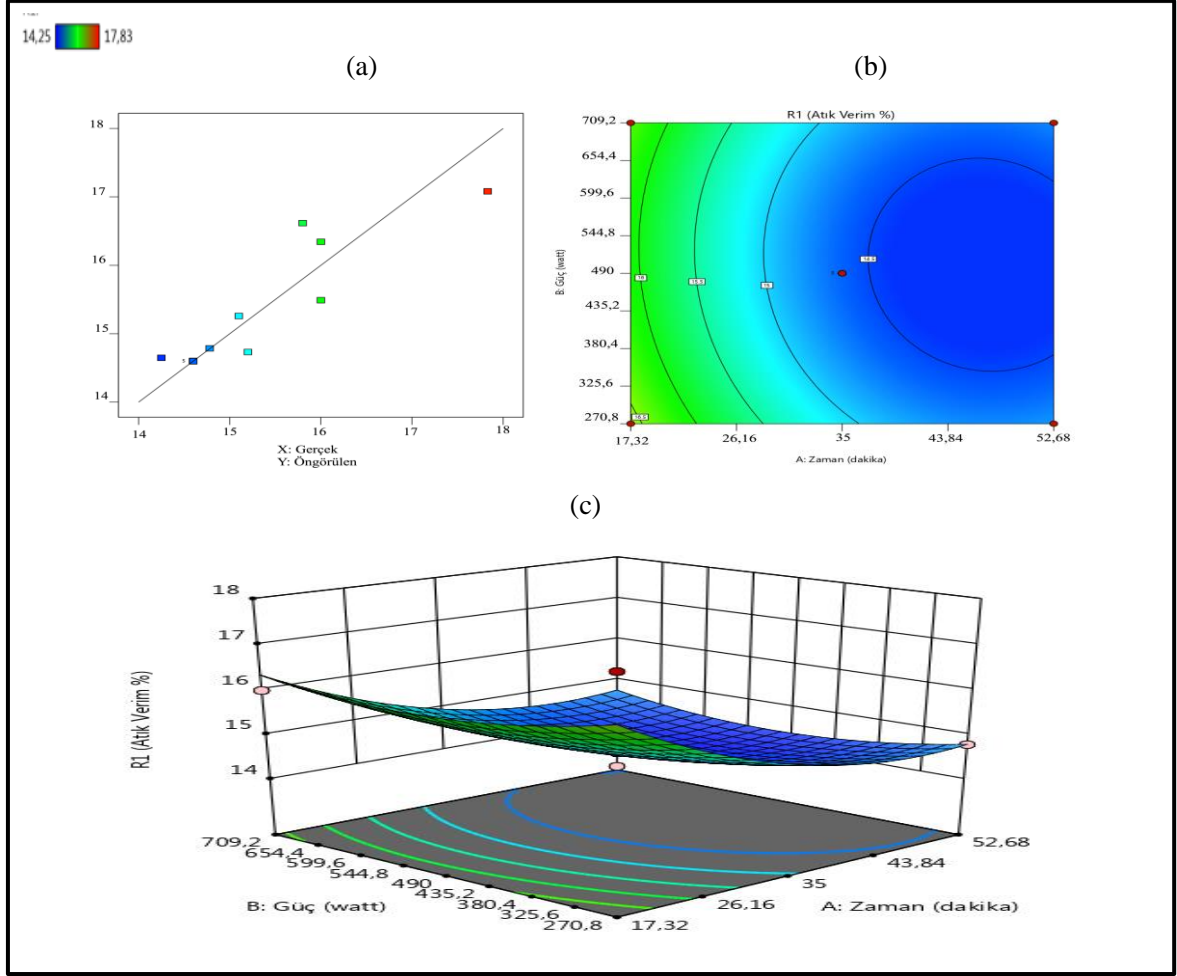
X_1X_2 'nin birbirini etkilediği etkileşim teriminin p değerlerinin 0,05'den küçük bulunmasıyla önemsiz oldukları kanıtlanmıştır. Şekil 5.31.(a) modelin deneysel verilerle uyumluluğunu göstermektedir. Şekil 5.31.(b) ve 5.31.(c)'de yüzeyin minimum değerine yani 14,5'i karşılayan optimum değerler 35 dakika kalma süresi ile yine 490 watt mikrodalga gücüdür.

Çizelge 5.23. +0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı atık verim değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı

Deney Sayısı	Faktör 1: X_1 A: Zaman dakika	Faktör 2: X_2 B:Güç watt	Gerçek t, dakika t, ξ_1	Gerçek E, watt E, ξ_2	Cevap 1: Atık Verim R_1 (%) Y
1	0	0	35	490	14,60
2	-1	-1	17,32	270,80	15,80
3	-1,41421	0	10	490	17,83
4	1,41421	0	60	490	14,25
5	1	-1	52,68	270,80	14,78
6	0	1,41421	35	800	15,10
7	0	0	35	490	14,60
8	0	-1,41421	35	180	16,00
9	0	0	35	490	14,60
10	-1	1	17,32	709,20	16,00
11	1	1	52,68	709,20	15,20
12	0	0	35	490	14,60
13	0	0	35	490	14,60

Çizelge 5.24. +0,045 mm tane boyutunda atık verim için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	9,43	5	1,89	6,58	0,0141
x_1	5,92	1	5,92	20,65	0,0027
x_2	0,0533	1	0,0533	0,1858	0,6794
x_1x_2	0,0121	1	0,0121	0,0422	0,8431
x_1^2	2,78	1	2,78	9,70	0,0170
x_2^2	1,04	1	1,04	3,64	0,0980



Şekil 5.31. +0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın atık verimine etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri

-0.045 mm tane boyutunda B_2O_3 'ün konsantre ve atıkta olmak üzere tenör, verim modelleri (Y_5, Y_6, Y_7, Y_8)

$$Y_5 = 32.31 - 0.0714X_1 + 0.0331X_2 + 0.0150X_1X_2 + 0.0213X_1^2 - 0.0387X_2^2 \quad (R^2 = 0.8381) \quad (5.8)$$

$$Y_6 = 93.80 + 0.3576X_1 + 0.0027X_2 + 0.0950X_1X_2 - 0.1412X_1^2 - 0.2262X_2^2 \quad (R^2 = 0.8074) \quad (5.9)$$

$$Y_7 = 26.60 - 0.2798X_1 - 0.2384X_2 - 0.2000X_1X_2 + 0.1875X_1^2 + 0.4875X_2^2 \quad (R^2 = 0.7259) \quad (5.10)$$

$$Y_8 = 6.35 - 0.3069X_1 - 0.0175X_2 - 0.0425X_1X_2 + 0.0438X_1^2 + 0.2012X_2^2 \quad (R^2 = 0.8825) \quad (5.11)$$

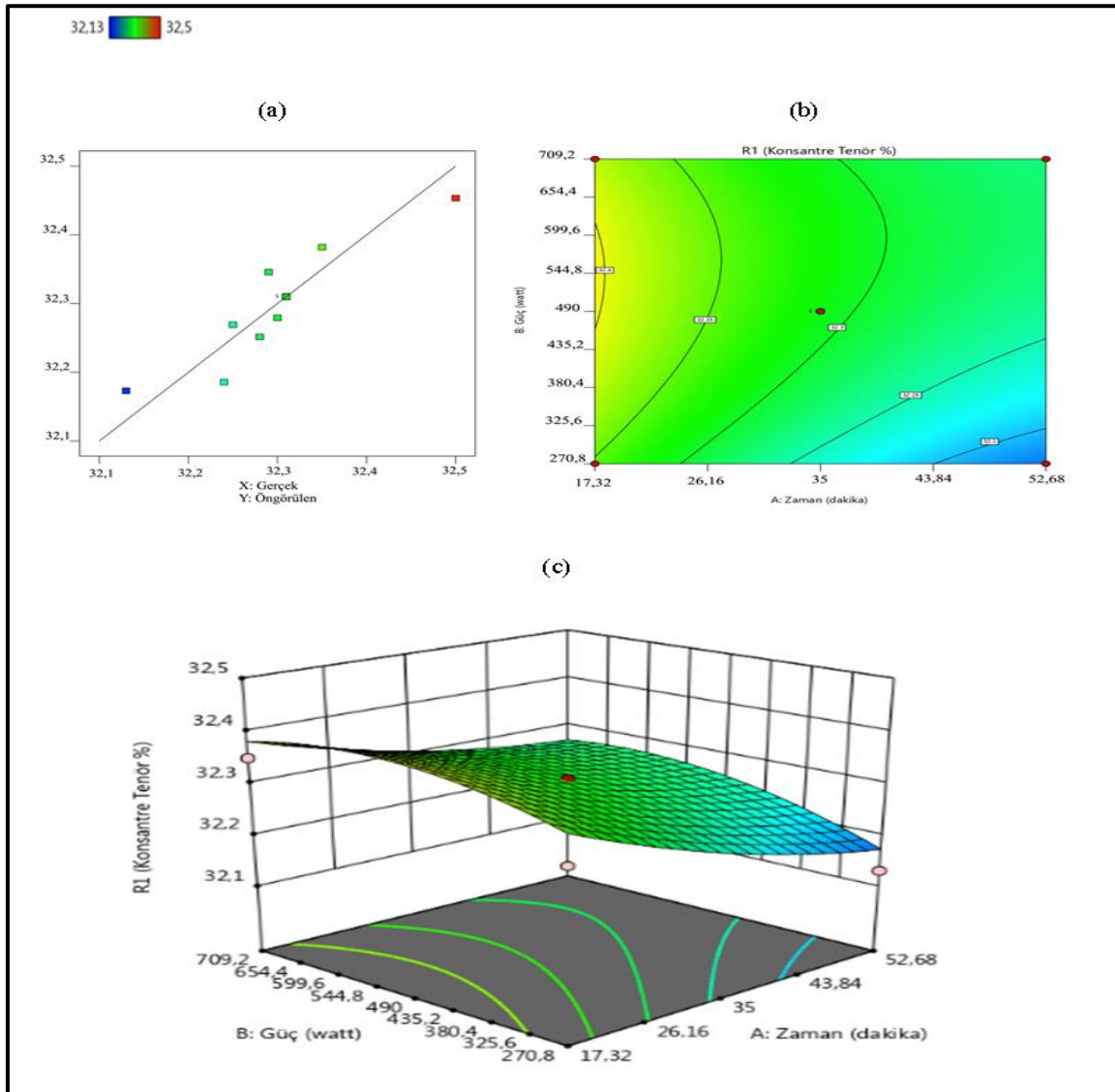
Eş. 5.8 -0.045 mm tane boyutundaki konsantre B₂O₃ tenörü (Y₅) için mikrodalgada kalma süresi ve mikrodalga gücünün fonksiyonu olarak 2.dereceden bir modelle ifade edilmektedir. Regresyon katsayısı $R^2 = 0,8381$ elde edilmiştir. Yine R^2 'nin 0,7 den büyük olması nedeniyle eşitliğin 2.derece modele uygun olduğu görülmektedir. Ayrıca doğrusal model için yapılan faktöriyel deney tasarımı sonucu $R^2=0$ bulunmuştur. Bu nedenle -0,045 mm tane boyutundaki konsantre B₂O₃ verim (Y₆), atık numunede konsantre B₂O₃ tenörü Y₇ ve atık numunede atık verimi Y₈ için bulunan sırasıyla Eş. 5.9, 5.10 ve 5.11'nin regresyon katsayılarının da $R^2 > 0,7$ olması 2.derece modele daha uygun olduklarını Şekil 5.32.(a)'deki deneysel veri ile model uyum doğrusundaki verilerin sıklığından kanıtlamaktadır. Çizelge 5.26'da Y₅ modeli için X₁ mikrodalga kalma süresi ve X₂ mikrodalga gücünün tek başlarına doğrusal etkisi ve X₂² mikrodalga gücünün quadratik etkisinin önemli olduğunu, onların p değerlerine baktığımızda 0.05'den küçük ve aynı terimlere karşılık gelen F değerlerinede bakıldığında F_{kritik} = 3,69 değerinden büyük olmasından anlaşılmaktadır. Bu model -0,045 mm tane boyutunda, +0,045 mm tane boyutunda farklı olarak her iki parametrenin doğrusal etkisinin yanında mikrodalga gücünün quadratik etkisinin Şekil 5.32.(b) ve 5.32.(c)'daki kontur ve cevap yüzeyi grafiklerinden görülmektedir. Optimum değerler X₁ 35 dakika, X₂ 490 watt olarak aynı bulunmuştur.

Çizelge 5.25. -0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı konsantre tenör değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı

Deney Sayısı	Faktör 1: X ₁ A: Zaman dakika	Faktör 2: X ₂ B:Güç watt	Gerçek t, dakika t, ξ ₁	Gerçek E, watt E, ξ ₂	Cevap 1: Konsantre Tenör R ₁ (%) Y
1	0	0	35	490	32,31
2	-1	-1	17,32	270,80	32,29
3	-1,41421	0	10	490	32,50
4	1,41421	0	60	490	32,28
5	1	-1	52,68	270,80	32,13
6	0	1,41421	35	800	32,30
7	0	0	35	490	32,31
8	0	-1,41421	35	180	32,24
9	0	0	35	490	32,31
10	-1	1	17,32	709,20	32,35
11	1	1	52,68	709,20	32,25
12	0	0	35	490	32,31
13	0	0	35	490	32,31

Çizelge 5.26. -0,045 mm tane boyutunda konsantre tenör için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	0,0658	5	0,0132	7,25	0,0108
x_1	0,0408	1	0,0408	22,46	0,0021
x_2	0,0088	1	0,0088	4,83	0,0640
x_1x_2	0,0009	1	0,0009	0,4957	0,5041
x_1^2	0,0031	1	0,0031	1,73	0,2298
x_2^2	0,0104	1	0,0104	5,75	0,0476



Şekil 5.32. -0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın konsantre tenörüne etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri

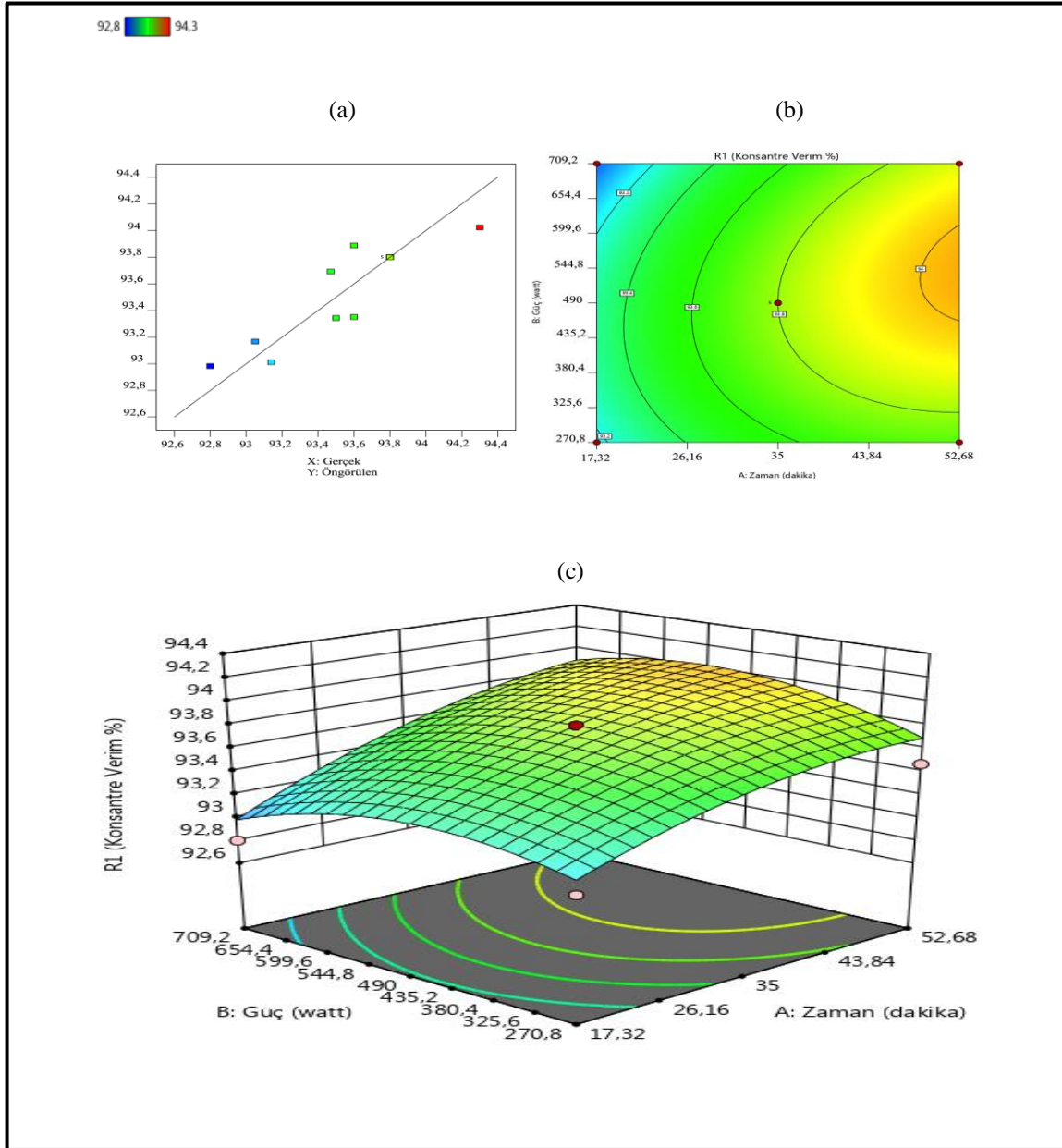
Çizelge 5.27. -0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı konsantre verim değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı

Deney Sayısı	Faktör 1: X_1 A: Zaman dakika	Faktör 2: X_2 B:Güç watt	Gerçek t, dakika t, ξ_1	Gerçek E, watt E, ξ_2	Cevap1: Konsantre Verim R_1 (%) Y
1	0	0	35	490	93,80
2	-1	-1	17,32	270,80	93,05
3	-1,41421	0	10	490	93,14
4	1,41421	0	60	490	94,30
5	1	-1	52,68	270,80	93,47
6	0	1,41421	35	800	93,60
7	0	0	35	490	93,80
8	0	-1,41421	35	180	93,50
9	0	0	35	490	93,80
10	-1	1	17,32	709,20	92,80
11	1	1	52,68	709,20	93,60
12	0	0	35	490	93,80
13	0	0	35	490	93,80

Çizelge 5.28'de Y_6 konsantre atık verimi için yine Y_5 deki modelin geçerliliğini gösteren p ve F değerlerine bakıldığında Y_6 içinde aynı terimler uygundur.

Çizelge 5.28. -0,045 mm tane boyutunda konsantre verim için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	1,50	5	0,3007	5,87	0,0191
x_1	1,02	1	1,02	19,96	0,0029
x_2	0,0001	1	0,0001	0,0011	0,9742
x_1x_2	0,0361	1	0,0361	0,7045	0,4290
x_1^2	0,1388	1	0,1388	2,71	0,1438
x_2^2	0,3561	1	0,3561	6,95	0,0336



Şekil 5.33. -0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın konsantr verimine etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri

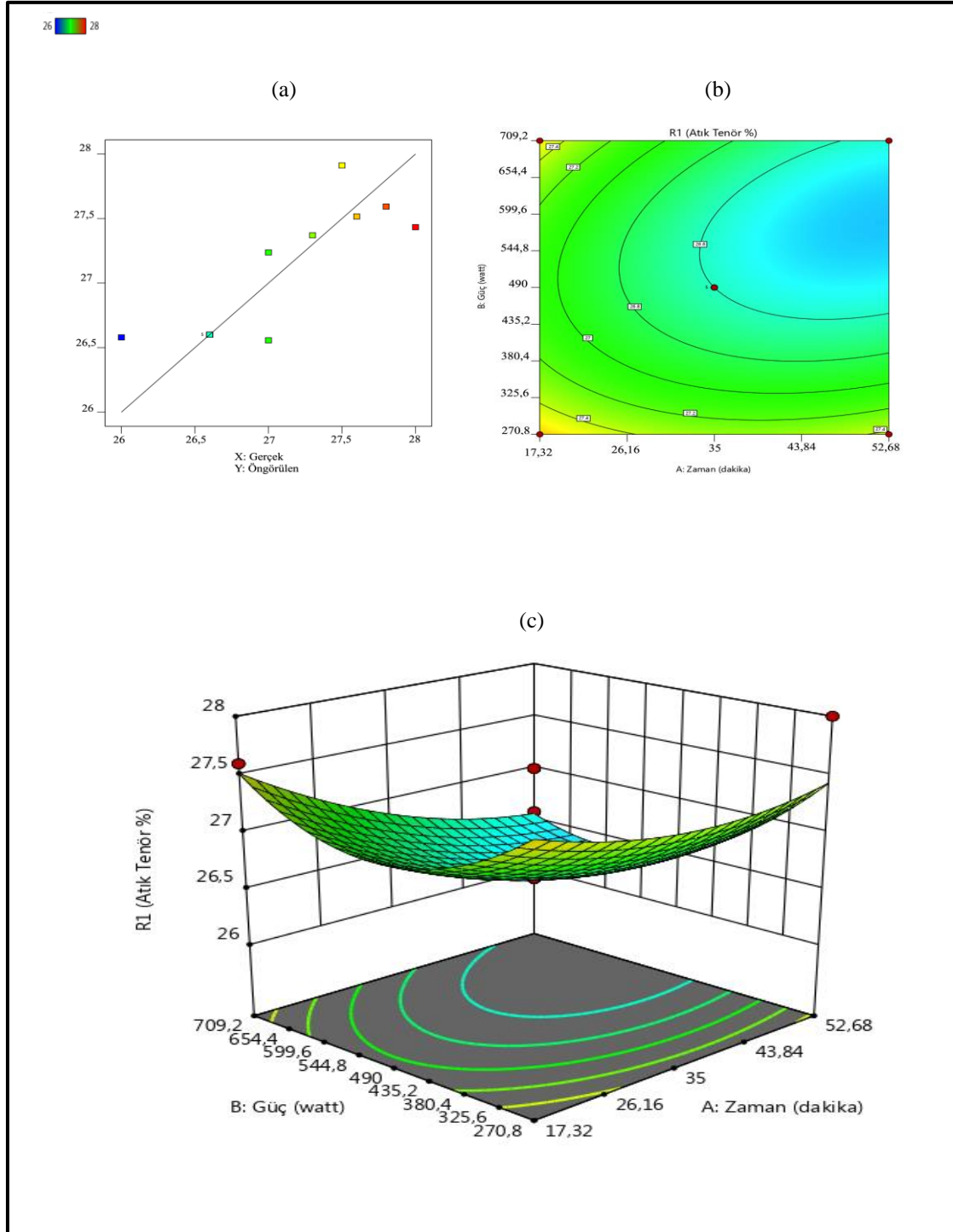
Bunu takip eden Y_7 atık tenörü ve Y_8 atık verimi Çizelge 5.30 ve Çizelge 5.32'e göre aynı terimler önemli olmuştur.

Çizelge 5.29. -0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı atık tenör değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı

Deney Sayısı	Faktör 1: X_1 A: Zaman dakika	Faktör 2: X_2 B:Güç watt	Gerçek t, dakika t, ξ_1	Gerçek E, watt E, ξ_2	Cevap1: Atık Tenör R_1 (%) Y
1	0	0	35	490	26,60
2	-1	-1	17,32	270,80	27,80
3	-1,41421	0	10	490	27,30
4	1,41421	0	60	490	26,00
5	1	-1	52,68	270,80	28,00
6	0	1,41421	35	800	27,00
7	0	0	35	490	26,60
8	0	-1,41421	35	180	27,50
9	0	0	35	490	26,60
10	-1	1	17,32	709,20	27,60
11	1	1	52,68	709,20	27,00
12	0	0	35	490	26,60
13	0	0	35	490	26,60

Çizelge 5.30. -0,045 mm tane boyutunda atık tenör için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	3,00	5	0,6006	3,71	0,0585
x_1	0,6263	1	0,6263	3,87	0,0900
x_2	0,4546	1	0,4546	2,81	0,1378
x_1x_2	0,1600	1	0,1600	0,9876	0,3534
x_1^2	0,2446	1	0,2446	1,51	0,2589
x_2^2	1,65	1	1,65	10,21	0,0152



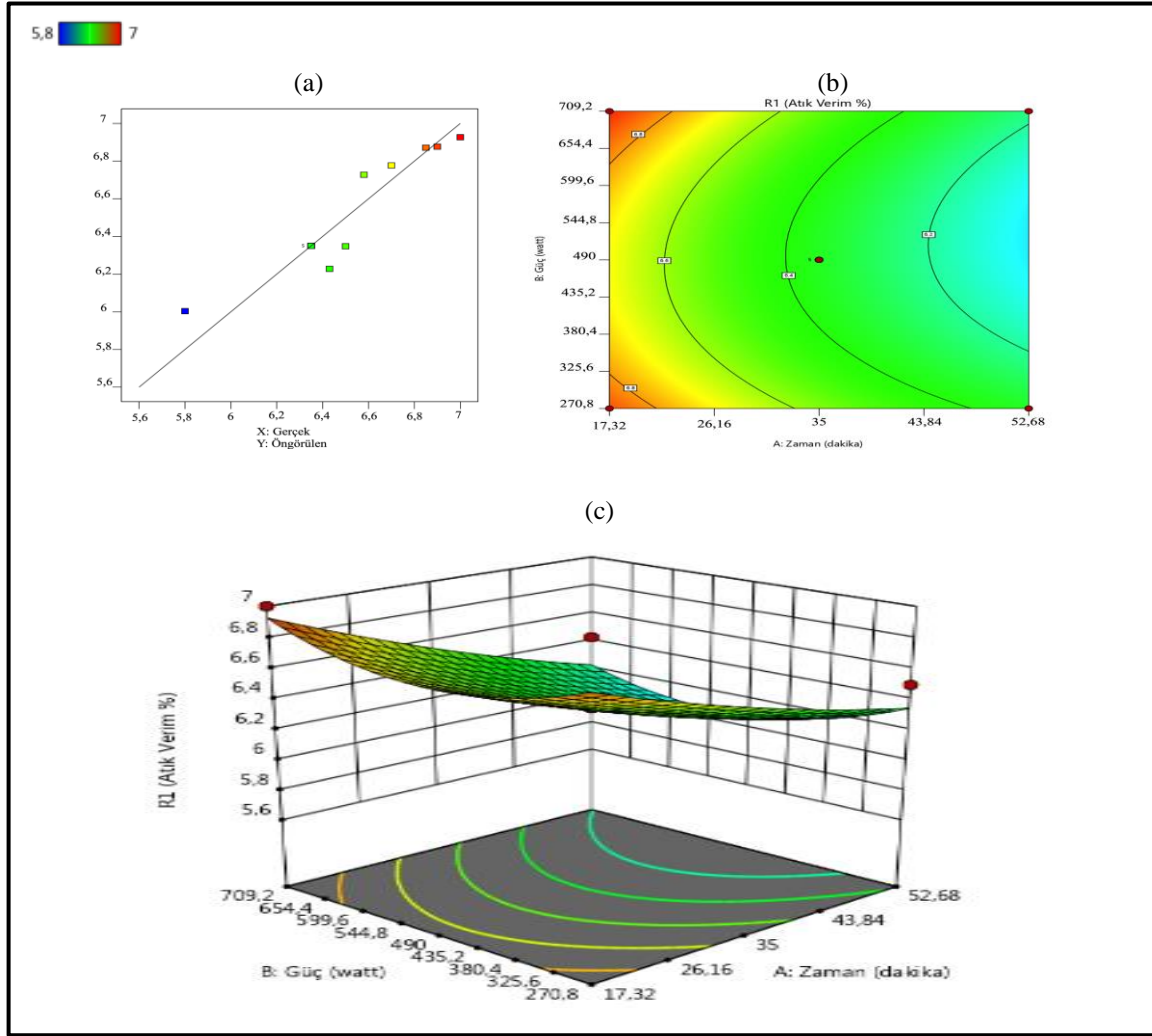
Şekil 5.34. -0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın atık tenörüne etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri

Çizelge 5.31. -0,045 mm tane boyutunda güç ve zaman değişkenlerine karşı atık verim değerlerini açıklayan doğrusal olmayan model için deney tasarımı

Deney Sayısı	Faktör 1: X_1 A: Zaman dakika	Faktör 2: X_2 B:Güç watt	Gerçek t, dakika t, ξ_1	Gerçek E, watt E, ξ_2	Cevap 1: Atık Verim R_1 (%) Y
1	0	0	35	490	6,35
2	-1	-1	17,32	270,80	6,90
3	-1,41421	0	10	490	6,85
4	1,41421	0	60	490	5,80
5	1	-1	52,68	270,80	6,50
6	0	1,41421	35	800	6,58
7	0	0	35	490	6,35
8	0	-1,41421	35	180	6,70
9	0	0	35	490	6,35
10	-1	1	17,32	709,20	7,00
11	1	1	52,68	709,20	6,43
12	0	0	35	490	6,35
13	0	0	35	490	6,35

Çizelge 5.32. -0,045 mm tane boyutunda atık verim için 2. dereceden model için varyans analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	1,05	5	0,2094	10,52	0,0037
x_1	0,7533	1	0,7533	37,83	0,0005
x_2	0,0024	1	0,0024	0,1225	0,7366
x_1x_2	0,0072	1	0,0072	0,3629	0,5659
x_1^2	0,0133	1	0,0133	0,6687	0,4404
x_2^2	0,2818	1	0,2818	14,15	0,0071



Şekil 5.35. -0,045 mm tane boyutunda modelin (a) korelasyon, güç ve zamanın atık verimine etkisini gösteren (b) kontur ve (c) 3D yüzeyi grafikleri

Y₅, Y₆, Y₇, Y₈ için Şekil 5.32, 5.33, 5.34, 5.35 grafiklerine bakıldığında optimum değer aynı bulunmuştur. Bütün grafikler için watt gücü ve zaman arttıkça konsantre tenörü ve verimi artmıştır. Atıkta da watt gücü ve zaman arttıkça konsantre tenörü ve verimi azalmıştır.

Matematiksel modelleme çalışmaları ile kolemanit atığındaki B₂O₃ oranı %15,22'den %33,33'e ve %32,34'e 490 watt mikrodalga gücü ve 35 dakika kalma süresinde artmıştır.

5.4. Kompozit Malzeme (Ateş Betonu) ve Polimerik Kompozit Malzeme Çalışmaları Deney Sonuçları

Kompozit malzeme (ateş betonu) çalışmaları için pişirme sıcaklığı 1100°C seçilmiş olup, ilk önce %15,22 B₂O₃ içeren atık numunesi kullanılarak kompozit malzemeler (ateş betonları)

yapılmıştır. Çalışmanın ikinci kısmında kompozit malzemeler (ateş betonları) ile polimerik kompozit malzeme yapımında +0,045 mm tane boyutunda %33,33 B₂O₃ içeren ve -0,045 mm tane boyutunda %32,34 B₂O₃ içeren mikrodalga cihazında 30 dakika 600 watt ile zenginleştirilmiş atık numuneleri kullanılmıştır. Ek 4’de yapılan kompozit malzemeler (ateş betonları) ve polimerik kompozit malzeme ile kullanılan atık numune sinterinin ve hammaddelerin elek analizlerinin sonuçları verilmiştir.

5.4.1. %15,22 B₂O₃ içeren atık numuneleri kullanılarak yapılan kompozit malzemelere (ateş betonlarına) uygulanan analizlerin sonuçları

% 15,22 B₂O₃ içeren %15 katkılı atık numuneleri kullanılarak kompozit malzeme karışımları hazırlanmıştır.

Terkip 1* kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.33’de kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

Çizelge 5.33. Terkip 1* kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

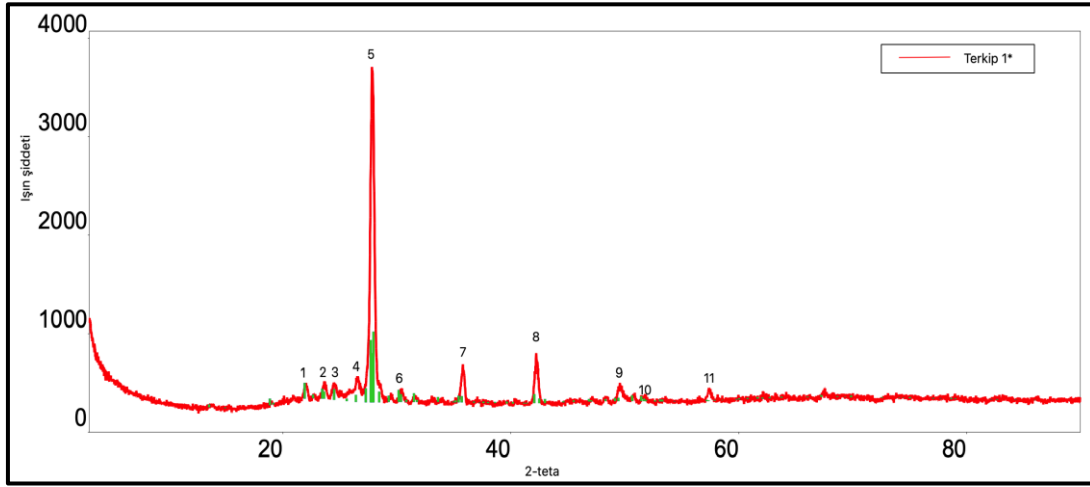
Hacim Ağırlığı	1,99 gr/cm ³
Kıvam Suyu	% 11,81
Soğukta Basma Mukavemeti	197,6 N/mm ²
Rutubet	% 0,10
Porozite	% 5,21

Çizelge 5.34’de pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

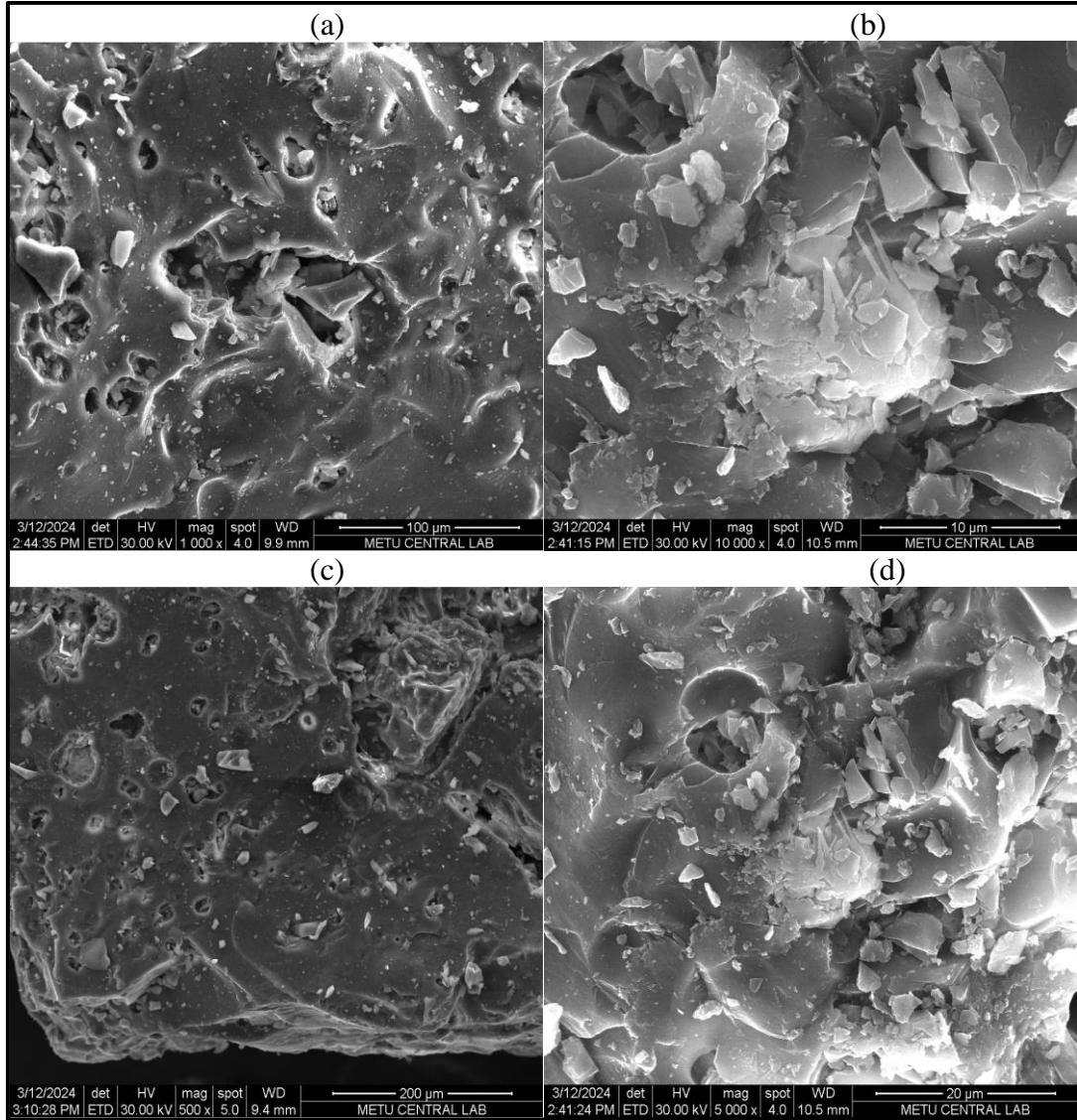
Çizelge 5.34. Terkip 1* pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	3,83
SiO ₂	36,83
CaO	15,0
MgO	7,05
Fe ₂ O ₃	2,46
K ₂ O	1,96
Na ₂ O	0,1
Al ₂ O ₃	19,3
TiO ₂	1,85

XRD analiz sonucuna göre Terkip 1* kompozit malzemesi Şekil 5.36'da 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 nolu pikler anortit fazını göstermektedir. Tarama açısı olarak x eksenini 2 teta olarak belirtilmiştir. Terkip 1* numunesi 3-90 derece (radyan) aralığında taranmış ve faz analizi yapılmıştır. Analiz sonucunda en iyi aday olarak bir kalsiyum alüminyum silikat fazı olan anortit ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) ile eşleme yapılmıştır. SiO_2 'nin yüksek olması kompozit malzemenin kimyasal maddelere karşı dirençli olmasını sağlamıştır. Kompozit malzemenin sertliği artmış ve çizilmelere karşı dayanıklılık kazanmıştır.

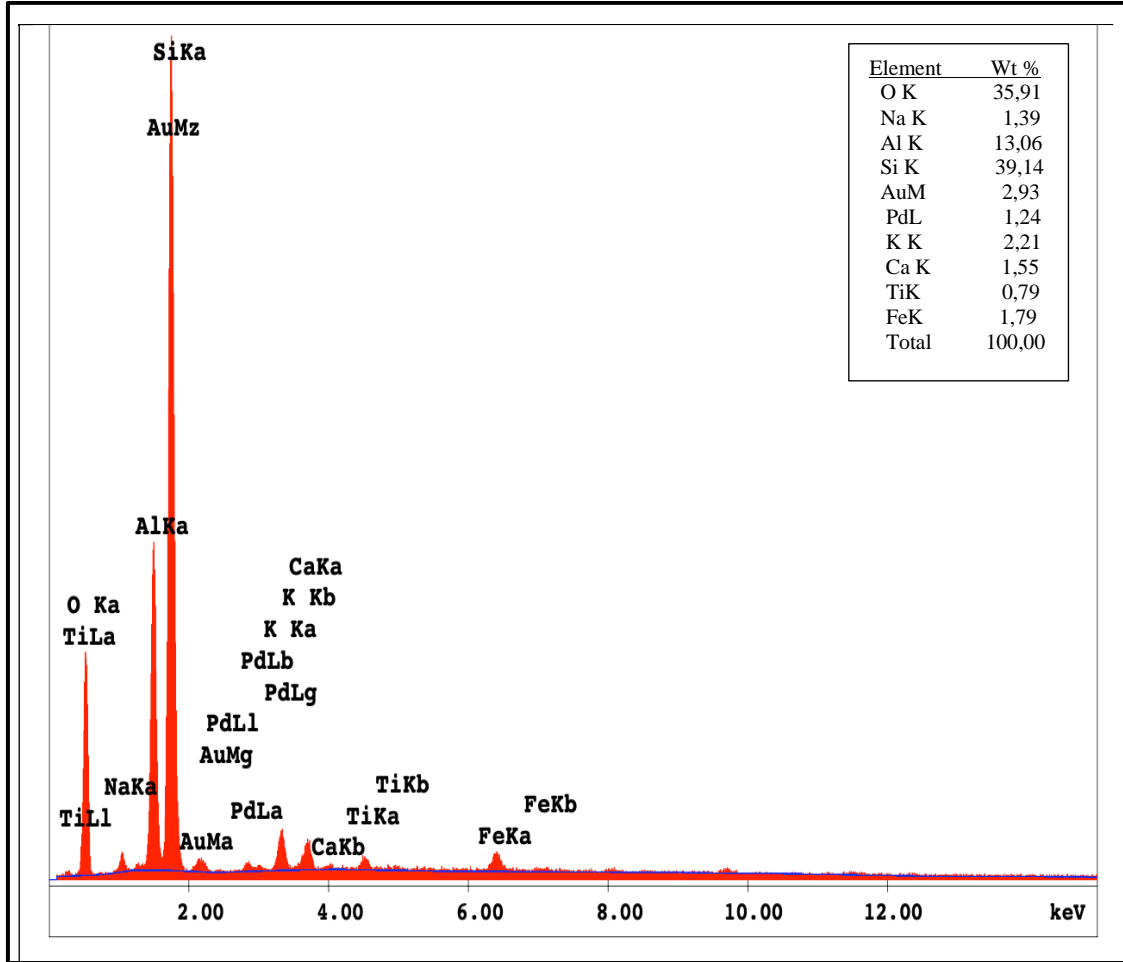


Şekil 5.36. Terkip 1* XRD analizi



Resim 5.1. Terkip 1* SEM görüntüleri (a) 1000 (b) 10 000 (c) 500 (d) 5000 büyütmelerinde

Resim 5.1’deki mikroyapı görüntüleri incelendiğinde, terkip1*’ın tek fazdan oluştuğu, boyut dağılımı homojen tanelerden oluştuğu ve orta düzeyde gözenek içerdiği görülmektedir. SiO_2 ’nin varlığından dolayı camsı bir görünüm oluşmuştur.



Şekil 5.37. Terkip 1* EDX sonucu

Şekil 5.37’de Terkip 1* numunesinde kütlece %35,91 oksijen, %1,39 sodyum, %13,06 alüminyum, %39,14 silisyum, %2,93 altın, %1,24 paladyum, %2,21 potasyum, %1,55 kalsiyum, %0,79 titan, %1,79 demir bulunduğu tespit edilmiştir.

Terkip 2* kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.35’de kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

Çizelge 5.35. Terkip 2* kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

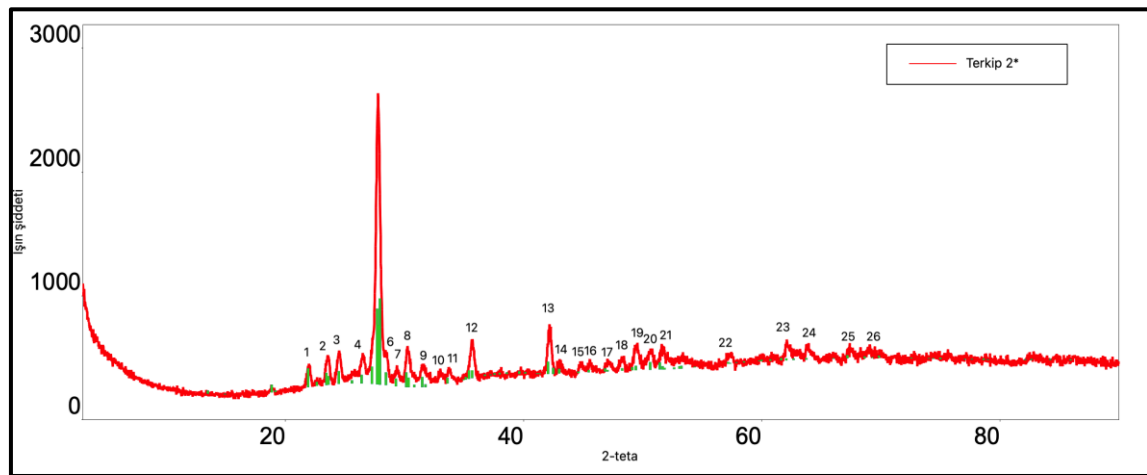
Hacim Ağırlığı	2,08 gr/cm ³
Kıvam Suyu	%11,74
Soğukta Basma Mukavemeti	238,4 N/mm ²
Rutubet	%0,09
Porozite	%5,43

Çizelge 5.36’da pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

Çizelge 5.36. Terkip 2* pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	2,21		
SiO ₂	39,2	As ₂ O ₃	0,101
Al ₂ O ₃	27,9	MnO	0,0659
CaO	14,8	Cr ₂ O ₃	0,0459
Fe ₂ O ₃	8,05	P ₂ O ₅	0,0390
CO ₂	5,42	PbO	0,0320
TiO ₂	1,09	Y ₂ O ₃	0,0285
Na ₂ O	1,09	SO ₃	0,0256
K ₂ O	0,630	Rb ₂ O	0,0234
ZrO ₂	0,507	Cl	0,0184
MgO	0,484	NiO	0,0127
SrO	0,320	Ga ₂ O ₃	0,0086
ZnO	0,112	Bi ₂ O ₃	0,0025

XRD analiz sonucuna göre Terkip 2* kompozit malzemesi Şekil 5.38’de 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26 nolu pikler anortit fazını göstermektedir. 10 nolu pik bilinmemektedir.



Şekil 5.38. Terkip 2* XRD analizi

Terkip 3* kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.37’de kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

Çizelge 5.37. Terkip 3* kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

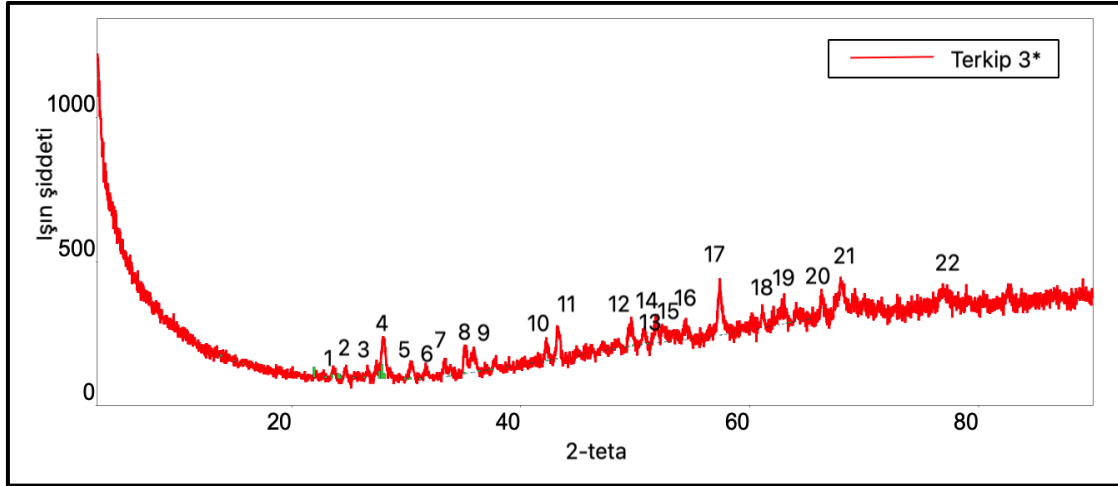
Hacim Ağırlığı	2,03 gr/cm ³
Kıvam Suyu	% 11,83
Soğukta Basma Mukavemeti	247,6 N/mm ²
Rutubet	%0,05
Porozite	%4,51

Çizelge 5.38’de pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

Çizelge 5.38. Terkip 3* pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	4,62		
SiO ₂	26,2	As ₂ O ₃	0,131
Al ₂ O ₃	37,6	MnO	0,0668
CaO	15,8	Cr ₂ O ₃	0,135
Fe ₂ O ₃	10,1	P ₂ O ₅	0,0768
CO ₂	5,18	PbO	0,0472
TiO ₂	2,23	Nb ₂ O ₅	0,0186
Na ₂ O	0,161	SO ₃	0,0199
K ₂ O	0,307	Rb ₂ O	0,0169
ZrO ₂	0,156	Cl	0,0123
MgO	1,14	NiO	0,0161
SrO	0,504	Ga ₂ O ₃	0,0151
ZnO	0,0100	CuO	0,0105

XRD analiz sonucuna göre Terkip 3* kompozit malzemesi Şekil 5.39’da 1, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20 nolu pikler albit fazını göstermektedir. 2, 3, 21, 22 nolu pikler bilinmemektedir. Tarama açısı olarak x eksenini 2 teta olarak belirtilmiştir. Terkip 3* numunesi 3-90 derece (radyan) aralığında taranmış ve faz analizi yapılmıştır. Analiz sonucunda en iyi aday olarak bir sodyum alüminyum silikat fazı olan albit Na(AlSi₃O₈) ile eşleme yapılmıştır. Al₂O₃’ün yüksek olması SBM değerini artırmıştır.



Şekil 5.39. Terkip 3* XRD analizi

Terkip 4* kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.39'da kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

Çizelge 5.39. Terkip 4* kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

Hacim Ağırlığı	2,04 gr/cm ³
Kıvam Suyu	%11,85
Soğukta Basma Mukavemeti	250,7 N/mm ²
Rutubet	%0,04
Porozite	%3,90

Çizelge 5.40'da pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

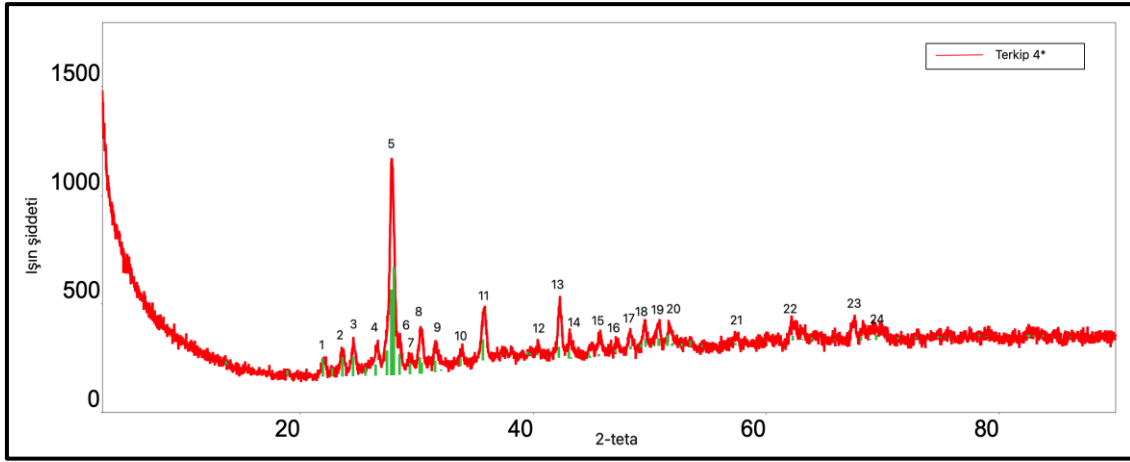
Çizelge 5.40. Terkip 4* pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	7,90
SiO ₂	40,3
Al ₂ O ₃	26,2
CaO	19,0
Fe ₂ O ₃	13,6
SrO	0,833

Şekil 5.40'da XRD analiz sonucuna göre Terkip 4*'ın anortit ve sodyen fazlarını içerdiği görülmüştür. Tarama açısı olarak x eksenini 2 teta olarak belirtilmiştir. Terkip 4* numunesi 3-90 derece (radyan) aralığında taranmış ve faz analizi yapılmıştır. Analiz sonucunda en iyi

aday olarak bir kalsiyum alüminyum silikat fazı olan anortit ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) + bir sodyum alüminyum silikat fazı olan sodyen ($\text{NaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) ile eşleme yapılmıştır. SiO_2 değeri yüksek olduğundan kompozit malzemede camsı yapı oluşmuştur.

XRD analiz sonucuna göre Terkip 4* kompozit malzemesi Şekil 5.40'da 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 24 nolu pikler anortit+sodyen fazlarını göstermektedir. 23 nolu pik bilinmemektedir.



Şekil 5.40. Terkip 4* XRD analizi

Çizelge 5.41'de 4 farklı reçete ile ateş betonu üretilerek istenilen anortit ve albit fazları bulunmuştur. Terkip 4* adı verilen ateş betonu SBM değeri en yüksek, porozite değeri düşük olduğundan 4 farklı reçete içinden en iyi ateş betonu olarak seçilmiştir.

Çizelge 5.41. %15,22 B₂O₃ içeren %15 katkılı atık numuneleri kullanılarak yapılan kompozit malzemelere (ateş betonlarına) uygulanan analizlerin sonuçlarının karşılaştırılması

Kompozit malzemeler	Kullanılan malzemeler	Atık numune katkısı (%)	İstenilen faz	Hacim ağırlığı (gr/cm ³)	Porozite (%)	Soğukta basma mukavemeti (N/mm ²)
Terkip 1*	Isıdac-40, vitrifiye atığı, atık numunesi	15	Anortit	1,99	5,21	197,6
Terkip 2*	Isıdac-40, çin kaolin sinteri, atık numunesi	15	Anortit	2,08	5,43	238,4
Terkip 3*	Isıdac-40, vitrifiye atığı, atık numunesi sinteri	15	Albit	2,03	4,51	247,6
Terkip 4*	Isıdac-40, çin kaolin sinteri, atık numunesi sinteri	15	Anortit, sodyen	2,04	3,90	250,7

5.4.2. Mikrodalga cihazında 30 dk 600 wattta zenginleştirilmiş %33,33 ve %32,34 B₂O₃ içeren atık numuneleri kullanılarak yapılan kompozit malzemelere (ateş betonlarına) ve polimerik kompozit malzemeye uygulanan analizlerin sonuçları

%33,33 ve %32,34 B₂O₃ içeren %15, %10 ve %5 katkılı atık numuneleri kullanılarak kompozit malzeme karışımları hazırlanmıştır.

Terkip 1 kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.42’de kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

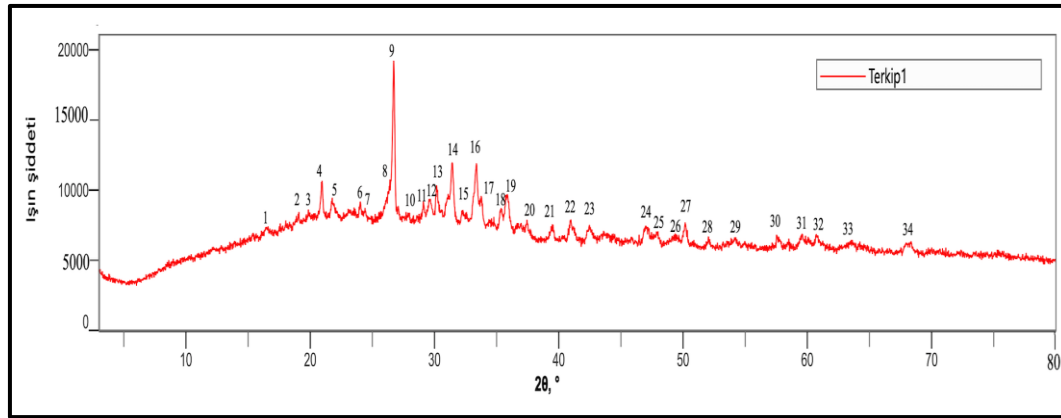
Çizelge 5.42. Terkip 1 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

Hacim Ağırlığı	2,13 gr/cm ³
Kıvam Suyu	11,87 %
Soğukta Basma Mukavemeti	200,9 N/mm ²
Rutubet	%0,03
Porozite	%5,00

Çizelge 5.43’de pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

Çizelge 5.43. Terkip 1 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	4,45	ZrO ₂	0,427
SiO ₂	29,1	SrO	0,303
Al ₂ O ₃	27,6	SO ₃	0,213
CaO	22,1	As ₂ O ₃	0,130
Fe ₂ O ₃	10,2	P ₂ O ₅	0,112
CO ₂	4,11	ZnO	0,0976
MgO	1,95	Cr ₂ O ₃	0,0716
TiO ₂	1,68	Rb ₂ O	0,0258
K ₂ O	1,18	NiO	0,0152
Na ₂ O	0,687	Nb ₂ O ₅	0,0085



Şekil 5.41. Terkip 1 XRD analizi

XRD analiz sonucuna göre Terkip 1 kompozit malzemesi Şekil 5.41’de 1, 4, 6, 7, 11, 14, 18, 20, 21, 23, 24, 26, 28, 29, 31, 32, 33, 34 nolu pikler gehlenit (Ca₂Al₂(SiO₄)O₃) fazını, 2, 4, 5, 6, 7, 8, 10, 11, 12, 13, 14, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 29, 30, 31, 32 nolu pikler levantit (KCa₃Al₂(SiO₄)(Si₂O₇)(PO₄)) fazını, 4, 9, 21, 23, 27, 29, 33, 34 nolu pikler kuvars (SiO₂) fazını, 7, 16, 19, 21, 22, 26, 30, 33 nolu pikler hematit (Fe₂O₃) fazını göstermektedir. 3, 15 nolu pikler bilinmemektedir.

Terkip 2 kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.44’de kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

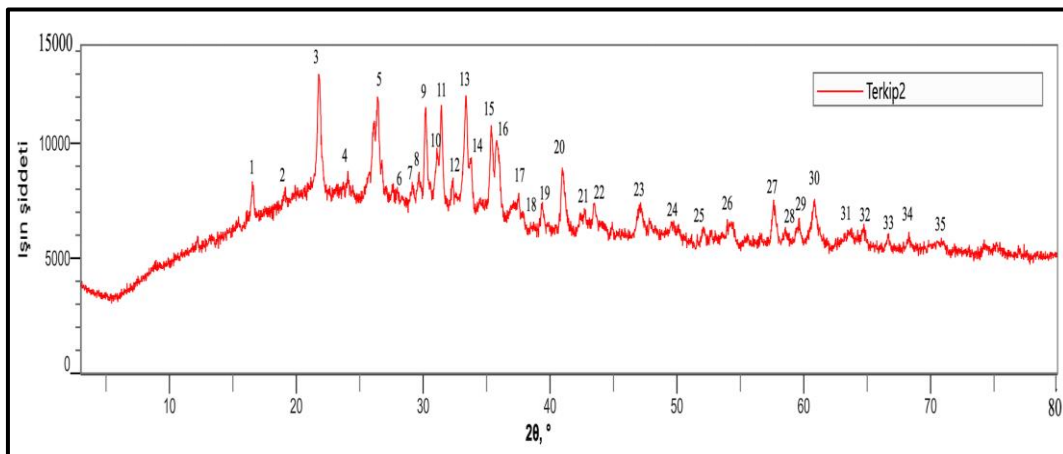
Çizelge 5.44. Terkip 2 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

Hacim Ağırlığı	2,14gr/cm ³
Kıvam Suyu	%11,85
Soğukta Basma Mukavemeti	260,3 N/mm ²
Rutubet	%0,05
Porozite	%5,21

Çizelge 5.45’de pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

Çizelge 5.45. Terkip 2 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	5,57		
Al ₂ O ₃	31,9	SO ₃	0,206
CaO	24,6	ZrO ₂	0,120
SiO ₂	18,0	P ₂ O ₅	0,112
Fe ₂ O ₃	11,2	Na ₂ O	0,0876
CO ₂	7,33	MnO	0,0773
TiO ₂	2,38	Cr ₂ O ₃	0,0713
MgO	2,22	Rb ₂ O	0,0280
K ₂ O	0,896	Nb ₂ O ₅	0,0126
SrO	0,534	ZnO	0,0109
As ₂ O ₃	0,209	CuO	0,0102



Şekil 5.42. Terkip 2 XRD analizi

XRD analiz sonucuna göre Terkip 2 kompozit malzemesi Şekil 5.42’de 1, 5, 10, 13, 15, 17, 19, 20, 21, 24, 26, 27, 28, 30, 31, 32, 33, 35 nolu pikler mullit (3Al₂O₃.2SiO₂) fazını, 1, 3,

9, 14, 20, 21, 22, 24, 29, 35 nolu pikler nanpingit-2M1 fazını, 3 nolu pikler opal fazını, 4, 5, 12, 14, 16, 17, 22, 26, 27, 29, 30, 34 nolu pikler Li Mg ferrit - lityum magnezyum demir (III) oksit fazını, 4, 7, 11, 18, 19, 20, 21, 23, 25, 35 nolu pikler gehlenit, Mg yatağı fazını göstermektedir. 2, 6, 8 nolu pikler bilinmemektedir.

Terkip 3 kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.46'da kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

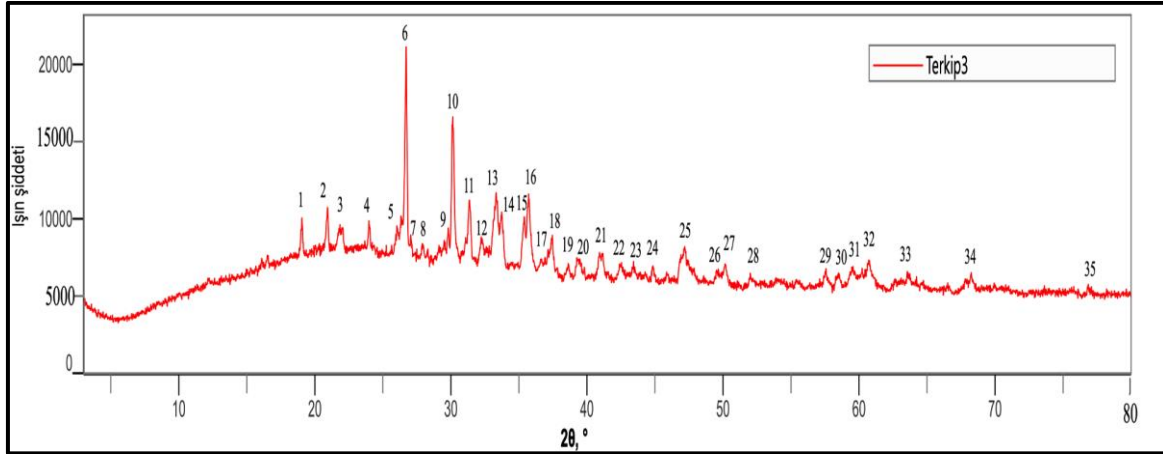
Çizelge 5.46. Terkip 3 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

Hacim Ağırlığı	2,11gr/cm ³
Kıvam Suyu	%11,93
Soğukta Basma Mukavemeti	235,5 N/mm ²
Rutubet	%0,04
Porozite	%4,34

Çizelge 5.47'de pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

Çizelge 5.47. Terkip 3 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	3,81		
SiO ₂	30,7	SrO	0,348
Al ₂ O ₃	28,4	SO ₃	0,189
CaO	19,5	As ₂ O ₃	0,143
Fe ₂ O ₃	9,05	MnO	0,127
CO ₂	6,28	P ₂ O ₅	0,107
TiO ₂	1,57	ZnO	0,104
K ₂ O	1,11	Cr ₂ O ₃	0,0647
MgO	1,03	Y ₂ O ₃	0,0287
Na ₂ O	0,770	Rb ₂ O	0,0243
ZrO ₂	0,465	NiO	0,0151



Şekil 5.43. Terkip 3 XRD analizi

XRD analiz sonucuna göre Terkip 3 kompozit malzemesi Şekil 5.43’de 1, 3, 4, 5, 7, 8, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35 nolu pikler krotit (CaAl_2O_4) fazını, 1, 6, 8, 12, 13, 14, 16, 19, 20, 22, 24, 25, 26 nolu pikler mervinit ($\text{Ca}_3\text{Mg}(\text{SiO}_4)_2$) fazını, 2, 6, 17, 20, 22, 27, 29, 34 nolu pikler düşük oranda kuvars fazını göstermektedir. 9 nolu pik bilinmemektedir.

Terkip 4 kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.48’de kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

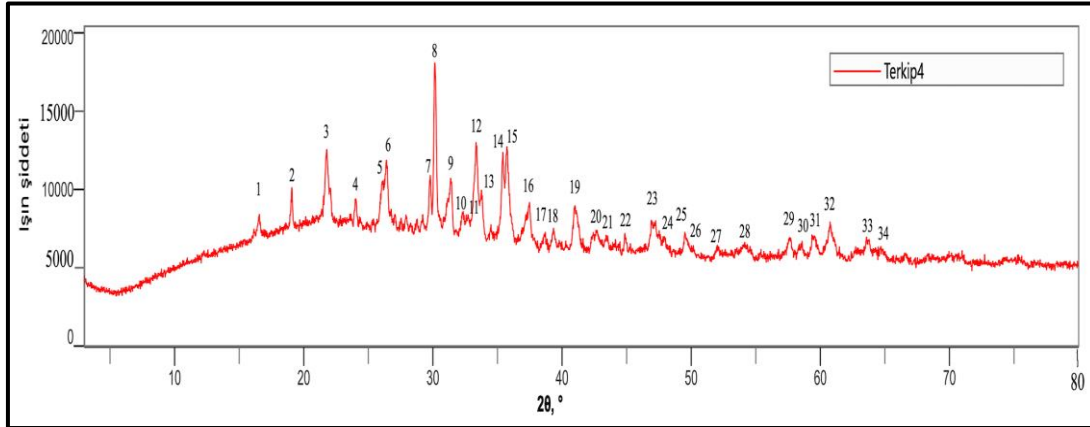
Çizelge 5.48. Terkip 4 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

Hacim Ağırlığı	2,05gr/cm ³
Kıvam Suyu	% 11,95
Soğukta Basma Mukavemeti	270,5 N/mm ²
Rutubet	% 0,09
Porozite	% 3,75

Çizelge 5.49’da pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

Çizelge 5.49. Terkip 4 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	7,33	ZrO ₂	0,162
Al ₂ O ₃	35,3	SO ₃	0,125
CaO	22,0	Na ₂ O	0,118
SiO ₂	20,4	Cr ₂ O ₃	0,111
Fe ₂ O ₃	9,59	P ₂ O ₅	0,0905
CO ₂	6,51	MnO	0,0571
TiO ₂	2,95	Rb ₂ O	0,0204
MgO	1,14	NiO	0,0178
K ₂ O	0,711	Nb ₂ O ₅	0,0165
SrO	0,483	Ga ₂ O ₃	0,0135
As ₂ O ₃	0,184	ZnO	0,0119



Şekil 5.44. Terkip 4 XRD analizi

XRD analiz sonucuna göre Terkip 4 kompozit malzemesi Şekil 5.44’de 1, 3, 7, 12, 13, 14, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 16, 17, 25, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34 nolu pikler natron ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) fazını, 2, 4, 5, 8, 9, 11, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 25, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33 nolu pikler krotit (CaAl_2O_4) fazını, 3, 14, 33 nolu pikler kristobalit- β fazını, 4, 12, 15, 18, 19, 21, 25, 28, 29 nolu pikler hematit fazını göstermektedir. 8 nolu pikde $30,120^\circ$ açısında ışın şiddetinin maksimum olduğu krotit fazı görülmektedir. 14 nolu pikde $35,376^\circ$ açısında ışın şiddetinin maksimum olduğu kristobalit- β fazı görülmektedir. 6, 10, 26 nolu pikler bilinmemektedir. Yüksek Al_2O_3 içermesinden dolayı SBM değeri yüksektir.

Terkip 5 kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.50'de kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

Çizelge 5.50. Terkip 5 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

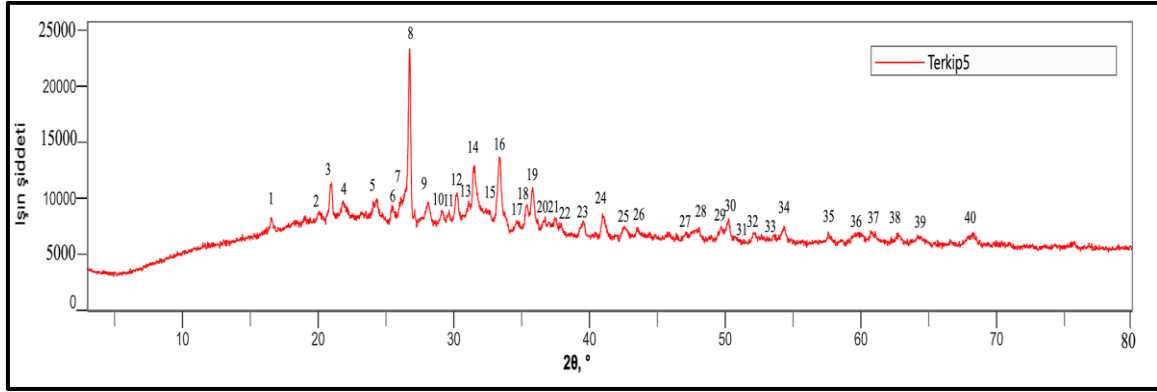
Hacim Ağırlığı	2,02 gr/cm ³
Kıvam Suyu	% 11,82
Soğukta Basma Mukavemeti	268,3 N/mm ²
Rutubet	% 0,05
Porozite	% 5,17

Çizelge 5.51'de pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

Çizelge 5.51. Terkip 5 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	4,67		
SiO ₂	31,2	MgO	0,668
Al ₂ O ₃	29,4	ZnO	0,147
CaO	18,7	SrO	0,146
Fe ₂ O ₃	10,0	SO ₃	0,130
CO ₂	5,27	P ₂ O ₅	0,0935
TiO ₂	1,71	Cr ₂ O ₃	0,0739
Na ₂ O	0,852	MnO	0,0654
K ₂ O	0,812	As ₂ O ₃	0,0563
ZrO ₂	0,676	Rb ₂ O	0,0191

XRD analiz sonucuna göre Terkip 5 kompozit malzemesi Şekil 5.45'de 1, 8, 13, 19, 23, 24, 26, 27, 31, 34, 35, 37, 39 nolu pikler mullit fazını, 1, 3, 4, 5, 7, 9, 10, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 19, 20, 21, 22, 24, 25, 26, 28, 30, 31, 32, 33 nolu pikler pikromit fazını, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 12, 13, 14, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40 nolu pikler lamprofillit -2M fazını, 3, 8, 21, 23, 25, 30, 31, 39, 40 nolu pikler SiO₂ - kuvars fazını, 5, 16, 20, 23, 24, 26, 29, 34, 35, 38, 39 nolu pikler hematit fazını göstermektedir. 8 nolu pikde 26,726⁰ açısında ışın şiddetinin maksimum olduğu mullit+ SiO₂-kuvars+ lamprofillit-2M fazları görülmektedir. 11 nolu pik bilinmemektedir.



Şekil 5.45. Terkip 5 XRD analizi

Terkip 6 kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.52’de kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

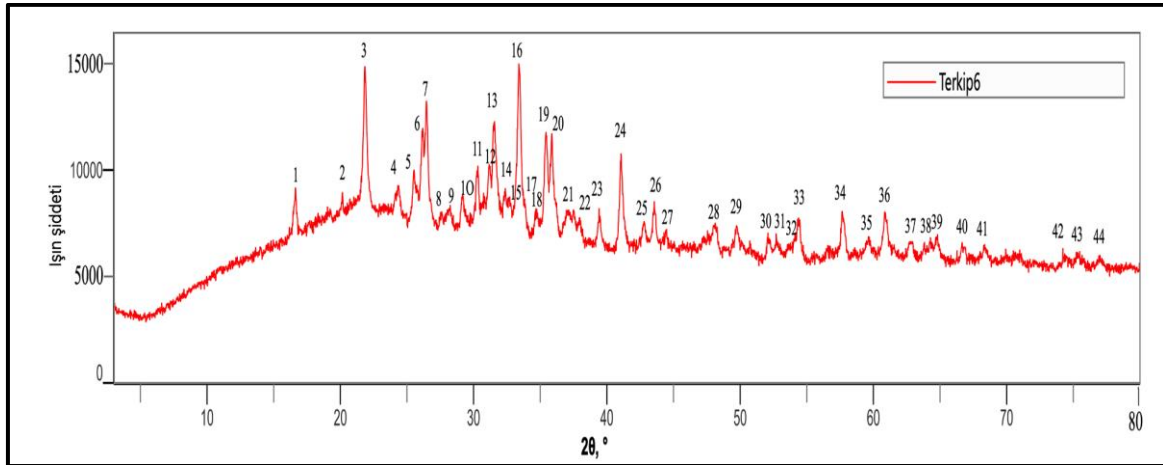
Çizelge 5.52. Terkip 6 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

Hacim Ağırlığı	2,00 gr/cm ³
Kıvam Suyu	%11,79
Soğukta Basma Mukavemeti	270,5 N/mm ²
Rutubet	%0,04
Porozite	%4,17

Çizelge 5.53’de pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

Çizelge 5.53. Terkip 6 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	7,17		
Al ₂ O ₃	40,7	P ₂ O ₅	0,114
SiO ₂	20,3	SO ₃	0,111
CaO	19,1	Cr ₂ O ₃	0,0889
Fe ₂ O ₃	10,4	Na ₂ O	0,0621
CO ₂	4,91	MnO	0,0519
TiO ₂	2,96	NiO	0,0154
MgO	0,590	Ga ₂ O ₃	0,0154
K ₂ O	0,269	Y ₂ O ₃	0,0151
ZrO ₂	0,167	Nb ₂ O ₅	0,0140
SrO	0,159	ZnO	0,0098



Şekil 5.46. Terkip 6 XRD analizi

XRD analiz sonucuna göre Terkip 6 kompozit malzemesi Şekil 5.46'da 1, 6, 7, 12, 16, 19, 21, 22, 23, 24, 25, 28, 29, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 42, 43, 44 nolu pikler mullit fazını, 3, 5, 17, 18, 19, 26, 27, 28, nolu pikler diominyetik (NR) fazını, 4, 16, 20, 23, 24, 26, 29, 33, 34 nolu pikler hematit fazını göstermektedir. 16 nolu pikde $33,348^{\circ}$ açısında ışın şiddetinin maksimum olduğu mullit+hematit fazları görülmektedir. 2, 8, 9, 10, 11, 13, 14, 15, 30, 31, 41 nolu pikler bilinmemektedir.

Terkip 7 kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.54'de kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

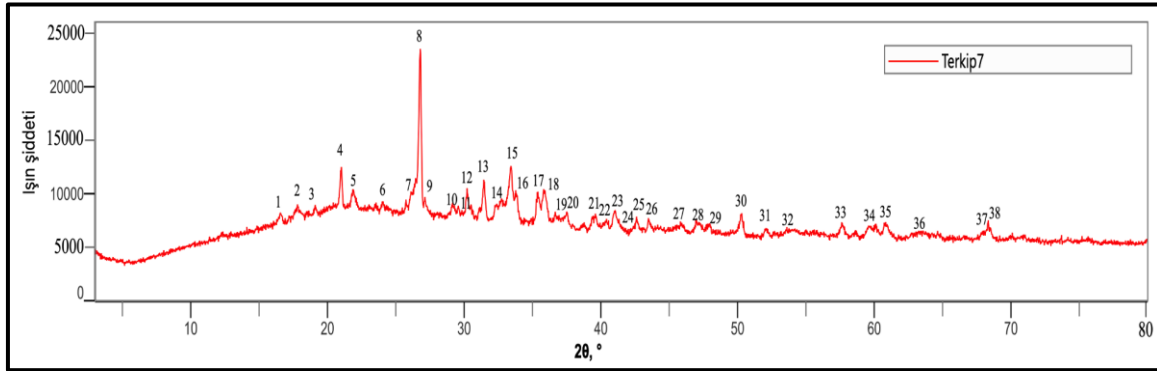
Çizelge 5.54. Terkip 7 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

Hacim Ağırlığı	2,08gr/cm ³
Kıvam Suyu	% 11,78
Soğukta Basma Mukavemeti	258,3 N/mm ²
Rutubet	%0,06
Porozite	%4,21

Çizelge 5.55'de pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

Çizelge 5.55. Terkip 7 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	3,82	ZrO ₂	0,630
Al ₂ O ₃	30,2	MgO	0,380
SiO ₂	24,6	SrO	0,157
CaO	19,4	SO ₃	0,149
CO ₂	10,2	ZnO	0,135
Fe ₂ O ₃	9,90	MnO	0,0631
TiO ₂	1,52	P ₂ O ₅	0,0617
Na ₂ O	1,49	As ₂ O ₃	0,0602
K ₂ O	1,07	Rb ₂ O	0,0173



Şekil 5.47. Terkip 7 XRD analizi

XRD analiz sonucuna göre Terkip 7 kompozit malzemesi Şekil 5.47’de 1, 7, 15, 17, 19, 21, 23, 25, 27, 28, 30, 32, 35, 36, nolu pikler mullit fazını, 3, 5, 6, 7, 9, 10, 12, 13, 14, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 23, 24, 26, 28, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 38 nolu pikler krotit fazını, 4, 8, 19, 21, 25, 27, 30, 33, 37, 38 nolu pikler SiO₂-düşük oranda kuvars-kuvars fazlarını, 12, 18, 20, 26, 32, 33, 36 nolu pikler kokromit fazını göstermektedir. 8 nolu pikde 26,781⁰ açısında ışın şiddetinin maksimum olduğu kuvars fazı görülmektedir. 15 nolu pikde 33,390⁰ açısında ışın şiddetinin maksimum olduğu mullit fazı görülmektedir. 2, 11, 29 nolu pikler bilinmemektedir.

Terkip 8 kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.56’da kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

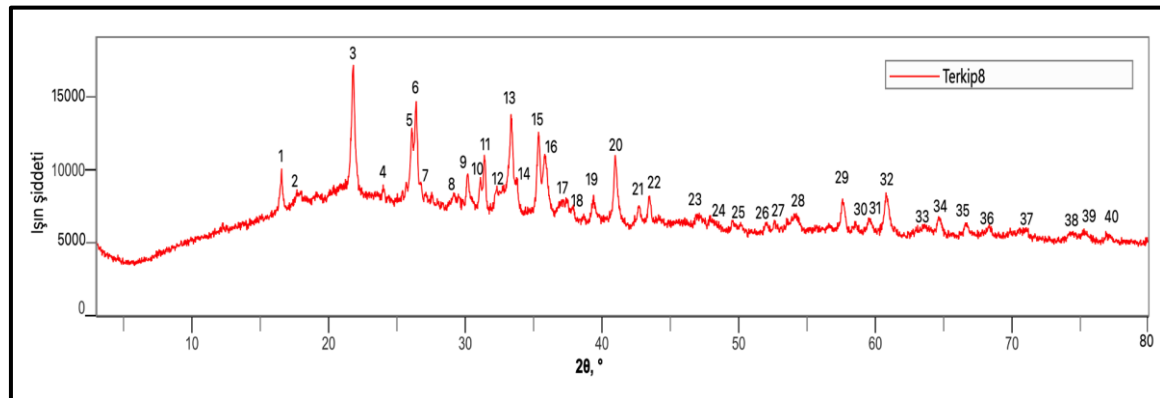
Çizelge 5.56. Terkip 8 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

Hacim Ağırlığı	2,09 gr/cm ³
Kıvam Suyu	%11,89
Soğukta Basma Mukavemeti	280,3 N/mm ²
Rutubet	%0,05
Porozite	%3,56

Çizelge 5.57’de pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

Çizelge 5.57. Terkip 8 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	2,73	MgO	0,297
Al ₂ O ₃	38,3	SrO	0,178
CaO	19,4	ZrO ₂	0,174
SiO ₂	14,0	SO ₃	0,136
CO ₂	13,3	Cr ₂ O ₃	0,0787
Fe ₂ O ₃	10,5	MnO	0,0769
TiO ₂	2,27	P ₂ O ₅	0,0768
K ₂ O	0,656	As ₂ O ₃	0,0558
Na ₂ O	0,436	ZnO	0,0190
MgO	0,297	Y ₂ O ₃	0,0157



Şekil 5.48. Terkip 8 XRD analizi

XRD analiz sonucuna göre Terkip 8 kompozit malzemesi Şekil 5.48’de 1, 5, 6, 10, 13, 15, 17, 19, 20, 21, 25, 28, 29, 30, 32, 33, 34, 35, 37, 38, 39, 40 nolu pikler mullit fazını, 3, 11, 16, 23, 27, 31, 34, 36, 37, 40 nolu pikler kristobalit fazını, 2, 4, 6, 8, 12, 13, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 23, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40 nolu pikler

hidroksilkinohümit-Ti yatağı fazlarını, 16, 17, 22, 28, 29, 35 nolu pikler magnezyokromit-Fe yatağı fazlarını göstermektedir. 3 nolu pikde $21,797^{\circ}$ açısında ışın şiddetinin maksimum olduğu kristobalit fazı görülmektedir. 6 nolu pikde $26,380^{\circ}$ açısında ışın şiddetinin maksimum olduğu mullit fazı görülmektedir. 7, 9, 14, 24 nolu pikler bilinmemektedir.

Kristobalit zirvelerinin yoğunluğu alümina varlığında artar [47].

Terkip 9 kompozit malzeme (ateş betonu) analiz sonuçları

Çizelge 5.58’de kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler verilmiştir.

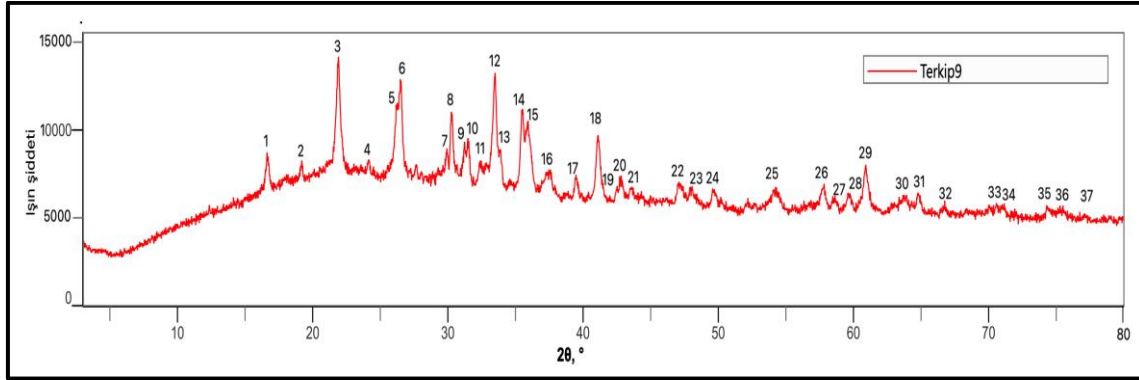
Çizelge 5.58. Terkip 9 kompozit malzeme (ateş betonu) için fiziksel özellikler

Hacim Ağırlığı	2,07 gr/cm ³
Kıvam Suyu	% 11,97
Soğukta Basma Mukavemeti	290,5 N/mm ²
Rutubet	% 0,08
Görünür Porozite	% 3,41

Çizelge 5.59’da pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

Çizelge 5.59. Terkip 9 pişmiş kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	4,87	SO ₃	0,161
Al ₂ O ₃	35,8	ZrO ₂	0,150
CaO	22,5	As ₂ O ₃	0,134
SiO ₂	13,6	Y ₂ O ₃	0,0855
Fe ₂ O ₃	12,1	MnO	0,0736
CO ₂	10,8	P ₂ O ₅	0,0627
TiO ₂	2,78	Cr ₂ O ₃	0,0593
MgO	0,561	NiO	0,0165
K ₂ O	0,547	ZnO	0,0149
SrO	0,355	Ga ₂ O ₃	0,0142
Na ₂ O	0,293	Rb ₂ O	0,0124

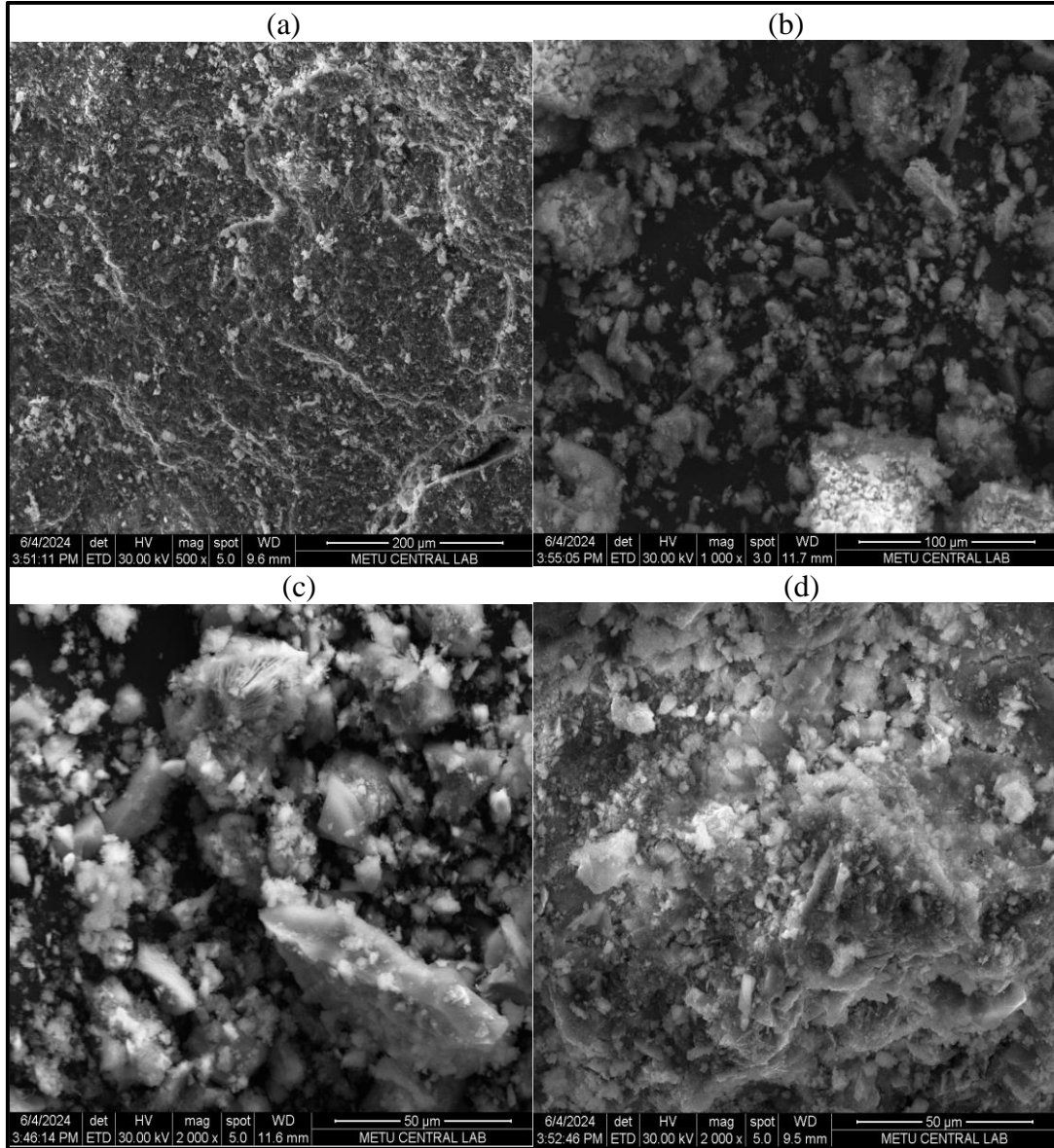


Şekil 5.49. Terkip 9 XRD analizi

XRD analiz sonucuna göre Terkip 9 kompozit malzemesi Şekil 5.49'da 1, 5, 6, 9, 12, 14, 17, 18, 20, 22, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 33, 36, 37 nolu pikler mullit fazını, 3, 10, 15, 20, 22, 25, 26, 27, 31, 32, 33 nolu pikler kristobalit fazını, 4, 5, 11, 12, 13, 15, 16, 17, 18, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 29, 30, 32, 33, 34, 35, 36, 37 nolu pikler kahverengi millerit fazını, 8, 15, 16, 21, 23, 25, 26, 30, 32, 36 nolu pikler franklinit fazlarını göstermektedir. 3 nolu pikde $21,866^{\circ}$ açısında ışın şiddetinin maksimum olduğu kristobalit fazı görülmektedir. 12 nolu pikde $33,469^{\circ}$ açısında ışın şiddetinin maksimum olduğu mullit fazı görülmektedir. 2, 7, 19 nolu pikler bilinmemektedir.

Kristobalit zirvelerinin yoğunluğu alümina varlığında artar [47].

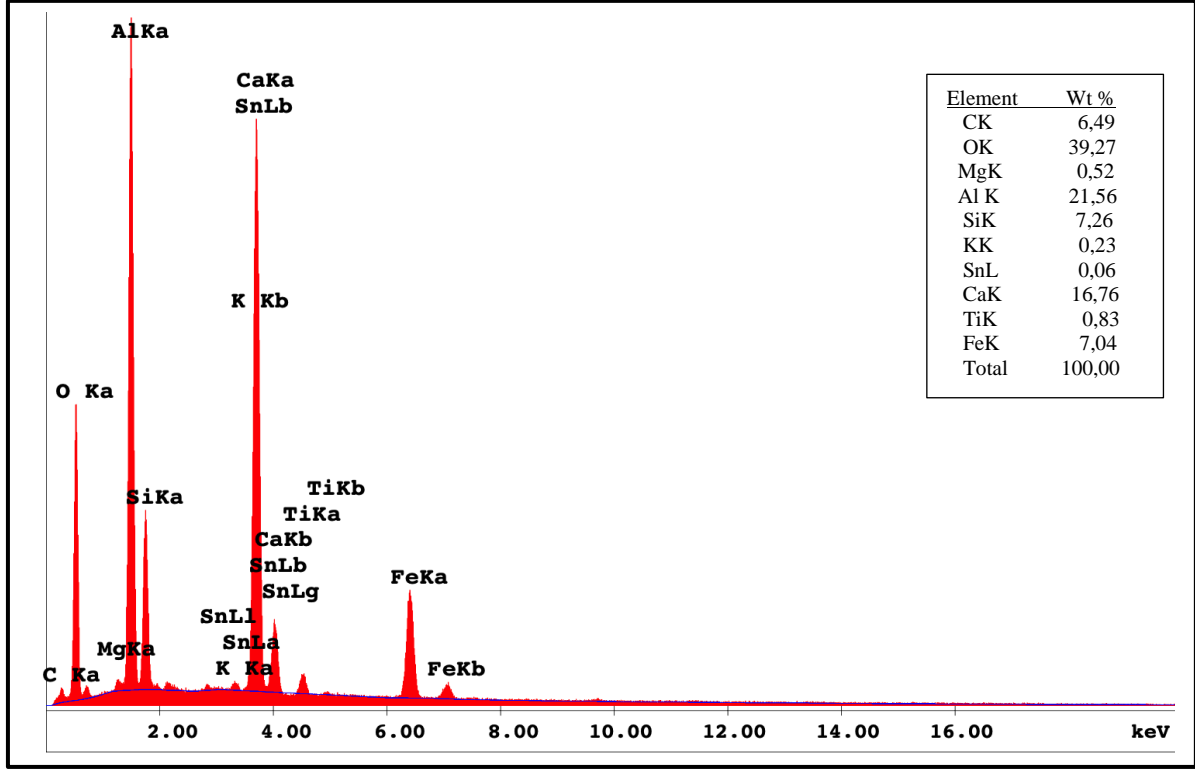
Mullit seramiklerde alüminadaki yüksek oksijen içeriği nedeniyle, belirli bir kütlede oksijen elementi gereklidir. Alüminanın ikame edilmesi üzerine, sistemdeki alüminyum miktarı azalır, bu da XRD modelinde alümina ile ilişkili tepe noktalarının azalmasına ve nihayetinde kaybolmasına yol açar [48].



Resim 5.2. Terkip 9 SEM görüntüleri (a) 500 (b) 1000 (c) ve (d) 2000 büyütmelerinde

Resim 5.2'deki mikroyapı görüntüleri incelendiğinde, terkip 9'un bünyesinin farklı fazlardan oluştuğu, boyut dağılımı homojen olmayan tanelerden oluştuğu ve düşük oranda gözenek içerdiği görülmektedir.

Kaolin numunelerinin artan sıcaklıkla yoğunlaşmasının gözlemlendiği kırılma yüzeyleri plaka benzeri yapı ham kaolin numunesinde tanınır ve ayrıca 1100°C sıcaklıkta ateşlenen numunede kaolinit kristallerinin şekli tamamen mullite dönüşmesine rağmen yüksek sıcaklıklara ateşleme sırasında korunur. Genellikle kaolinit ile ilişkilendirilebilen alüminyum pirofillitin sulu silikası durumunda SEM gözlemleri, orijinal ve ısıtılmış (1200°C'ye kadar) kristallerin şeklinin aynı olduğunu doğrulamaktadır [49].

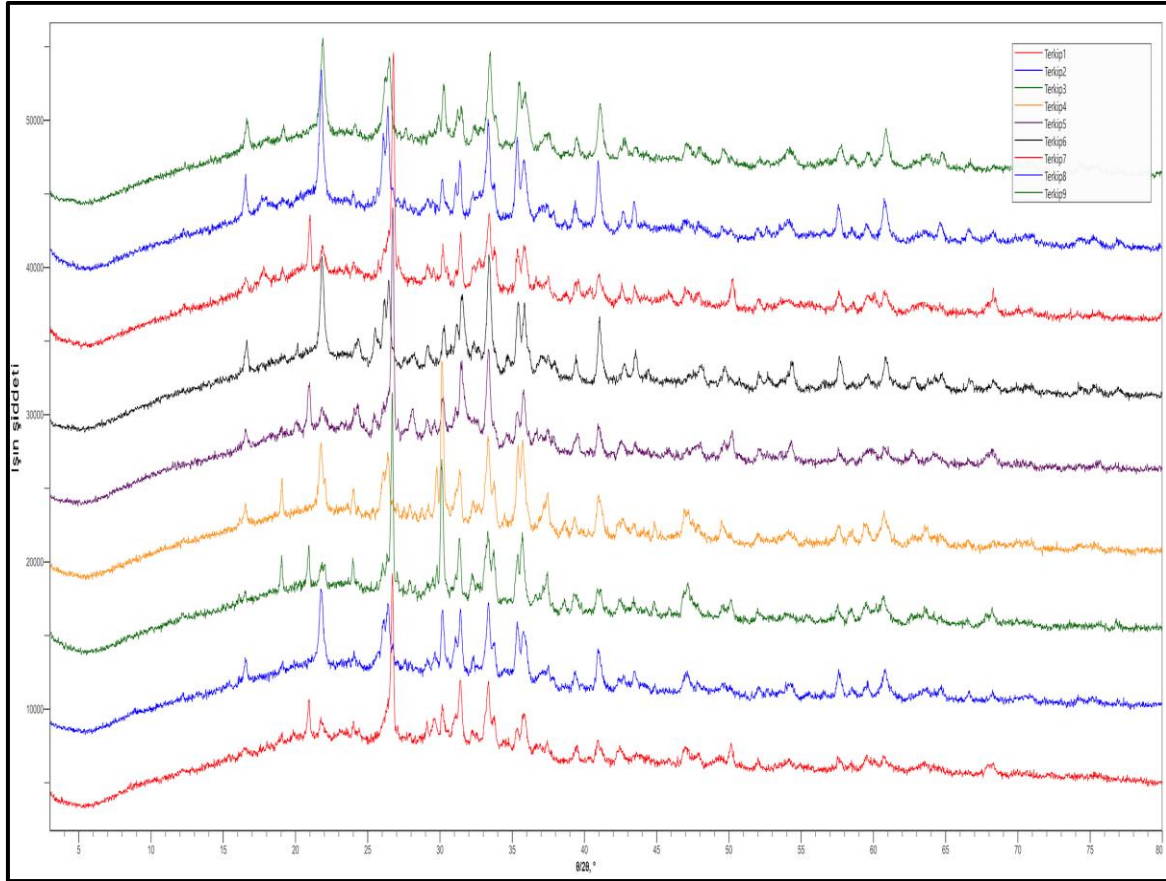


Şekil 5.50. Terkip 9 EDX sonucu

Şekil 5.50’de Terkip 9 numunesinde kütlece %6,49 karbon, %39,27 oksijen, %0,52 magnezyum, %21,56 alüminyum, %7,26 silisyum, %0,23 potasyum, %0,06 kalay, %16,76 kalsiyum, %0,83 titan, %7,04 demir bulunduğu tespit edilmiştir.

EDX nokta tarama analizinde Al, Si atom oranı, 3:1 mullitinkiyle yakından uyumludur. İyi tanımlanmış mullit yapılarının varlığını düşündüren tam bir tane şekli sergiler [48].

Şekil 5.51’de terkip 1’den terkip 9’a kadar kompozit malzemeler (ateş betonlarının) XRD analizleri verilmiştir.



Şekil 5.51. Terkip 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 XRD analizleri

Terkip 10 polimerik kompozit malzeme analiz sonuçları

Çizelge 5.60'da polimerik kompozit malzeme için fiziksel özellikler verilmiştir.

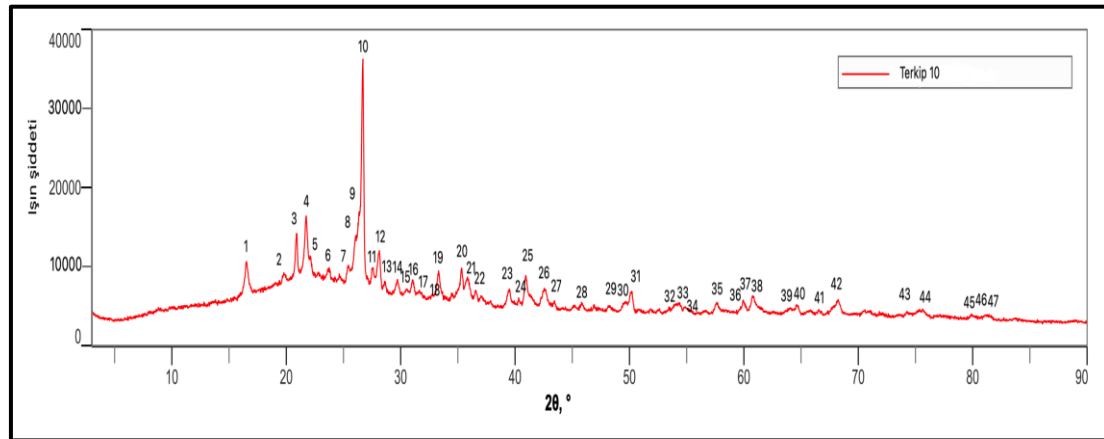
Çizelge 5.60. Terkip 10 polimerik kompozit malzeme için fiziksel özellikler

Hacim Ağırlığı	2,03 gr/cm ³
Kıvam Suyu	%24,97
Soğukta Basma Mukavemeti	128,4 N/mm ²
Rutubet	%1,56
Görünür Porozite	%3,20

Çizelge 5.61'de pişmiş polimerik kompozit malzemenin kimyasal analiz sonucu verilmiştir.

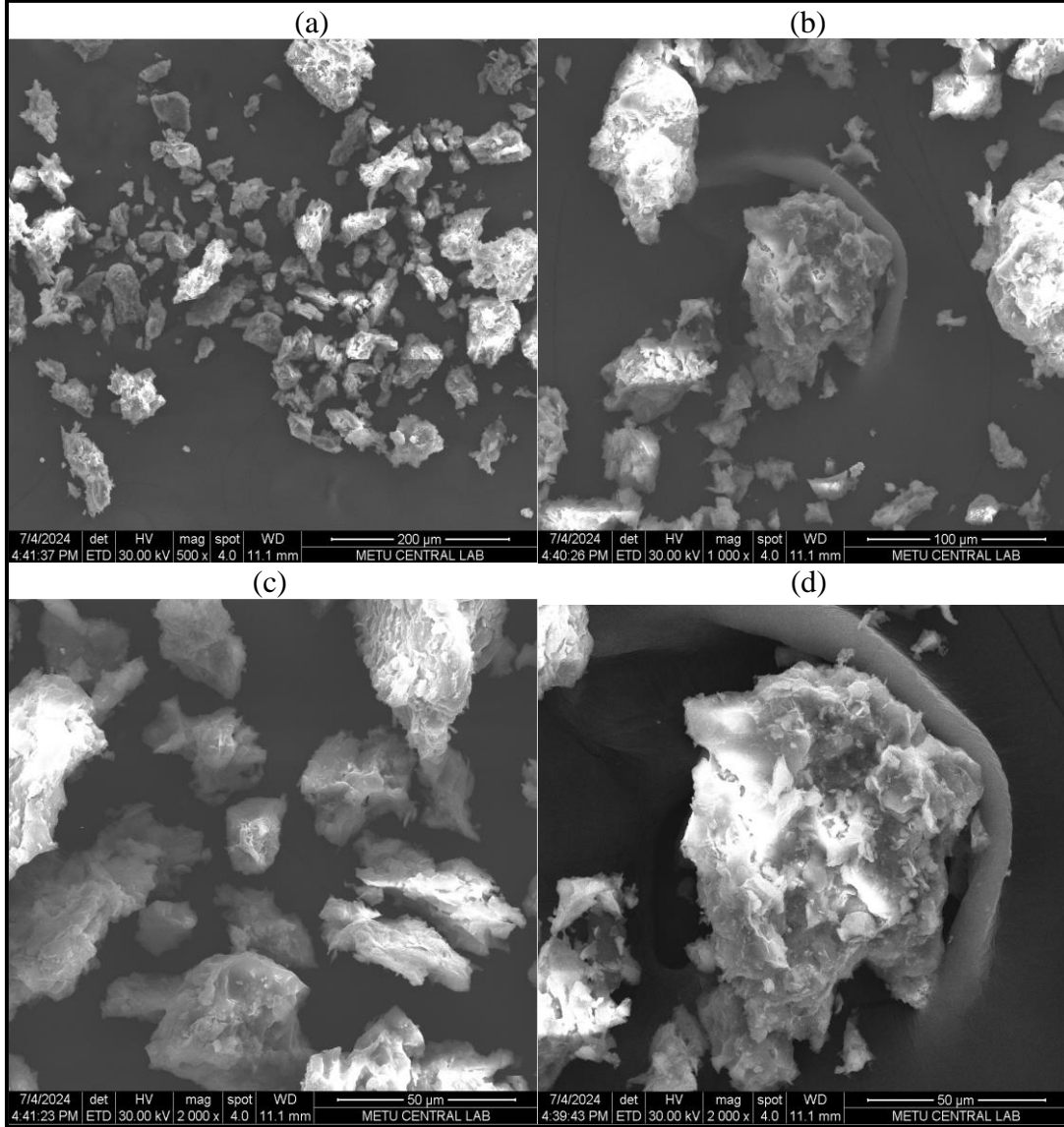
Çizelge 5.61. Terkip 10 pişmiş polimerik kompozit malzemenin kimyasal analizi

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (%)
B ₂ O ₃	3,56		
SiO ₂	50,6	Na ₂ O	0,143
Al ₂ O ₃	34,8	P ₂ O ₅	0,139
CaO	3,40	As ₂ O ₃	0,101
Fe ₂ O ₃	3,36	Cr ₂ O ₃	0,0984
TiO ₂	2,48	MnO	0,0736
MgO	2,08	NiO	0,0165
K ₂ O	1,85	ZnO	0,0149
SO ₃	0,409	Rb ₂ O	0,0215
SrO	0,231	Ga ₂ O ₃	0,0156
ZrO ₂	0,171	Nb ₂ O ₅	0,0141



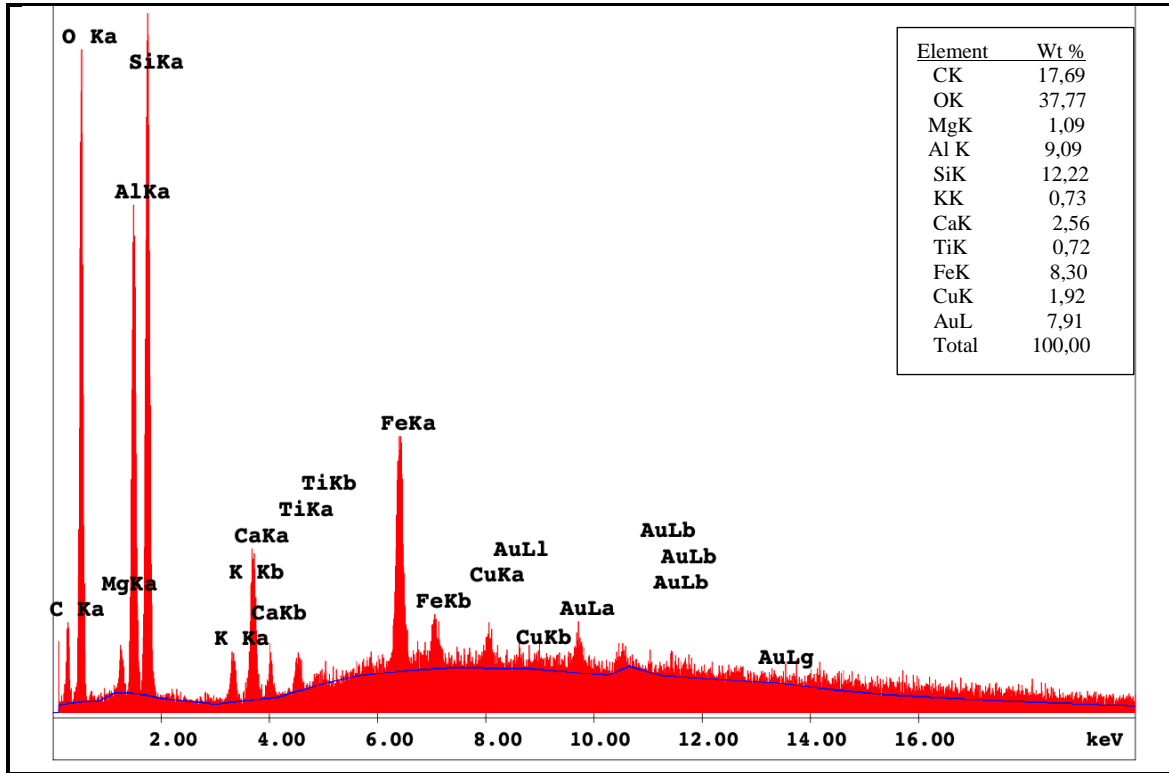
Şekil 5.52. Terkip 10 XRD analizi

XRD analiz sonucuna göre terkip 10 polimerik kompozit malzemesi için Şekil 5.52’de 1, 6, 8, 9, 16, 19, 20, 23, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 32, 33, 35, 36, 38, 39, 40, 41, 43, 44, 46, 47 nolu pikler mullit fazını, 3, 10, 22, 23, 24, 26, 28, 31, 34, 37, 39, 42, 44, 45, 47 nolu pikler kuvars fazını, 4, 42, 45 nolu pikler yüksek oranda kristobalit - kristobalit-β fazlarını, 5, 6, 8, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 20, 21, 22, 25, 27, 30, 31, 33 nolu pikler anortit-Na yatağı fazlarını göstermektedir. 10 nolu pikde 26,670° açısında ışın şiddetinin maksimum olduğu anortit+Na yatağı fazları görülmektedir. Terkip 10 yüksek miktarda SiO₂ içerdiği için kristobalit fazı, yüksek miktarda Al₂O₃ içerdiği için anortit fazı oluşmuştur. 1 nolu pikde 16,495° açısında mullit, 4 nolu pikde 21,703° açısında yüksek oranda kristobalit + kristobalit-β fazları görülmektedir. 2, 7, 18 nolu pikler bilinmemektedir.



Resim 5.3. Terkip 10 SEM görüntüleri (a) 500 (b) 1000 (c) ve (d) 2000 büyütmelerinde

Resim 5.3'deki mikroyapı görüntüleri incelendiğinde, terkip 10'un bünyesinin farklı fazlardan oluştuğu, boyut dağılımı homojen olmayan tanelerden oluştuğu ve çok düşük oranda gözenek içerdiği görülmektedir.



Şekil 5.53. Terkip 10 EDX sonucu

Şekil 5.53’de Terkip 10 numunesinde kütlece %17,69 karbon, %37,77 oksijen, %1,09 magnezyum, %9,09 alüminyum, %12,22 silisyum, %0,73 potasyum, %2,56 kalsiyum, %0,72 titan, %8,30 demir %1,92 bakır, %7,91 altın bulunduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 5.62’de mikrodalga ile zenginleştirilmiş atık numunesi ile hazırlanan ateş betonlarında %15, %10 ve %5 katkılı atık numuneleri kullanılmış %10 katkının optimum değer olduğu gözlenmiştir. Terkip 1, 2, 3, 4 için %15, Terkip 5, 6, 7, 8 için %5, Terkip 9, 10 için %10 katkılı mikrodalga cihazında 600 watt mikrodalga gücü ve 30 dakikada zenginleştirilmiş %33,33 ve %32,34 B₂O₃ içeren atık numuneleri kullanılarak 9 farklı reçete ile ateş betonu ve ayrıca 1 reçete ile polimerik kompozit malzeme üretilmiş istenilen anortit, kristobalit ve mullit fazları bulunmuştur. En iyi sonuçlar alınan terkip adı verilen ateş betonu karışımlarından terkip 4’de %15, terkip 8’de %5, terkip 9’da %10 katkılı atık numuneleri kullanılarak bir karşılaştırma yapılmıştır. Üçünde de kristobalit fazı gözlenmiştir ancak terkip 9, %10 katkılı atık numunesi kullanılması ile en iyi ateş betonu seçilmiştir. Terkip 9’un, terkip 4 ve terkip 8’e göre daha iyi olmasının nedenleri soğukta basma mukavemeti (SBM) değerinin en yüksek olması, porozite değeri açısından en düşük olması ve hacim ağırlığı en yüksek terkip olduğu için terkip 10 polimerik kompozit malzeme hazırlanması

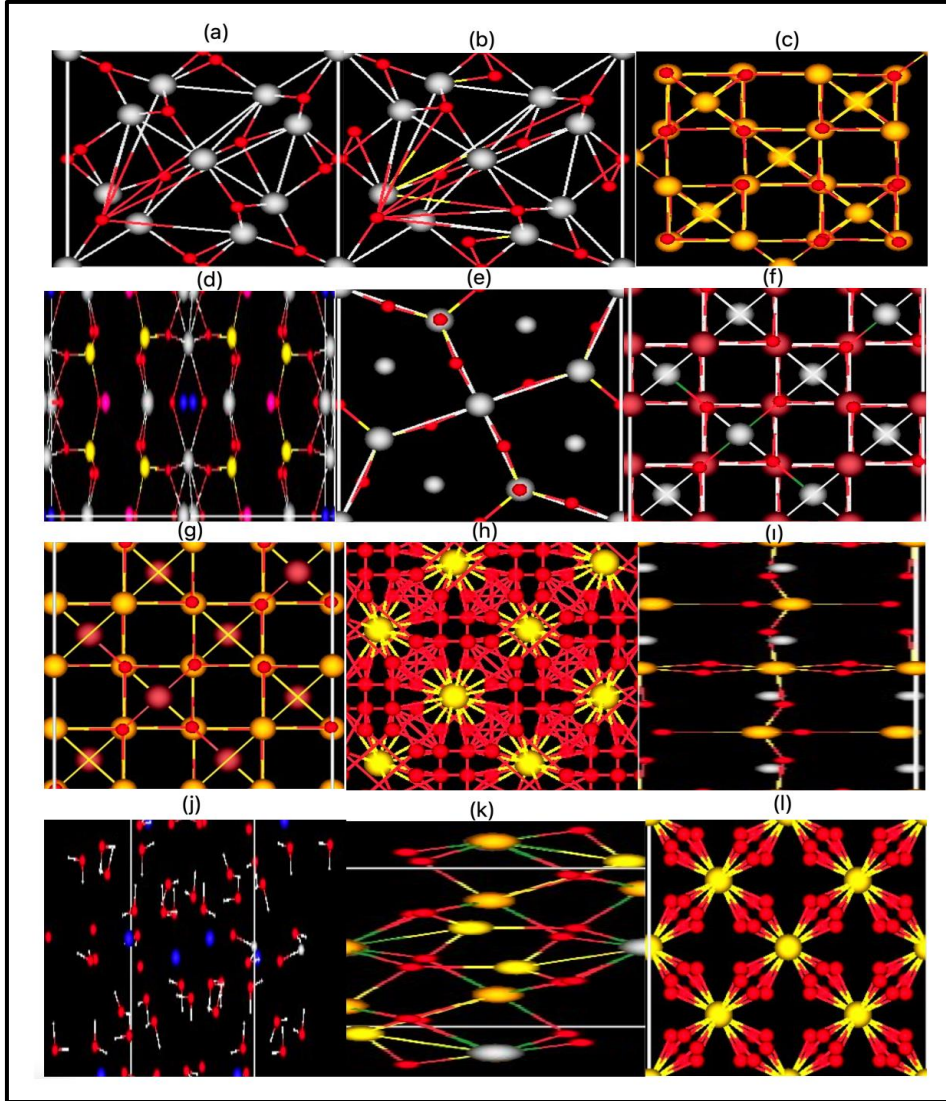
esnasında %10 katkılı atık numunesi kullanılmıştır. Ayrıca 4, 8, 9,10 terkiplerinde kullanılan hammadde olarak çin kaolin sinteri vardır. Vitrikiye atığı kullanılan terkiplere göre SBM değerini yükseltmiş, poroziteyi düşürmüştür.

Çizelge 5.62. 30 dk 600 W mikrodalga cihazı ile zenginleştirilmiş %33,33 ve %32,34 B₂O₃ içeren %5, %10, %15 katkılı atık numuneleri kullanılarak yapılan kompozit malzemelere (ateş betonlarına) ve polimerik kompozit malzemeye uygulanan analizlerin sonuçlarının karşılaştırılması

Kompozit malzemeler	Kullanılan malzemeler	Atık numune katkısı (%)	İstenilen faz	Hacim ağırlığı (gr/cm ³)	Porozite (%)	Soğukta basma mukavemeti (N/mm ²)
Terkip 1	Isıdac-40, vitrikiye atığı, atık numunesi	15	Gehlenit, levantit, kuvars, hematit	2,13	5,00	200,9
Terkip 2	Isıdac-40, çin kaolin sinteri, atık numunesi	15	Mullit, nanpingit - 2M1, opal, li Mg ferrite - lityum magnezyum demir (III) oksit, gehlenit, Mg yatağı	2,14	5,21	260,3
Terkip 3	Isıdac-40, vitrikiye atığı, atık numunesi sinteri	15	Krotit, mervinit, düşük oranda kuvars	2,11	4,34	235,5
Terkip 4	Isıdac-40, çin kaolin sinteri, atık numunesi sinteri	15	Natron, krotit, kristobalit-beta, hematit	2,05	3,75	270,5
Terkip 5	Isıdac-40, vitrikiye atığı, atık numunesi	5	Mullit, pikromerit, lamprofillit-2M, SiO ₂ -kuvars, hematit	2,02	5,17	268,3
Terkip 6	Isıdac-40, çin kaolin sinteri, atık numunesi	5	Mullit, pikromerit, diominyetik (NR), hematit	2,00	4,17	270,5
Terkip 7	Isıdac-40, vitrikiye atığı, atık numunesi sinteri	5	Mullit, krotit, SiO ₂ - düşük oranda kuvars-kuvars, kokromit	2,08	4,21	258,3
Terkip 8	Isıdac-40, çin kaolin sinteri, atık numunesi sinteri	5	Mullit, kristobalit, hidroksilklinohümit -Ti yatağı, magnezyokromit-Fe yatağı	2,09	3,56	280,3
Terkip 9	Isıdac-40, çin kaolin sinteri, atık numunesi sinteri	10	Mullit, kristobalit, kahverengimillerit, franklinit	2,07	3,41	290,5
Terkip 10	Bağlama kili, çin kaolin sinteri, atık numunesi	10	Mullit, kuvars, yüksek oranda kristobalit-kristobalit-β, anortit-Na yatağı	2,03	3,20	128,4

Çin kaolini $Al_2O_3 - 2SiO_2 - 2H_2O$ beyaz renkte pişen genellikle %2'den az alkali ve daha az miktarda demir, kireç, magnezya ve titanyum içerir. Saflığı nedeniyle kaolin yüksek bir füzyon noktasına sahiptir ve tüm killer arasında en refrakter olanıdır. Tek başına kaolinler, sıhhi tesisat, seramik ve refrakter dökümünde yaygın olarak kullanılır [50].

Resim 5.4'de istenilen fazların kristal yapısının resimleri sunulmuştur.



Resim 5.4. İstenilen fazların kristal yapı görüntüleri a) Terkip 2 için oluşan mullit, b) Terkip 5 için oluşan mullit, c) Terkip 2 için oluşan Li Mg ferrit, lityum magnezyum demir (III) oksit, d) Terkip 5 için lamprofillit -2M, e) Terkip 2 için oluşan gehlenit, Mg yatağı (f) Terkip 8 için oluşan magnezyokromit+Fe yatağı, g) Terkip 9 için oluşan franklinit, h) Terkip 10 için oluşan yüksek oranda kristobalit + kristobalit- β , i) Terkip 9 için oluşan kahverengi millerit, j) Terkip 4 için oluşan natron, k) Terkip 8 için oluşan hidroksilkinohümit+Ti yatağı, l) Terkip 4 için oluşan kristobalit- β

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Espey atık barajı numunesinin %B₂O₃ değerleri yakın olduğu için +0,045 mm ve -0,045 mm tane boyutlarında 2 fraksiyona ayrılarak mikrodalga cihazı kullanılarak atık numunelerini zenginleştirme deneyleri yapılmıştır. +0,045 mm tane boyutunda yüksek oranda konsantre tenörü %33,33, konsantre ürün verimi %85,70, düşük atık tenörü %22,39 ve atık verimi %14,30, -0,045 mm tane boyutunda yüksek oranda konsantre tenörü %32,34, konsantre ürün verimi %93,96, düşük atık tenörü %25,96 ve atık verimi %6,04 30 dakika 600 wattta elde edilmiştir. Deneysel çalışmalarda mikrodalga cihazı kullanılarak atık numunedeki B₂O₃ oranı %15,22'den %33,33 ve %32,34'e 600 watt mikrodalga gücü ve 30 dakika kalma süresinde ulaşılmıştır. Deneysel çalışmalardaki veriler kullanılarak bir optimizasyon çalışması gerçekleştirilmiştir. Daha sonra %15,22 B₂O₃ içeren atık numuneleri ve %33,33 ve %32,34 B₂O₃ içeren zenginleştirilmiş atık numuneleri ile kompozit malzeme çalışmaları yapılmıştır.

Optimizasyon çalışmasında geliştirilen modellerin yeterliliğini doğrulamak için değişkenlerin varyans analizi regresyon (ANOVA) yapılmıştır. ANOVA aşağıdakileri değerlendirmek için kullanılır. Değişken faktörler arasındaki etkileşimler ve bunların ilgili yanıtlarıdır [51]. Model şu şekilde bulunabilir: p değeri 0,05'ten düşük olduğunda anlamlı model Çizelge 5.20 sonuçları modelin öngörülebilirliğinin %99,9'luk güven düzeyi tahmin edilen yanıtın deneysel olarak elde edilen yanıtla karşılık geldiğini gösterir. Modellerin deneysel Fisher % değerleri +0,045 mm tane boyutunda konsantre tenörü ve konsantre verimi için sırasıyla 28,37 ve 10,88, atık tenörü ve atık verimi için 15,68 ve 6,00 mertebesindedir.

F testi deneysel bir değer için daha dikkat çekici olduğunu ve F kritik değerinden (=3,69) daha yüksek olması modelin anlamlı olduğunu gösterir. Aslında modellerin önemli olduğunu görüyoruz. ($F_{\text{konsantre tenör}} > F_{\text{kritik}}$, $F_{\text{konsantre verimi}} > F_{\text{kritik}}$) Böylece p değeri ne kadar küçükse (< 0,05) model o kadar anlamlıdır. Bu nedenle küçük p değerleri modellerin konsantre tenörü zenginliği ve konsantre tenörü verimliliği açısından istatistiksel olarak anlamlıdır. Model seçilen değişken aralığında tahmin için yeterlidir. Süreç değişkenlerinin anlamlılığı p ve F değeri ile kontrol edilmiştir. Sonuçlar yüksek F değerleri, düşük p değerlerine sahip olduğu için kullanılan modellerin anlamlı olduğunu göstermektedir. Konsantre +0,045 mm

tane boyutunda tenör zenginliği ve tenör verimine yönelik varyans analizi ANOVA çözelgelerinde özetlenmektedir.

Dolayısıyla bu optimizasyon çalışmasından elde edilen yüksek R^2 değerleri nihai indirgenmiş modeller kullanılarak yapılan tahminler için yeterlidir. Ayrıca düzeltilmiş R^2 'nin yaklaşık yüksek değeri geliştirilen modellerin tahmin edici bir şekilde tanımlama yeteneğini gösterir. Tahmin edilen regresyon modelindeki bir değişken, değişkenin p değeri 0,05 den küçükse anlamlı olarak belirtilir. Bir tane doğrusal değişken (X_1), 2 tane 2.dereceden terim (X_1^2, X_2^2) hem konsantre ve atık tenörü hem de konsantre ve atık verimi üzerinde önemli etkiler ($p < 0,05$) olduğunu göstermiştir. Konsantre zenginleştirmesinde yer alan tüm faktörlerin (X_1, X_2) doğrusal, ikinci dereceden etkisi olarak önemli olduğundan, mikrodalgada kalma süresi ve mikrodalga gücü konsantre tenörünün zenginleştirilmesinde önemli ölçüde katkıda bulunmuştur.

Çoklu belirlenen katsayıların irdelenmesiyle ve varyans analizi performansı ile deneysel veri ikinci derece polinom modele uymuştur ve çıkartılan eşitlikler, cevaptaki geçerliliği tanımlayabilmek için değerlendirilmiştir.

ANOVA, bulunan regresyon eşitliğini analiz etmek için kullanılmıştır. F testi ve p testi kullanarak, katsayıların önemi %95 güven aralığında ölçülmüştür. F testinin sonuçları herbir katsayı değişkeninin anlamlılığını göstermiştir, Mikrodalga kalma süresi ile mikrodalga gücü arasındaki etkileşimin önemsizliği ortaya çıkan p değeri ile belirlenmiştir.

Eğer p değeri, F değeri artarken azalıyorsa tahmin edilen modelin anlamlı olduğunu göstermektedir. Daha da önemlisi, p değerleri $< 0,05 < 0,01$ ve $< 0,001$ olduğunda model terimleri, sırasıyla anlamlı, son derece anlamlı ve etkileyici derecede anlamlıdır. Ek olarak, model terimleri, p değeri 0,05'den büyük değerleri için anlamsız olduğu bulunmuştur.

Optimizasyon sonucunda kolemanit atığındaki B_2O_3 oranı %15,22'den %33,33'e ve %32,34'e 490 watt mikrodalga gücü ve 35 dakika kalma süresinde ulaşılmıştır [52].

Kompozit malzemeler yapımı çalışmasında %15,22 B_2O_3 içeren atık numuneleri kullanılarak 4 farklı reçete ile ateş betonu üretilerek istenilen anortit ve albit fazları bulunmuştur.

Mikrodalga ile %33,33 ve %32,34 B_2O_3 içeren zenginleştirilmiş %5, %10 ve %15 katkılı atık numuneleri ile hazırlanan ateş betonlarında %10 katkının optimum değer olduğu gözlenmiştir. 9 farklı reçete ile ateş betonu ve ayrıca 1 reçete ile polimerik kompozit malzeme üretilmiş istenilen anortit, kristobalit ve mullit fazları bulunmuştur.

Çalışma sıcaklığı ne kadar yüksek olursa refrakterlik yüksek olur, en az boşluk olur, bor $1300^\circ C$ 'de eriyen bir malzeme olduğu için $1100^\circ C$ 'nin üzerindeki sıcaklıkta eriyerek sıvı faza geçeceği için pişirme sıcaklığı olarak $1100^\circ C$ seçilmiş ve bu sıcaklıkta cam faz oluşmuştur.

Cam sistemi, yüksek erime sıcaklıkları gerektirir ve bu nedenle P_2O_5 veya B_2O_3 gerekli erime sıcaklığını düşürmek için uygun olabilir [53].

Sonuçta terkip 10 için istenilen tüm fazlar mullit, kuvars, yüksek oranda kristobalit ve anortit oluşmuştur. Polimerik kompozit malzemelerin SBM'leri ateş betonlarına göre daha düşük değerdedirler. Analiz sonuçlarından görülmüştür. Bor refrakter olarak çok büyük bir indirgen olması nedeniyle cam fazı oluşumu çok daha düşük sıcaklıkta meydana gelmekte ve malzemenin yüzeyinde bir zırh oluşturmaktadır. Bu yüzden malzemede B_2O_3 oranı % 3,56 yüksek çıkmıştır. Terkip 10 yüksek miktarda silis içerdiği için kristobalit fazı oluşmuştur. Bu polimerik kompozit malzeme peyzajda, binaların kaplanmasında, dekorasyonunda ve anti asit ortamlarda kullanılabilir.

KAYNAKLAR

1. İnternet: Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü (2023). Bor Sektör Raporu. URL: <https://www.etimaden.gov.tr/storage/2023%20YILI%20BOR%20SEKT%C3%96R%20RAPORU.pdf>, Son Erişim Tarihi: 10.06.2024.
2. Yiğitbaşıoğlu, H. (2004). Türkiye için önemli bir maden: bor. *Coğrafi Bilimler Dergisi*, 2(2), 13 – 25.
3. Çiftçi, H., ve Atik, S. (2015). Kolemanit artığının mekanik aşındırma ve ısı ile dağıtma yöntemleri ile zenginleştirilmesi. *Suleyman Demirel University Journal of Natural and Applied Science*, 19(1), 57-62.
4. Kocakuşak, S., Köroğlu, H.J., Ekinci, E., and Tolun, R. (1995). Production of anhydrous borax using microwave heating. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 34(3), 881-885.
5. İnternet: Kompozit Kimya. URL: <https://kompozitkimya.com.tr>, Son Erişim Tarihi: 10.06.2024.
6. İnternet: Kiltaş A.Ş. URL: <https://kiltas.com.tr>, Son Erişim Tarihi: 10.06.2024.
7. Çakı, M. (2024). Anadolu Üniversitesi Güzel Sanatlar Fakültesi Seramik-Cam Bölümü Bilgi Notu. Eskişehir: Anadolu Üniversitesi.
8. Basu, B. and Balani, K. (2011). *Advanced structural ceramics*. New Jersey: John Wiley and Sons. 7, 132.
9. Durmaz, K. (2018). *Eti Maden İşletmeleri Hisarcık barajı atıklarının seramik sektöründe kullanılabilirliğinin araştırılması*. Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya, 16.
10. Sayın, Z. E., Yiğit, A. ve Savaş, M. (2023). Emet espey konsantratör tesisi düşük tenörlü kolemanit konsantrasyonunun hidrosiklon ile bor içeriğinin yükseltilmesi. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 23(4), 1072-1080.
11. Büyükyıldız, E. (2007). *Emet borik asit fabrikası atıklarından borun kazanılması*. Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya, 52.
12. Bütüner, R., and Aydın, A. (2016). Enrichment of low grade Eti Mine-Espey colemanite stocks using microwave methods. *Journal of Environmental Science and Engineering*, A5, 327-332.
13. Aydın, A. (2016, May). Enrichment of tailings at Eti Mine- Hisarcık waste dam by using thermal processing. In *International Conference on Engineering and Natural Sciences*, (p. 2733-2739) Sarajevo, Bosnia and Herzegovina.
14. Eskibalçcı, M. F. (2007). *Cevher hazırlama ve zenginleştirmede mikrodalga enerjisinin kullanılabilirliğinin araştırılması*. Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 7-25.

15. Bütüner, R. (2011). *Emet bölgesi düşük tenörlü kolemanit stoklarının değerlendirilebilirliğinin araştırılması*. Doktora Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya, 12-32.
16. Ak, M. (2011). *Emet Bor İşletme Müdürlüğü Hisarcık ve Espey konsantratör atıklarının mikrodalga enerjisi yardımıyla zenginleştirilebilirliğinin araştırılması*. Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya, 14-28.
17. Doğan, M. Z., Kaytaç, Y., Önal, G., ve Perek, K. T. (1997). *Bigadiç ve Kestelek bor artıklarının ısıtma işlemi, elektrostatik ayırma ve flotasyon ile zenginleştirme olanaklarının araştırılması*. 2. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, 16-17 Ekim, İzmir, 76-84.
18. Kayandan, İ., Pehlevan, V., Çağlayan ve Türedi, S. (2004). *Düşük tenörlü kolemanit cevherinin kalsinasyon yöntemi ile zenginleştirilmesi*. II. Uluslararası Bor Sempozyumu, Eskişehir, 59-64.
19. Sevim, U.K., Öztürk, M., Ontürk, S., and Balçıkanlı Bankır, M. (2019). Utilization of boron waste borogypsum in mortar. *Journal of Building Engineering*, 22, 496-503.
20. Al-dhawi, B., Kutty, S., Alawag, A., Almahbashi, N., Al-Towayti, F., Algamili, A., Aminu, N., Al-Mekhlafi, A., Birniwa, A., and Jagaba, A. (2023). Optimal parameters for boron recovery in a batch adsorption study: Synthesis, characterization, regeneration, kinetics, and isotherm studies. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, 8, 1-12.
21. Atıklar, U., Demir, H., Tokatlı, F., Tihminlioğlu, F., Balköse, D., and Ülkü, S. (2006). Optimisation of the effect of colemanite as a new synergistic agent in an intumescent system. *Polymer Degredation and Stability*, 91, 1563-1570.
22. Akpınar, S., Evcin, A., and Ozdemir, Y. (2017). Effect of calcined colemanite additions on properties of hard porcelain body. *Ceramics International*, 43, 8364–8371.
23. Köseoğlu, K., İsrail, L.İ., Tınaz, E., Öztürk, E. ve Kıran, H. (2014). Atık kordiyeritlerin seramik sektöründe kullanım olanaklarının araştırılması. *Engineer & the Machinery*, 649, 69-73.
24. Kara, C., Kütük, S., Kütük Sert, T. (2023). Improvement of the durability of concrete by substitution of raw ground colemanite. *Case Studies in Construction Materials*, 19, 1-14.
25. Hernández, M.F., Lopez, P.V., Conconi, M.S., and Rendtorff, N.M. (2022). Effect of boron sources in the thermal behavior of a clay-based ceramics. *Open Ceramics*, 9, 1-9.
26. Kurama, S., and Özel, E. (2009). The influence of different CaO source in the production of anorthite ceramics. *Ceramics International*, 35, 827–830.
27. Pal, M., Das, S. and Das, S.K. (2015). Anorthite porcelain: synthesis, phase and microstructural evolution. *Bulletin of Materials Science*, 38(2), 551–555.
28. Heimann, R.B. (2010). *Classic and advanced ceramics: From fundamentals to applications*. New Jersey: John Wiley & Sons, 88-89.

29. Köseçavuş, M. (2007). *Volkanik tüften anortit sentezi ve karakterizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 4-32.
30. Yakıcı, S. (2014). *Endüstriyel hammaddelerden bor katkısıyla anortit üretimi*. Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 7-25.
31. Gogtas, C.F., Lopez, H. and Sobolev, K.L. (2014). Role of cement content on the properties of self-flowing Al₂O₃ refractory. *Journal of the European Ceramic Society*, 34, 1365–1373.
32. Zawrah, M.F.M. and Khalil, N. M. (2001). Effect of mullite formation on properties of refractory castables. *Ceramics International*, 27, 689–94.
33. Zanelli, C., Domínguez, E., Iglesias, C., Conte, S., Molinari, C., Soldati, R., Guarini, G., and Dondi, M. (2019). Recycling of residual boron muds into ceramic tiles. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 58, 199–210.
34. Heinrich, G., and Aneziris, C. (2007). Use of borax solid wastes in ceramics' world. In *Proceedings of the Xth Conference and Exhibition of the European Ceramic Society, Berlin* (p. 1773-1778).
35. Mergen, A. and Aslanoğlu, Z. (2003). Low-temperature fabrication of anorthite ceramics from kaolinite and calcium carbonate with boron oxide addition. *Ceramics International*, 29(6), 667-670.
36. Pal, M. and Das, S.K. (2012). Indoceram. *All India Marine Pilots' Association*, 29, 17-25.
37. Pal, M., Das, S. and Das, S. K. (2015). Anorthite porcelain: synthesis, phase and microstructural evolution. *Bulletin of Materials Science*, 38, 551-555.
38. Tai, W. P., Kimura, K. and Jinnai, K. (2002). A new approach to anorthite porcelain bodies using nonplastic raw materials. *Journal of the European Ceramic Society*, 22(4), 463-470.
39. Myers, R.H., Montgomery, D.C., and Anderson - Cook, C.M. (2016). *Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments*. New Jersey: John Wiley and Sons, 1-162.
40. TS 13664 (2017). *Sanayide kullanılan ham sodyum borat -Bor trioksit (B₂O₃) tayini - Titrimetrik yöntem*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü, 14-45.
41. Yi, S., Su, Y., Qi, B., Su, Z., and Wan, Y. (2010). Application of response surface methodology and central composite rotatable design in optimizing the preparation conditions of vinyltriethoxysilane modified silicalite/polydimethylsiloxane hybrid pervaporation membranes. *Separation and Purification Technology*, 71(2), 252- 262.
42. İnternet: Çaytaş Ateş Tuğla Sanayi ve Ticaret Anonim Şirketi. URL: <https://www.caytasatestugla.com.tr>, Son Erişim Tarihi: 10.06.2024.

43. TS EN 993-5, (2020). *Refrakter- ürünler-yoğun şekillendirilmiş – deney metotları-bölüm 5: Soğuk kırılma mukavemetinin tayini*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü, 24-50.
44. TS EN 993-1, (2020). *Yoğun refrakter mamuller için deney metotları-Kısım 1: Kaba yoğunluk, görünür porozite ve hakiki porozitenin tayini*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü, 13-45.
45. Lakens, D. (2013). Calculating and reporting effect sizes to facilitate cumulative science: a practical primer for t-tests and ANOVAs. *Frontiers in psychology*, 4, 863.
46. Wu, M. C., Lee, S., Cai, T., Li, Y., Boehnke, M. and Lin, X. (2011). Rare-variant association testing for sequencing data with the sequence kernel association test. *The American Journal of Human Genetics*, 89(1), 82-93.
47. Kazemi, A., Faghihi-Sani, M. A. and Alizadeh, H. R. (2013). Investigation on cristobalite crystallization in silica-based ceramic cores for investment casting. *Journal of the European Ceramic Society*, 33, 3397-3402.
48. Shao, Y., Lin, L., Xu, J., Wang, H., Xia, C., Feng, X., and Gao, F. (2024). Near-zero sintering shrinkage porous mullite ceramics with high porosity and low thermal conductivity. *Ceramics International*, 50, 29738- 29746.
49. Ondro, T., Al-Shantir, O., C, Stefan, C., Lukac, F., and Trnik, A. (2019). Kinetic analysis of sinter-crystallization of mullite and cristobalite from kaolinite. *Thermochimica Acta*, 678, 178312.
50. Harper, C. (2001). *Handbook of ceramics*. New York: McGraw Hill Professional, A-38., 763.
51. Adelodun, B., Ajibade, F.O., Ogunshina, M.S., and Choi, K. (2019). Dosage and settling time course optimization of *Moringa oleifera* in municipal wastewater treatment using response surface methodology. *Desalination Water Treatment*, 167, 45–56.
52. Kahvecioğlu, A., Mürtezaoğlu, K., Zeybek, Z., ve Aydın, A. (2024). Espey Kolemanit atıklarının mikrodalga yöntemiyle zenginleştirilmesinde cevap yüzey yönteminin (RSM) uygulanması. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 27(3), (yayım sürecinde).
53. Hunger, A., Carl, G., and Rüssel, C. (2010). Formation of nano-crystalline quartz crystals from ZnO/MgO/Al₂O₃/TiO₂/ZrO₂/SiO₂ glasses. *Solid State Sciences*, 12, 1570-1574.

EKLER

EK 1. Kodlaşmış Değerlerin Zaman İçin Örnek Hesaplama

$$+1 = \frac{\xi_i^{\text{maksimum}} - \xi_i^{\text{ortalama}}}{\Delta \xi_i}$$

$$+1 = \frac{60-35}{\left(\frac{60-10}{2}\right)}$$

$$+1 = \frac{25}{25}$$

$$-1 = \frac{\xi_i^{\text{minimum}} - \xi_i^{\text{ortalama}}}{\Delta \xi_i}$$

$$-1 = \frac{10 - 35}{\left(\frac{60-10}{2}\right)}$$

$$-1 = \frac{-25}{25}$$

EK 2. Atık Numuneli Sinterleştirilmiş Malzeme Oluşurken Ateş Kaybı Hesaplanması

Atık numunesinde ateş kaybı hesabı:

$$\text{Atık numunesi} + \text{Pota darası} = 750 \text{ gr} + 3467,85 \text{ gr} = 4217,85 \text{ gr}$$

$$\text{Pişirme sonrası tartım} = 4051,78 \text{ gr}$$

$$\text{Sinterlenmiş atık numunesi} = \text{Pişirme sonrası tartım} - \text{Pota darası}$$

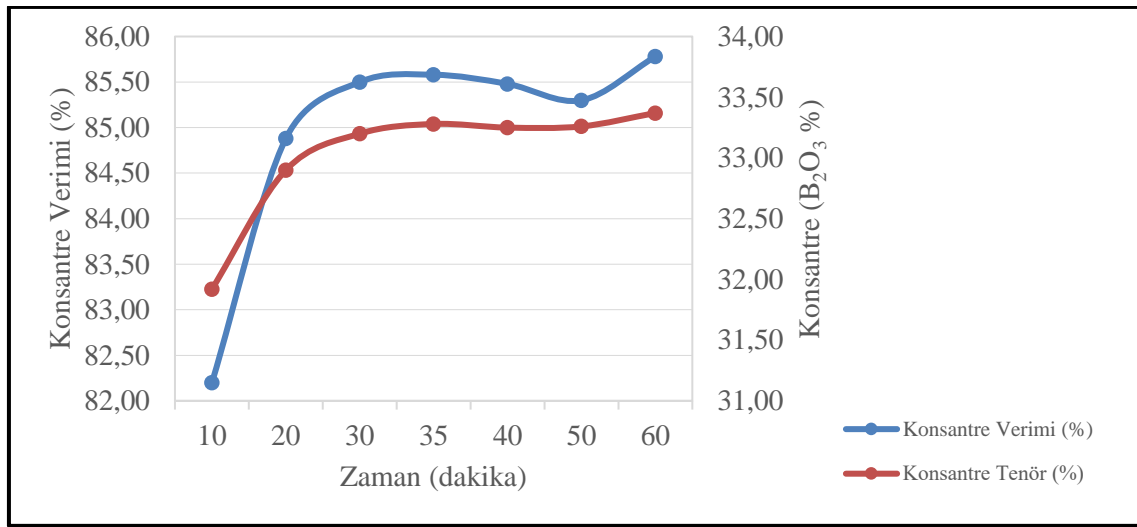
$$\text{Sinterlenmiş atık numunesi} = 4051,78 \text{ gr} - 3467,85 \text{ gr} = 583,93 \text{ gr}$$

$$\text{Pişirmeden önceki atık numunesi} - \text{Sinterlenmiş atık numunesi} = 750 \text{ gr} - 583,93 \text{ gr} = 166,07 \text{ gr}$$

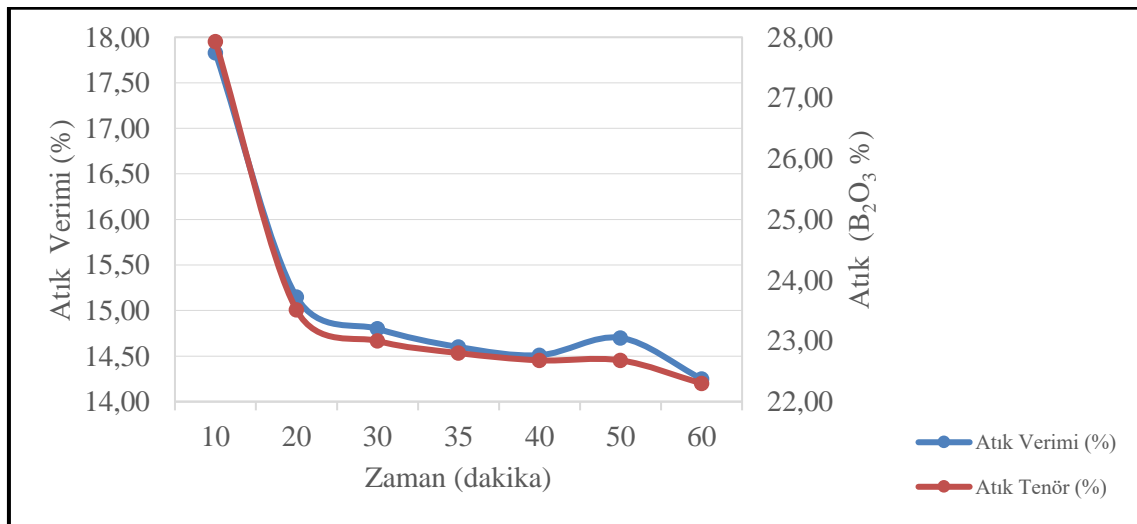
$$\text{Atık numunesi ateş kaybı} = (166,07 \div 750) \times 100 = \% 22,14 \text{ bulunmuştur.}$$

EK 3. +0,045 mm ve -0,045 mm Tane Boyutlarındaki Atık Numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 Dakika Boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 Watt Mikrodalga Güçlerinde Konsantre ve Atık Ürünlerin Tenör ve Verim Değerleri Bulunması

+0,045 mm tane boyutundaki atık numunelerin aşağıdaki grafiklerden 10, 20, 30, 40, 50, 60 dakika boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 watt mikrodalga güçlerinde konsantre ve atık ürünlerin tenör ve verim değerleri bulunmuştur.

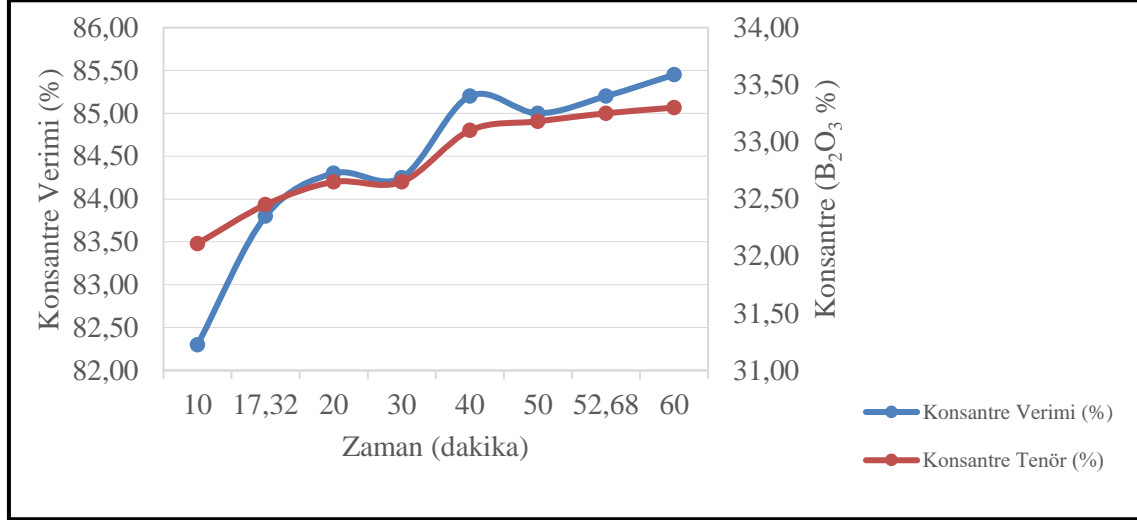


Şekil 3.1. +0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 490 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı konsantre ürün sonuçları.

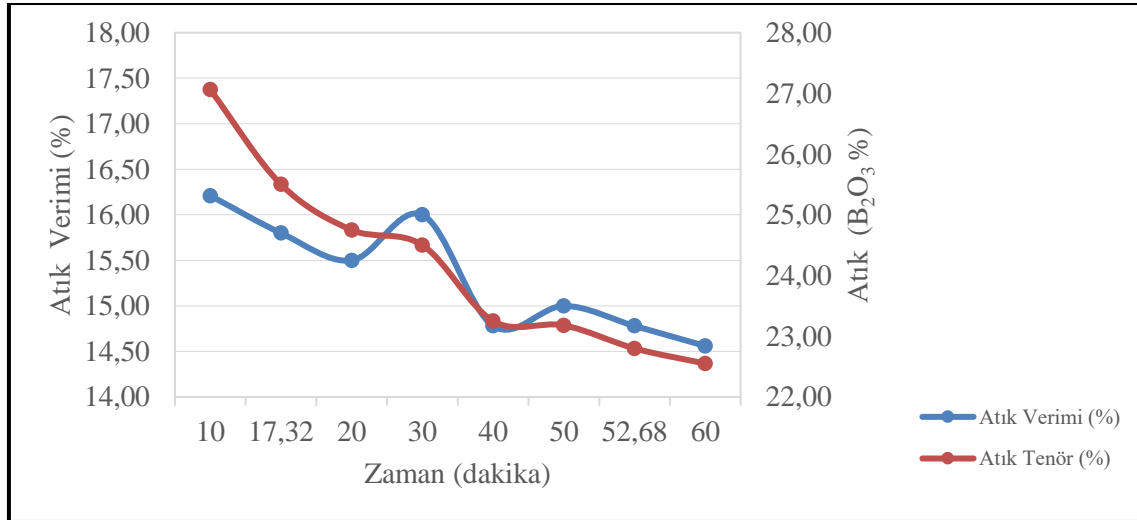


Şekil 3.2. +0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 490 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı atık ürün sonuçları.

EK 3. (devam) +0,045 mm ve -0,045 mm Tane Boyutlarındaki Atık Numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 Dakika Boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 Watt Mikrodalga Güçlerinde Konsantre ve Atık Ürünlerin Tenör ve Verim Değerleri Bulunması

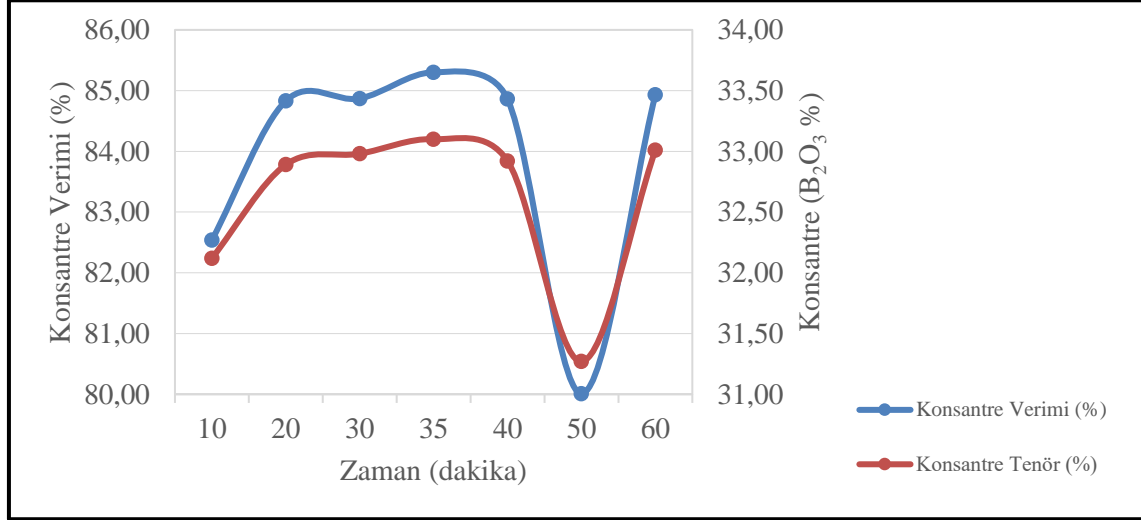


Şekil 3.3. +0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 270,80 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı konsantre ürün sonuçları.

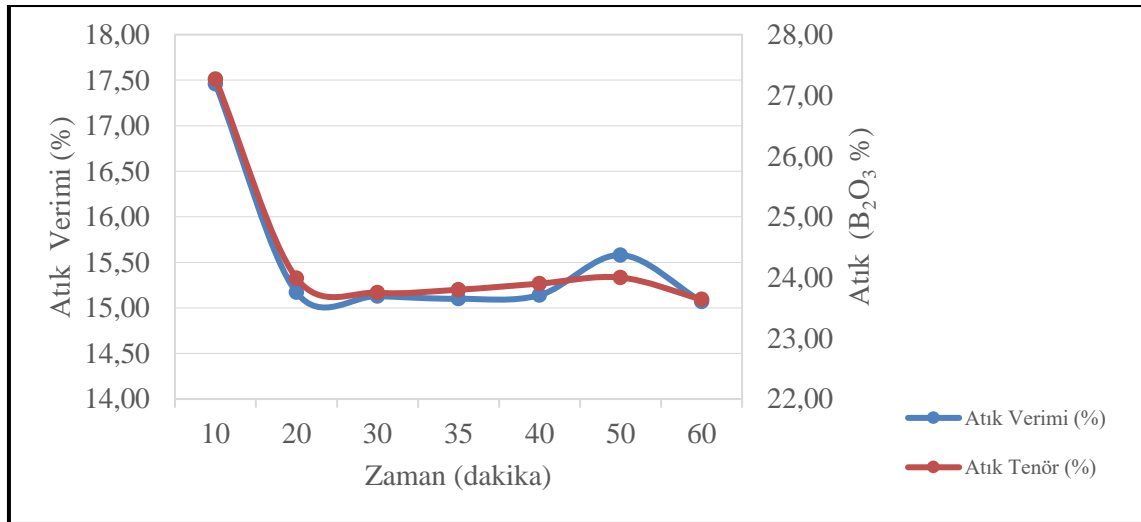


Şekil 3.4. +0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 270,80 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı atık ürün sonuçları.

EK 3. (devam) +0,045 mm ve -0,045 mm Tane Boyutlarındaki Atık Numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 Dakika Boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 Watt Mikrodalga Güçlerinde Konsantre ve Atık Ürünlerin Tenör ve Verim Değerleri Bulunması

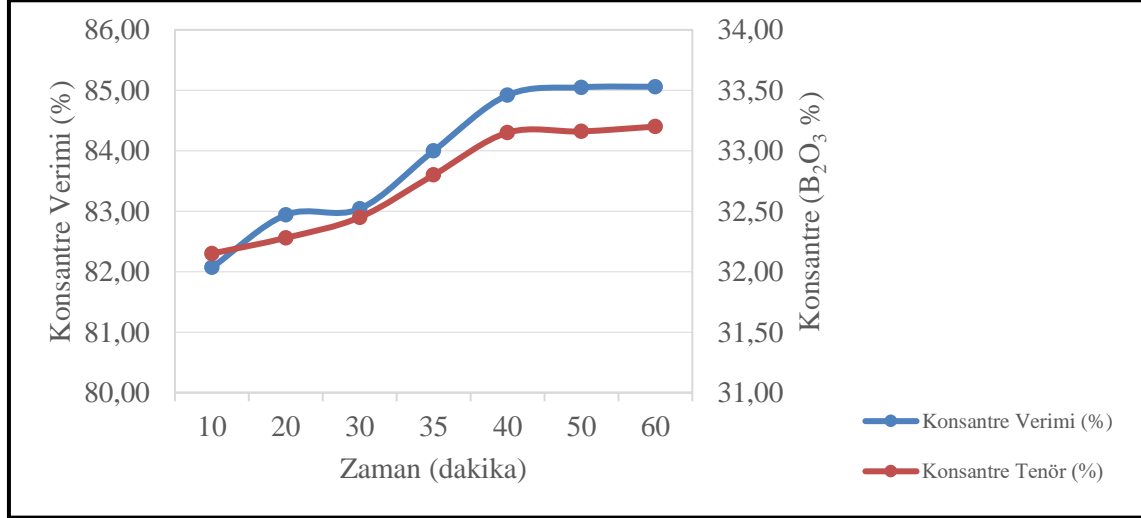


Şekil 3.5. +0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 800 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı konsantre ürün sonuçları.

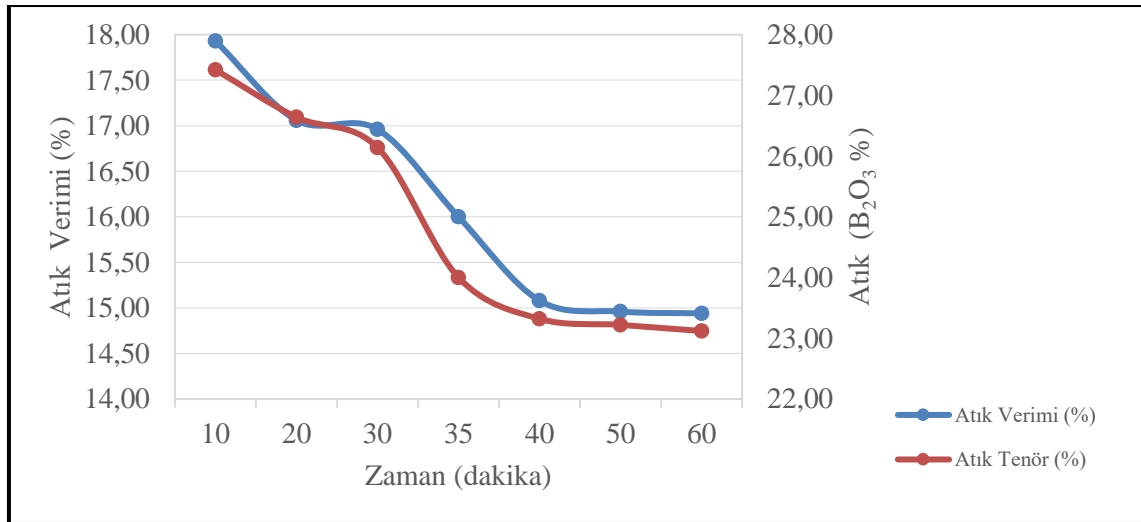


Şekil 3.6. +0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 800 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı atık ürün sonuçları.

EK 3. (devam) +0,045 mm ve -0,045 mm Tane Boyutlarındaki Atık Numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 Dakika Boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 Watt Mikrodalga Güçlerinde Konsantre ve Atık Ürünlerin Tenör ve Verim Değerleri Bulunması

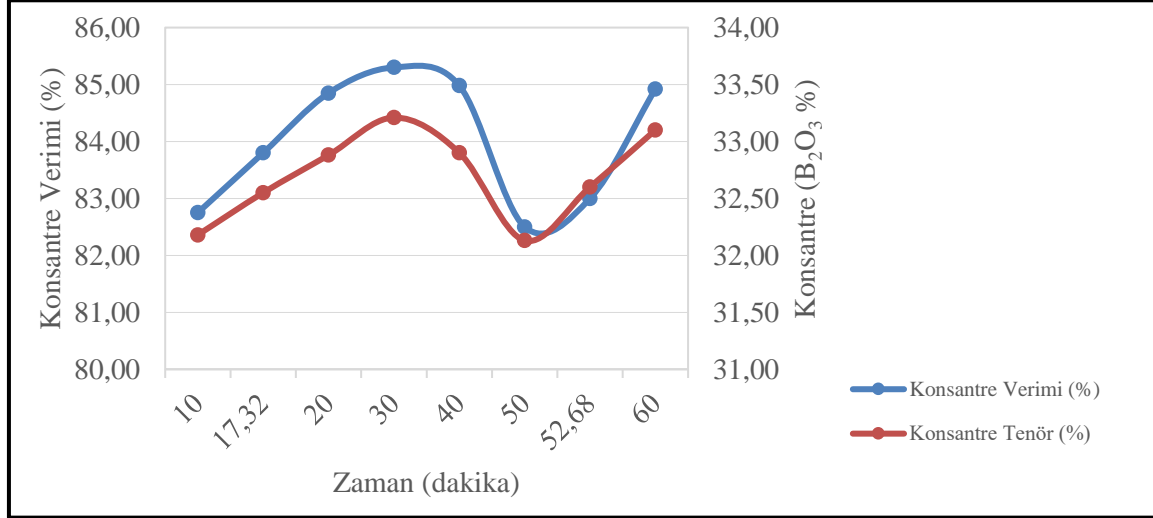


Şekil 3.7. +0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 180 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı konsantre ürün sonuçları.

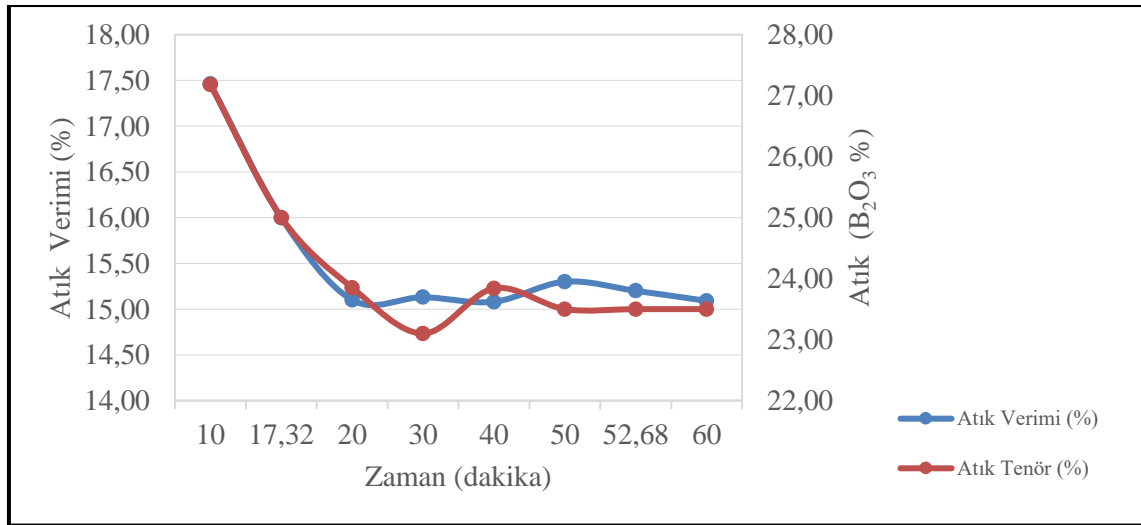


Şekil 3.8. +0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 180 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı atık ürün sonuçları.

EK 3. (devam) +0,045 mm ve -0,045 mm Tane Boyutlarındaki Atık Numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 Dakika Boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 Watt Mikrodalga Güçlerinde Konsantre ve Atık Ürünlerin Tenör ve Verim Değerleri Bulunması



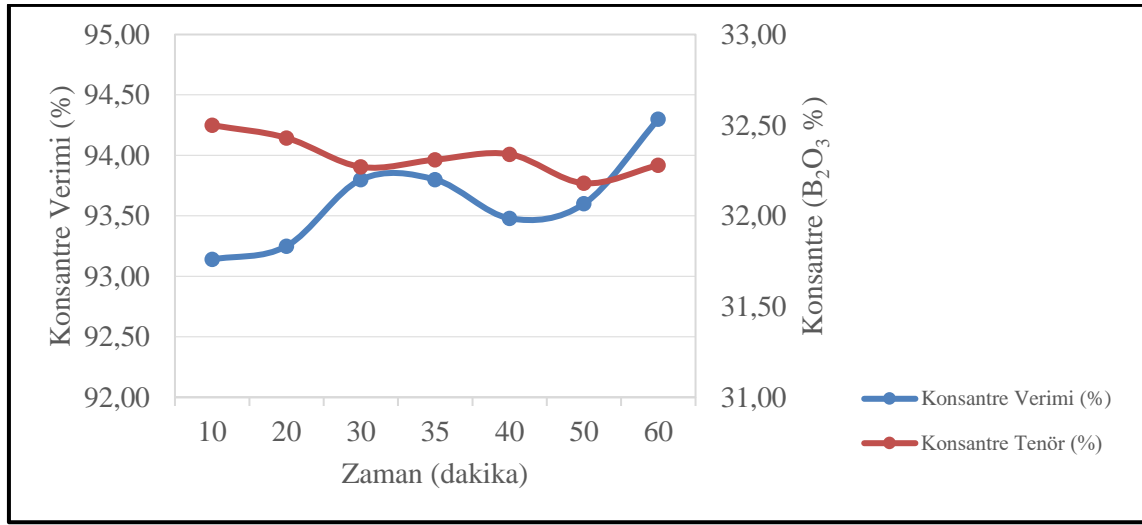
Şekil 3.9. +0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 709,20 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı konsantre ürün sonuçları.



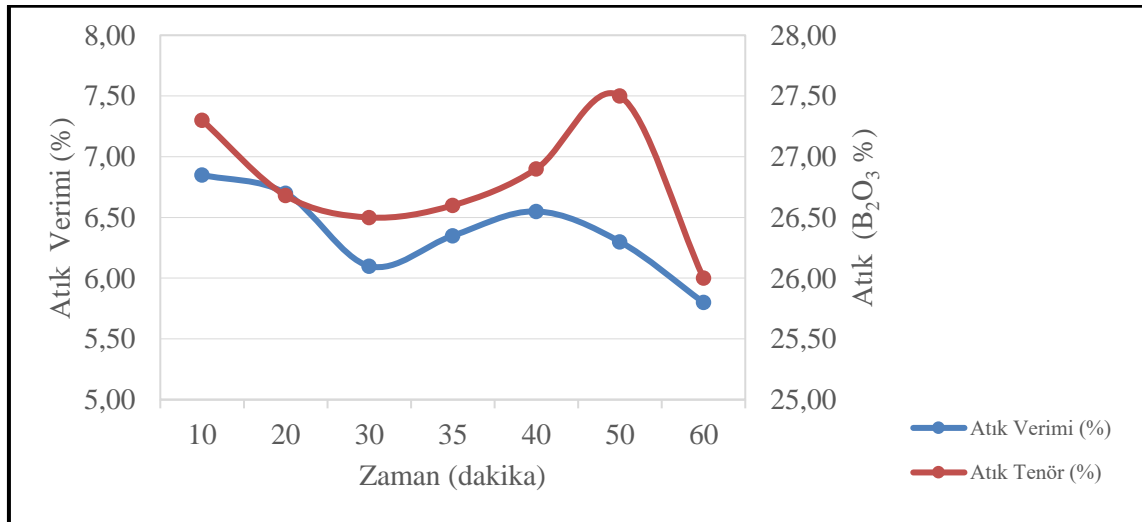
Şekil 3.10. +0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 709,20 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı atık ürün sonuçları.

EK 3. (devam) +0,045 mm ve -0,045 mm Tane Boyutlarındaki Atık Numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 Dakika Boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 Watt Mikrodalga Güçlerinde Konsantre ve Atık Ürünlerin Tenör ve Verim Değerleri Bulunması

-0,045 tane boyutundaki atık numunelerin aşağıdaki grafiklerden 10, 20, 30, 40, 50, 60 dakika boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 watt mikrodalga güçlerinde konsantre ve atık ürünlerin tenör ve verim değerleri bulunmuştur.

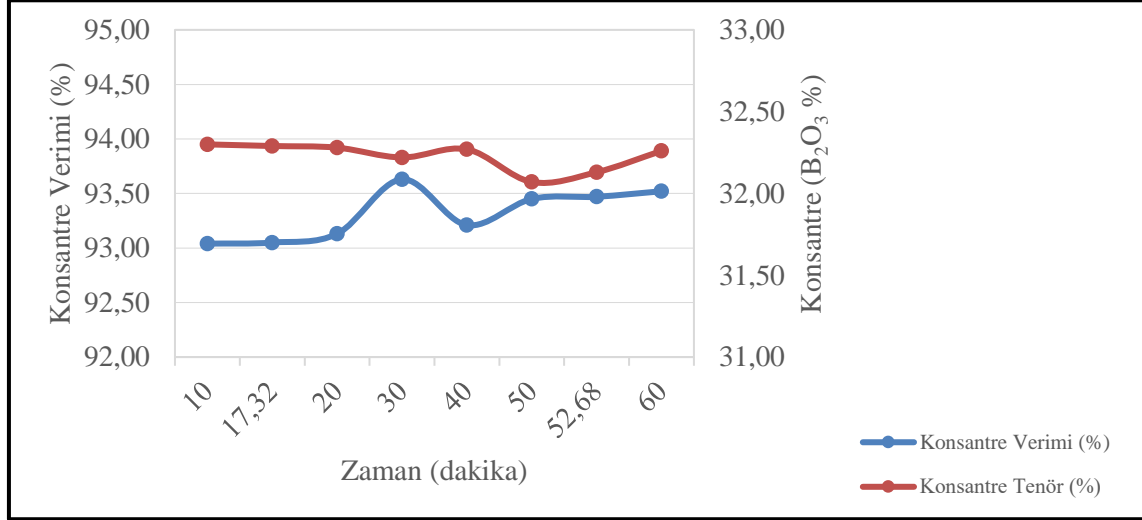


Şekil 3.11. -0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 490 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı konsantre ürün sonuçları.

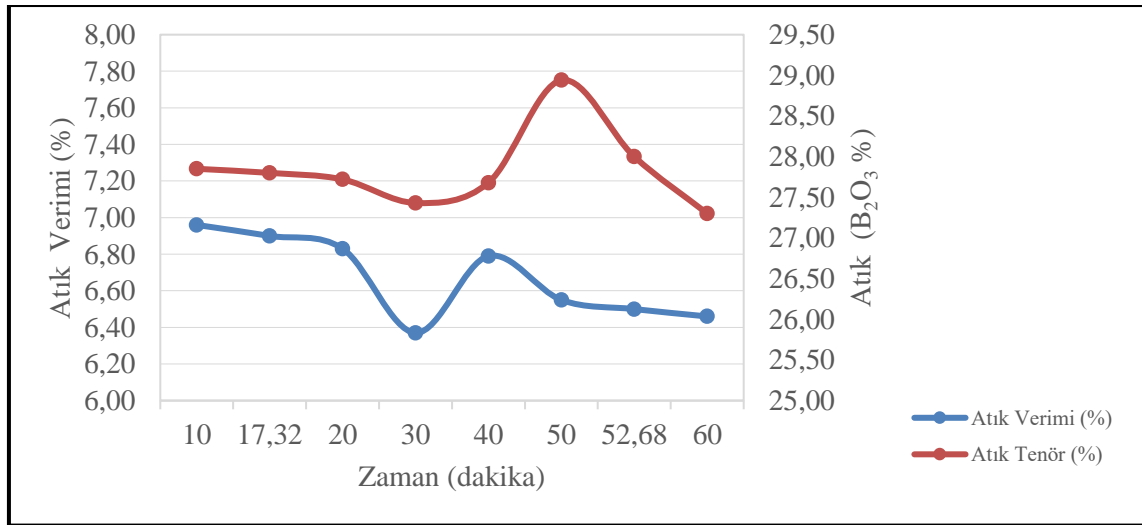


Şekil 3.12. -0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 490 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı atık ürün sonuçları.

EK 3. (devam) +0,045 mm ve -0,045 mm Tane Boyutlarındaki Atık Numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 Dakika Boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 Watt Mikrodalga Güçlerinde Konsantre ve Atık Ürünlerin Tenör ve Verim Değerleri Bulunması

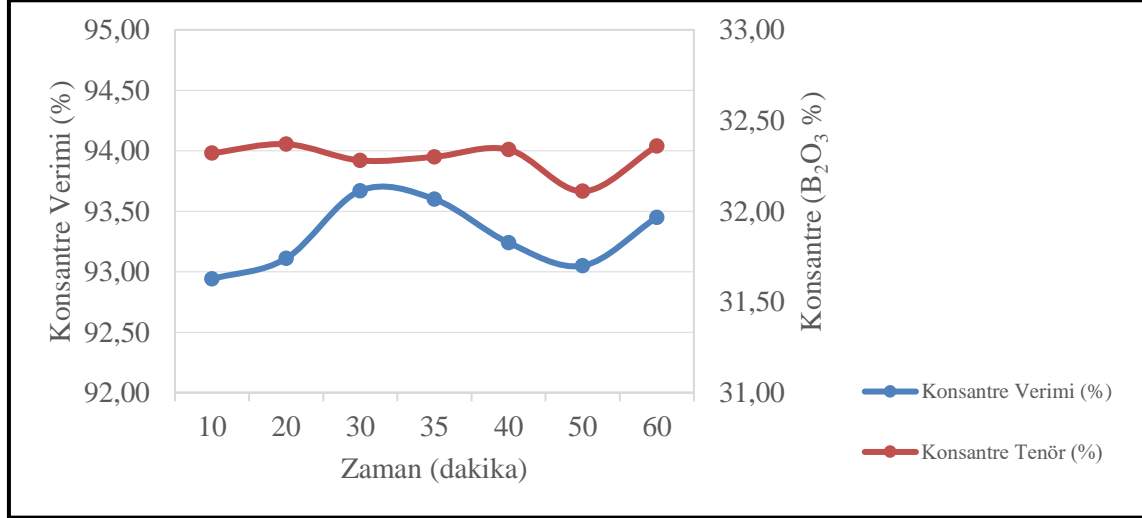


Şekil 3.13. -0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 270,80 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı konsantre ürün sonuçları.

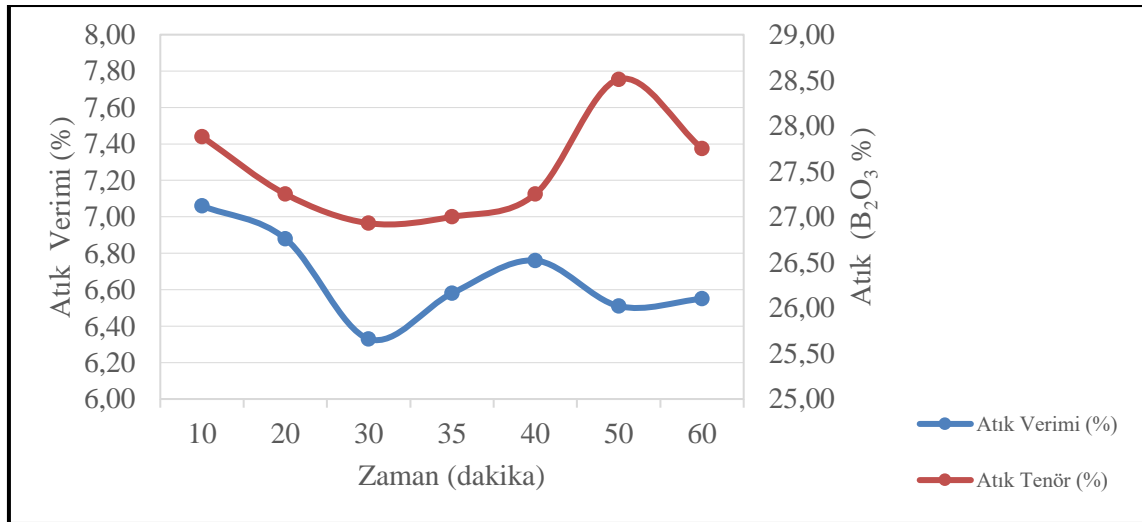


Şekil 3.14. -0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 270,80 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı atık ürün sonuçları.

EK 3. (devam) +0,045 mm ve -0,045 mm Tane Boyutlarındaki Atık Numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 Dakika Boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 Watt Mikrodalga Güçlerinde Konsantre ve Atık Ürünlerin Tenör ve Verim Değerleri Bulunması

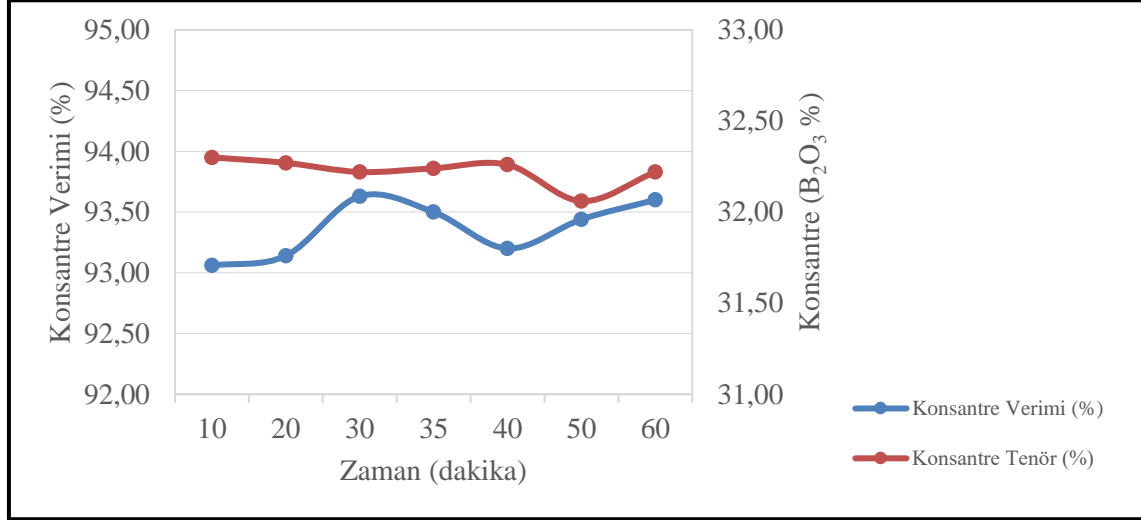


Şekil 3.15. -0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 800 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı konsantre ürün sonuçları.

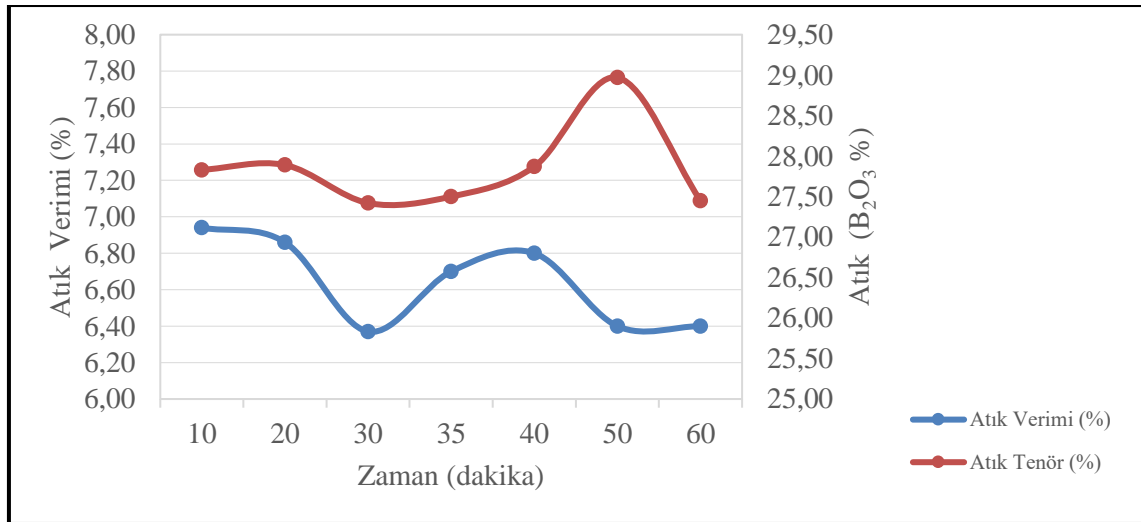


Şekil 3.16. -0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 800 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı atık ürün sonuçları.

EK 3. (devam) +0,045 mm ve -0,045 mm Tane Boyutlarındaki Atık Numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 Dakika Boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 Watt Mikrodalga Güçlerinde Konsantre ve Atık Ürünlerin Tenör ve Verim Değerleri Bulunması

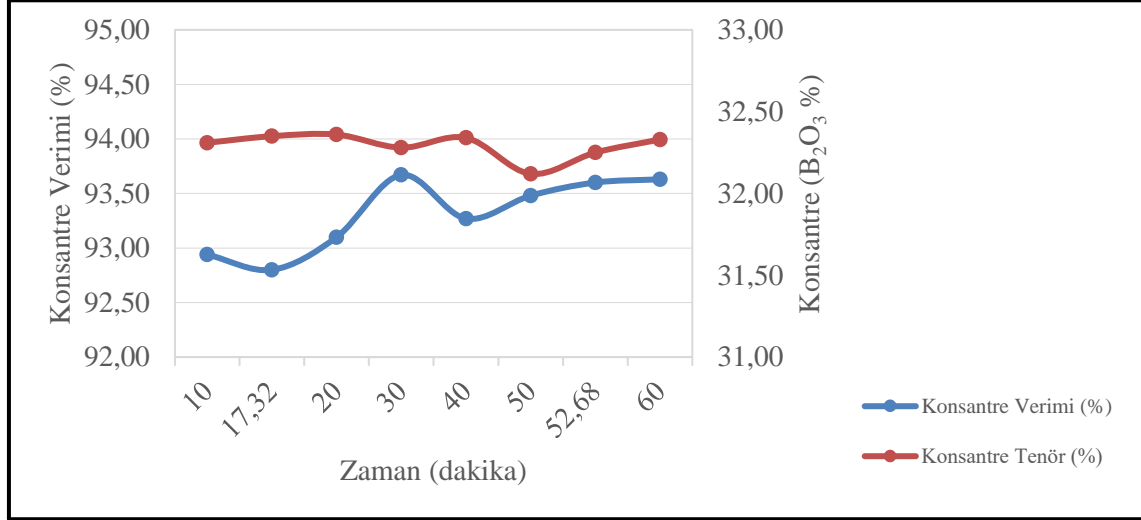


Şekil 3.17. -0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 180 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı konsantre ürün sonuçları.

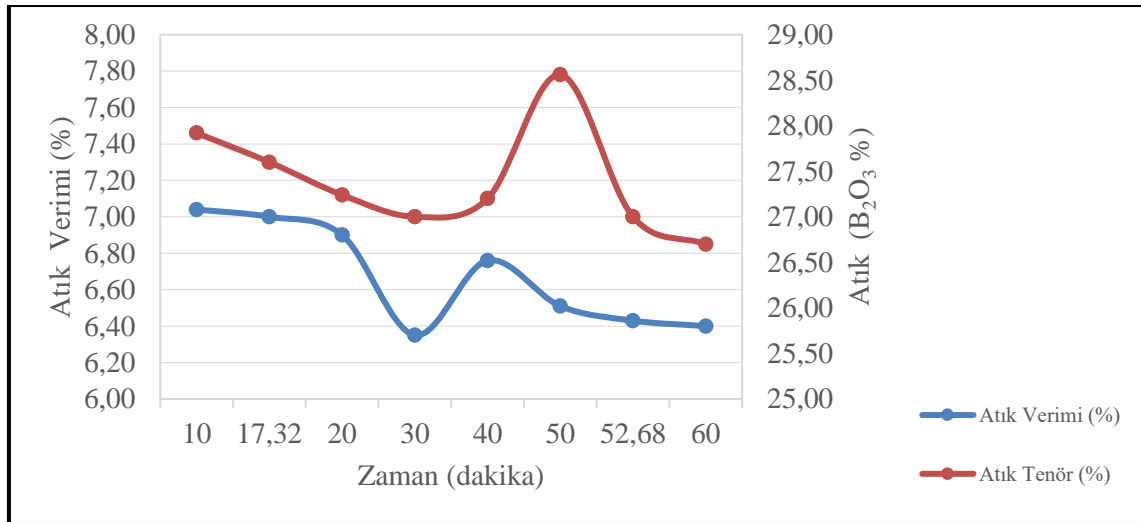


Şekil 3.18. -0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 180 watt mikrodalga güç boyunca değişen zamana bağlı atık ürün sonuçları.

EK 3. (devam) +0,045 mm ve -0,045 mm Tane Boyutlarındaki Atık Numunelerin 10, 20, 30, 40, 50, 60 Dakika Boyunca 490, 270,80, 800, 180, 709,20 Watt Mikrodalga Güçlerinde Konsantre ve Atık Ürünlerin Tenör ve Verim Değerleri Bulunması



Şekil 3.19. -0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 709,20 watt mikrodalga gücü boyunca değişen zamana bağlı konsantre ürün sonuçları.



Şekil 3.20. -0,045 mm tane boyutundaki atık numunenin 709,20 watt mikrodalga gücü boyunca değişen zamana bağlı atık ürün sonuçları.

EK 4. Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.1. Atık numunesi sinteri pudra için elek analizi

		Numune Ağırlığı: 100 gr		Rutubet (%)		
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
5	5-6		367,90			+5
4	4-5		412,72			Ç.Kalın 3-5
3	3-4		404,65			
2	2-3		421,10			Kalın 1-3
1	1-2		389,40			
0,5	0,5-1	395,53	393,89	1,64	33,91	Orta 0-1
0,2	0,2-0,5	379,87	369,85	10,02		
0,074	0,074-0,2	383,58	361,33	22,25		
0	0-0,074	462,68	396,67	66,01	66,01	Pudra

	99,92
Zayıt:	0,08
Toplam:	100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.2. Çin kaolin sinteri pudra için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)	0,05
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraaksiyon Adı
5	5-6		367,90			+5
4	4-5		412,72			Ç.Kalın 3-5
3	3-4		404,65			
2	2-3		421,10			Kalın 1-3
1	1-2		389,40			
0,5	0,5-1	394,11	393,89	0,22	13,13	Orta 0-1
0,2	0,2-0,5	370,51	369,85	0,66		
0,074	0,074-0,2	373,58	361,33	12,25		
0	0-0,074	483,51	396,67	86,84	86,84	Pudra

99,97

Zayıt: 0,03

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.3. Çin kaolin sinteri 0-1 için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)		0,01
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı	
6	+6		370,00			+6	
5	5-6		367,90			Ç.Kalın 4-6	
4	4-5		412,72				
3	3-4		404,65			Kalın 2-4	
2	2-3		421,10				
1	1-2	389,50	389,40	0,10		Orta 0-2	
0,5	0,5-1	436,25	393,89	42,36	95,56		
0,074	0,074-0,5	414,43	361,33	53,1			
0	0-0,074	401,05	396,67	4,38	4,38	Pudra	

	99,94
Zayıt:	0,06
Toplam:	100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.4. Çin kaolin sinteri 1-3 için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr		Rutubet (%)		0,01
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
6	+6		370,00			+6
5	5-6		367,90			Ç.Kalın 4-6
4	4-5		412,72			
3	3-4	405,35	404,65	0,7	48,20	Kalın 2-4
2	2-3	468,60	421,10	47,5		
1	1-2	437,63	389,40	48,23	51,77	Orta 0-2
0,5	0,5-1	397,43	393,89	3,54		
0,074	0,074-0,5		361,33			
0	0-0,074		396,67			Pudra

99,97

Zayıt: 0,03

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.5. Çin kaolin sinteri 3-5 için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)	0,02
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Frakسیون Adı
6	+6	370,43	370,00	0,43	0,43	+6
5	5-6	379,58	367,90	11,68	36,83	Çi.Kalın 4-6
4	4-5	437,87	412,72	25,15		
3	3-4	436,86	404,65	32,21	62,69	Kalın 2-4
2	2-3	451,58	421,10	30,48		
1	1-2		389,40			Orta 0-2
0,5	0,5-1		393,89			
0,074	0,074-0,5		361,33			
0	0-0,074		396,67			

99,95

Zayıt: 0,05

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.6.Vitrikiye kırığı pudra için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)		0,05
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı	
5	5-6		367,90			+5	
4	4-5		412,72			Ç.Kalın 3-5	
3	3-4		404,65				
2	2-3		421,10			Kalın 1-3	
1	1-2		389,40				
0,5	0,5-1	395,73	393,89	1,84	43,11	Orta 0-1	
0,2	0,2-0,5	384,87	369,85	15,02			
0,074	0,074-0,2	387,58	361,33	26,25			
0	0-0,074	453,48	396,67	56,81	56,81	Pudra	

99,92

Zayıt: 0,08

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.7.Vitrifiye kırığı 0-1 için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr		Rutubet (%)		0,03
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
6	+6		370,00			+6
5	5-6		367,90			Ç.Kalın 4-6
4	4-5		412,72			
3	3-4		404,65			Kalın 2-4
2	2-3		421,10			
1	1-2	389,45	389,40	0,05	97,26	Orta 0-2
0,5	0,5-1	438,5	393,89	44,61		
0,074	0,074-0,5	413,93	361,33	52,6		
0	0-0,074	399,38	396,67	2,71	2,71	Pudra

99,97

Zayıt: 0,03

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.8. Vitrikiye kırığı 1-3 için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr		Rutubet (%)		0,02
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
6	+6		370,00			+6
5	5-6		367,90			Ç.Kalın 4-6
4	4-5		412,72			
3	3-4		404,65		49,60	Kalın 2-4
2	2-3		421,10	49,6		
1	1-2	470,70	389,40	44,14	50,35	Orta 0-2
0,5	0,5-1	433,54	393,89	6,21		
0,074	0,074-0,5	400,1	361,33			
0	0-0,074		396,67			Pudra

99,95

Zayıt: 0,05

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.9.Vitrikiye kırığı 3-5 için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)		0,02
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı	
6	+6		370,00			+6	
5	5-6	370,36	367,90	2,46	20,99	Ç.Kalın 4-6	
4	4-5	431,25	412,72	18,53			
3	3-4	435,78	404,65	31,13	78,97	Kalın 2-4	
2	2-3	468,94	421,10	47,84			
1	1-2		389,40			Orta 0-2	
0,5	0,5-1		393,89				
0,074	0,074-0,5		361,33				
0	0-0,074		396,67			Pudra	

99,96

Zayıt: 0,04

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.10. Isıdac-40 için elek analizi

Elekler	Numune Ağırlığı:		100 gr		Rutubet (%)	
	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
5	5-6		516,62			+5
4	4-5		522,60			Ç.Kalın 3-5
3	3-4		495,58			
2	2-3		486,98			Kalın 1-3
1	1-2		514,93			
0,5	0,5-1	469,21	468,42	0,79	13,52	Orta 0-1
0,2	0,2-0,5	452,46	452,05	0,41		
0,074	0,074-0,2	436,43	424,11	12,32		
0	0-0,074	478,05	391	86,42	86,42	Pudra

99,94

Zayıt: 0,06

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.11. Atık numunesi pudra için elek analiz sonucu

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)	
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
5	5-6		516,62			+5
4	4-5		522,60			Ç.Kalın 3-5
3	3-4		495,58			
2	2-3		486,98			Kalın 1-3
1	1-2		514,93			
0,5	0,5-1	468,55	468,42	0,13	12,65	Orta 0-1
0,2	0,2-0,5	454,12	452,05	2,07		
0,074	0,074-0,2	434,56	424,11	10,45		
0	0-0,074	478,94	391	87,31	87,31	Pudra

99,96

Zayıt: 0,04

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.12. Atık numunesi 0-1 için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)	
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
5	5-6		516,62			+5
4	4-5		522,60			Ç.Kalın 3-5
3	3-4		495,58			
2	2-3		486,98			Kalın 1-3
1	1-2		514,93			
0,5	0,5-1	468,98	468,42	0,56	42,97	Orta 0-1
0,2	0,2-0,5	458,45	452,05	6,4		
0,074	0,074-0,2	460,12	424,11	36,01		
0	0-0,074	448,61	391	56,98	56,98	Pudra

99,95

Zayıt: 0,05

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.13. Plastik bağlama kili pudra için elek analizi

		Numune Ağırlığı: 100 gr		Rutubet (%)		4,44
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
5	+6		492,10			+6
4	5-6		516,62			Ç.Kalın 4-6
3	4-5		522,60			
2	3-4		495,58			Kalın 2-4
1	2-3		486,98			
0,5	1-2		514,93		49,45	Orta 0-2
0,2	0,5-1	470,28	468,42	1,86		
0,074	0,074-0,5	471,70	424,11	47,59		
0	0-0,074	442,12	391,63	50,49	50,49	Pudra

99,94

Zayıt: 0,06

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.14. Terkip 1* kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr		Rutubet (%)		0,10
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
6	+6		370,00			+6
5	5-6	368,44	367,90	0,54	3,74	Ç.Kalın 4-6
4	4-5	415,92	412,72	3,2		
3	3-4	410,58	404,65	5,93	25,83	Kalın 2-4
2	2-3	441,00	421,10	19,9		
1	1-2	401,35	389,40	11,95	38,94	Orta 0-2
0,5	0,5-1	399,64	393,89	5,75		
0,074	0,074-0,5	382,57	361,33	21,24		
0	0-0,074	428,13	396,67	31,46	31,46	Pudra

99,97

Zayıt: 0,03

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.15. Terkip 2* kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)		0,09
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı	
6	+6		370,00			+6	
5	5-6	369,82	367,90	1,92	6,48	Ç.Kalın 4-6	
4	4-5	417,28	412,72	4,56			
3	3-4	408,98	404,65	4,33	20,24	Kalın 2-4	
2	2-3	437,01	421,10	15,91			
1	1-2	402,86	389,40	13,46	35,59	Orta 0-2	
0,5	0,5-1	399,77	393,89	5,88			
0,074	0,074-0,5	377,58	361,33	16,25			
0	0-0,074	434,31	396,67	37,64	37,64	Pudra	

99,95

Zayıt: 0,05

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.16. Terkip 3* kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)		0,05
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı	
6	+6		370,00			+6	
5	5-6	368,38	367,90	0,48	3,45	Ç.Kalın 4-6	
4	4-5	415,69	412,72	2,97			
3	3-4	410,97	404,65	6,32	26,03	Kalın 2-4	
2	2-3	440,81	421,10	19,71			
1	1-2	401,50	389,40	12,10	38,22	Orta 0-2	
0,5	0,5-1	399,12	393,89	5,23			
0,074	0,074-0,5	382,22	361,33	20,89			
0	0-0,074	428,92	396,67	32,25	32,25	Pudra	

99,95

Zayıt: 0,05

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.17. Terkip 4* kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr		Rutubet (%)		0,04
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
6	+6		370,00			+6
5	5-6	368,88	367,90	0,98	6,12	Ç.Kalın 4-6
4	4-5	417,86	412,72	5,14		
3	3-4	409,56	404,65	4,91	20,56	Kalın 2-4
2	2-3	436,75	421,10	15,65		
1	1-2	402,39	389,40	12,99	35,20	Orta 0-2
0,5	0,5-1	400,09	393,89	6,20		
0,074	0,074-0,5	377,34	361,33	16,01		
0	0-0,074	434,71	396,67	38,04	38,04	Pudra

99,92

Zayıt: 0,08

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.18. Terkip 1 kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr		Rutubet (%)		0,03
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
6	+6		492,10			+6
5	5-6		516,62		4,96	Ç.Kalın 4-6
4	4-5	527,56	522,60	4,96		
3	3-4	504,15	495,58	8,57	24,55	Kalın 2-4
2	2-3	502,96	486,98	15,98		
1	1-2	527,91	514,93	12,98	36,10	Orta 0-2
0,5	0,5-1	475,53	468,42	7,11		
0,074	0,074-0,5	440,12	424,11	16,01		
0	0-0,074	425,97	391,63	34,34	34,34	Pudra

	99,95
Zayıt:	0,05
Toplam:	100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.19. Terkip 2 kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)		0,05
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı	
6	+6		492,10			+6	
5	5-6		516,62		4,52	Ç.Kalın 4-6	
4	4-5	527,12	522,60	4,52			
3	3-4	503,93	495,58	8,35	24,26	Kalın 2-4	
2	2-3	502,89	486,98	15,91			
1	1-2	527,56	514,93	12,63	35,38	Orta 0-2	
0,5	0,5-1	476,03	468,42	7,61			
0,074	0,074-0,5	439,25	424,11	15,14			
0	0-0,074	427,39	391,63	35,76	35,76	Pudra	

99,92

Zayiat: 0,08

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.20. Terkip 3 kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)	0,04
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Frakسیون Adı
6	+6		492,10			+6
5	5-6		516,62		8,01	Ç.Kalın 4-6
4	4-5	527,12	522,60	8,01		
3	3-4	503,93	495,58	7,87	20,58	Kalın 2-4
2	2-3	499,69	486,98	12,71		
1	1-2	529,91	514,93	14,98	33,20	Orta 0-2
0,5	0,5-1	475,87	468,42	7,45		
0,074	0,074-0,5	434,88	424,11	10,77		
0	0-0,074	429,79	391,63	38,16	38,16	Pudra

99,95

Zayiat: 0,05

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.21. Terkip 4 kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)	0,09
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
6	+6		492,10			+6
5	5-6		516,62		7,86	Ç.Kalın 4-6
4	4-5	530,46	522,60	7,86		
3	3-4	504,12	495,58	8,54	21,57	Kalın 2-4
2	2-3	500,01	486,98	13,03		
1	1-2	529,73	514,93	14,80	32,60	Orta 0-2
0,5	0,5-1	475,98	468,42	7,56		
0,074	0,074-0,5	434,35	424,11	10,24		
0	0-0,074	429,56	391,63	37,93	37,93	Pudra

	99,96
Zayıt:	0,04
Toplam:	100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.22. Terkip 5 kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)		0,05
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı	
6	+6		492,10			+6	
5	5-6		516,62		5,42	Ç.Kalın 4-6	
4	4-5	528,02	522,60	5,42			
3	3-4	503,67	495,58	8,09	23,29	Kalın 2-4	
2	2-3	502,18	486,98	15,2			
1	1-2	528,47	514,93	13,54	37,35	Orta 0-2	
0,5	0,5-1	475,19	468,42	6,77			
0,074	0.074-0.5	441,15	424,11	17,04			
0	0-0,074	425,54	391,63	33,91	33,91	Pudra	

	99,97
Zayıt:	0,03
Toplam:	100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.23. Terkip 6 kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)		0,04
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı	
6	+6		492,10			+6	
5	5-6		516,62		9,69	Ç.Kalın 4-6	
4	4-5	532,29	522,60	9,69			
3	3-4	504,01	495,58	8,43	20,34	Kalın 2-4	
2	2-3	498,89	486,98	11,91			
1	1-2	530,03	514,93	15,10	32,93	Orta 0-2	
0,5	0,5-1	476,57	468,42	8,15			
0,074	0,074-0,5	433,79	424,11	9,68			
0	0-0,074	428,60	391,63	36,97	36,97	Pudra	

99,93

Zayıt: 0,07

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.24. Terkip 7 kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)	0,06
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
6	+6		492,10			+6
5	5-6		516,62		3,55	Ç.Kalın 4-6
4	4-5	526,15	522,60	3,55		
3	3-4	503,89	495,58	8,31	23,32	Kalın 2-4
2	2-3	501,99	486,98	15,01		
1	1-2	529,01	514,93	14,08	38,81	Orta 0-2
0,5	0,5-1	476,01	468,42	7,59		
0,074	0,074-0,5	433,79	441,25	17,14		
0	0-0,074	428,60	425,89	34,26	34,26	Pudra

99,94

Zayıt: 0,06

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.25. Terkip 8 kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)	0,05
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
6	+6		492,10			+6
5	5-6		516,62		9,87	Ç.Kalın 4-6
4	4-5	532,47	522,60	9,87		
3	3-4	504,05	495,58	8,47	21,26	Kalın 2-4
2	2-3	499,77	486,98	12,79		
1	1-2	529,86	514,93	14,93	31,68	Orta 0-2
0,5	0,5-1	475,12	468,42	6,7		
0,074	0,074-0,5	434,16	424,11	10,05		
0	0-0,074	428,76	391,63	37,13	37,13	Pudra

	99,94
Zayıt:	0,06
Toplam:	100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.26. Terkip 9 kompozit malzeme (ateş betonu) için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)	0,08
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
6	+6		492,10			+6
5	5-6		516,62		9,75	Ç.Kalın 4-6
4	4-5	532,35	522,60	9,75		
3	3-4	504,16	495,58	8,58	20,75	Kalın 2-4
2	2-3	499,15	486,98	12,17		
1	1-2	529,46	514,93	14,53	31,54	Orta 0-2
0,5	0,5-1	475,55	468,42	7,13		
0,074	0,074-0,5	433,99	424,11	9,88		
0	0-0,074	429,56	391,63	37,93	37,93	Pudra

99,97

Zayıt: 0,03

Toplam: 100,00

EK 4. (devam) Kompozit Malzemeler (Ateş Betonları) ve Polimerik Kompozit Malzeme ile Kullanılan Atık Numune Sinterinin ve Hammaddelerin Elek Analizleri

Çizelge 4.27. Terkip 10 polimerik kompozit malzeme için elek analizi

Numune Ağırlığı:		100 gr			Rutubet (%)	1,56
Elekler	Elek Aralıkları (mm)	Daralı Tartım (gr)	Elek Darası (gr)	Darasız Ağırlık (gr)	Oranlar (%)	Fraksiyon Adı
6	+6		492,10			+6
5	5-6		516,62			Ç.Kalın 4-6
4	4-5		522,60			
3	3-4	497,15	495,58	1,57	20,69	Kalın 2-4
2	2-3	506,10	486,98	19,12		
1	1-2	530,37	514,93	15,44	42,54	Orta 0-2
0,5	0,5-1	481,59	468,42	13,17		
0,074	0,074-0,5	438,04	424,11	13,93		
0	0-0,074	428,35	391,63	36,72	36,72	Pudra

	99,95
Zayıt:	0,05
Toplam:	100,00



Gazili olmak ayrıcalıktır