

ARAŞTIRMA MAKALESİ/RESEARCH ARTICLE

ÖĞÜTME SÜRESİNE BAĞLI OLARAK TANE BOYUTUNUN YER KAROSU BÜNYESİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİ

H. Gürkan YERSEL^{1,2}, İrfan TÖRE¹

ÖZ

Yer karosu masse reçetesinde öğütülmesi zor olan kil ve feldispattaki serbest kuvars ve bileşen hammadde olarak saf kuvarsin mevcudiyeti, mekanik direnç, su emme gibi fiziksel özellikler açısından büyük önem taşımaktadır. Isıl işlemler sonrasında büyük bölümü ergimeden kalan iri tanelerin sağlam bir karo bünye oluşturması için yeterli incelikte olması öğütme sürecine bağlıdır. Bu çalışmada, yer karosu masse çamurunun öğütülmesi işleminde, öğütme süresinin massenin fiziksel özelliklerini hangi yönde etkilediği incelenmiştir. Bu amaçla aynı kompozisyona sahip üç adet yedişer kilogramlık değirmenlere yer karosu masseleri şarj edilmiştir. Hazırlanan değirmenler 6, 10, 16 saat öğütülmeye tabi tutulup, şekillendirilerek, farklı sıcaklıklarda (1140 °C, 1160 °C, 1180 °C, 1200 °C) sinterlenmişlerdir. Sinterlenen ürünlerin fiziksel özellikleri karşılaştırılarak optimum öğütme süresi tespit edilmiştir. Öğütme işlemi yüksek kapasite ile çalışan üretim yerlerinde, ürünün maliyetine bağlı olarak oldukça pahalı bir işlem olarak görülmektedir. Sonuçta, işletmeler kendi hammaddelerinin öğütülmesinde optimum öğütme süresini, ürünün tane boyut dağılımına göre ürün maliyetini düşürücü, kaliteyi artırıcı yönde belirlemek zorundadırlar.

Anahtar Kelimeler: Öğütme süresi, Tane boyutu, Yer karosu massesi.

EFFECT OF PARTICLE SIZE ON PHYSICAL PROPERTIES OF FLOOR TILE BODY AS A FUNCTION OF GRINDING TIME

ABSTRACT

Quartz, which is difficult to grind and is present as either a free quartz in clay and feldspar or a compound, is of great importance in floor tile body compositions with respect to properties such as mechanical strength and water absorption. The size of coarse particles, the great deal of which remain unmelted after thermal process, depends on adequate fine grinding in order to form a strong floor tile body. In this study, the effect of grinding time on physical properties of floor tile mass is studied. Floor tile masses are charged into three grinders with the same composition and 7 kg. capacity for this purpose. The prepared bodies are grinded 6, 10, 16 hours, and pressed at 137 bar. These bodies are sintered at 1140 °C, 1160 °C, 1180 °C and 1200 °C. The prepared bodies are compared in terms of physical properties, and as a result of these comparisons optimum grinding time is fixed. In factories that work at a high capacity, the grinding process seems to constitute a large portion of the overall production cost. Hence, the factories should decide on the optimum grinding time as a function of particle size distribution so as to reduce production cost and improve the quality of the product.

Key Words: Grinding time, Particle size, Floor tile mass.

1. GİRİŞ

Yer karosunu oluşturan hammaddeler genel olarak kil mineralleri, kuvars ve feldispat hammaddeleridir. Bu hammaddelerin belirli oranda karışımı sonucu elde edilen reçeteler öğütülmeye tabi tutulup, püskürtmeli

kurutucudan granül şeklinde alınır ve istenen boyutlarda preslenerek ısı işlemler sonrası gözeneksiz, yüksek mukavemetli sırlı veya sırsız (granit karo) ürünler elde edilir. Bu tip ürünler yer karosu tanımına girmektedir (Fugmann, 1992).

¹ Anadolu Üniversitesi, Seramik Mühendisliği Bölümü, 26470, ESKİŞEHİR

² E-posta: gyersel@anadolu.edu.tr Faks: +90 222 323 95 01.

Yer karosu hammaddeleri, öğütme prosesi açısından incelenecek olursa;

Killer, yer karosu bünye kompozisyonlarında en çok kullanılan bileşen olup % 40- 55 oranında kullanılırlar; tane boyutunun küçük olması nedeniyle yer karosu çamurunda bağlayıcılık görevini üstlenirler; ve de şekillendirme esnasında gereken plastikliği, pişme öncesi ve sonrası gereken mukavemeti sağlarlar. Proses gereği preslenen ham karoların üretim hattında deforme olmadan bant üzerinde yürüyerek kurutma ve pişirme hattına ulaşması, karonun ham ve kuru mukavemetine bağlıdır. Küçük tane boyutu pişme sırasında taneler arası iletişimi artırarak bünyenin pekişmesini sağlaması killerin en önemli fonksiyonlarından (Sanchez, vd.,1990; Kingery, 1960).

Kuvars veya silis kumu ise karo bünyede ürünün ısıl genleşme katsayısını kontrol ederek düşük büzülme özelliğini, katılaşmayı ve su emmenin belirli bir seviyede kontrolünü sağlar (Kingery, 1960).

Feldispat karo bünyesinde kile ve kuvarsa göre daha düşük sıcaklık derecesinde bağ oluşumunu ve camlaşmayı sağlayan bir hammadde olduğu için sanayide ergitici olarak bilinir. Yer karosu bünyesinde kullanılan başlıca feldispat hammaddeleri olarak albit, ortoklas ve pegmatit, siyenit gibi feldispat içeren kayalar kullanılmaktadır. (Cornelius, 1982).

Öğütme prosesi açısından bakıldığında, yer karosu hammaddelerinden kil grubu ise, suda açılabilen tabakalı ve tane boyutları 2 mikrondan küçük hammaddelerden oluşmaktadır. Diğer yandan içerdikleri serbest kuvarsdan dolayı yapıda iri kuvars tanecikleri öğütülme işlemini gerektirir. Bu yüzden killer istenirse suda açılarak silis bakiyeleri atılabilir veya diğer reçete hammaddeleri ile doğrudan öğütülmeye tabi tutulurlar (Kingery, 1960).

Feldispat ve kuvars mineralojik özellikleri nedeniyle sert yapıya sahiptirler. Feldispat grubu hammaddelerin sertliği Mohs Skalasında 5,5 -6,5 civarında iken, kuvarsın sertliği 7 civarındadır. Bu nedenle belirli boyutlarda öğütülmeye tabi tutulurlar (Cornelius, 1982).

Çalışmanın amacı, seramik bünyelerde tane boyutuna bağlı olarak öğütme süresinin sinterleme mekanizması üzerine etkilerini incelemektir. Deneysel çalışmalarda, yer karosu masse çamurunun öğütme süresinin tespitinde, aynı kompozisyona sahip üç adet değirmen şarjının 6, 10, 16 saat süre ile öğütülmesi sonucu elde edilen masse granülü şekillendirilip, 1140 °C, 1160 °C, 1180 °C ve 1200 °C sıcaklıklarda pişirilmiştir. Elde edilen ürünlerin fiziksel özellikleri karşılaştırılmak suretiyle optimum öğütme süresi tespit edilmeye çalışılmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalarda kimyasal analizler atomik emisyon yöntemiyle, Rigaku Analyser cihazında; X-Ray analizleri toz metodu ile Rigaku RAD IIB cihazında; tane boyut dağılımları, elek analizi ve tane boyut cihazında (Malvern Particle Sizer-2100) gerçekleştirilmiştir.

Bu çalışmada kullanılan 3 farklı kil, albit, siyenit ve silis kumunun kimyasal ve mineralojik analizleri Çizelge 1, 2 ve 3' de verilmiştir.

Çizelge 1. Hammaddelerin Kimyasal Bileşimleri.

| Hammadde | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | TiO ₂ | CaO | MgO | Na ₂ O | K ₂ O | K.K |
|------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------------------|------|------|-------------------|------------------|------|
| Kil - 1 | 59.96 | 24.44 | 2.4 | 1.12 | 0.44 | 0.71 | 0 | 2.66 | 8.12 |
| Kil - 2 | 55.96 | 27.06 | 3.03 | 1.24 | 0.19 | 0.72 | 0 | 2.56 | 8.63 |
| Kil - 3 | 58.82 | 23.02 | 4.85 | 1.04 | 0.26 | 0.68 | 0.03 | 2.83 | 7.87 |
| Silis Kumu | 99.35 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Albit | 70.79 | 18.35 | 0.1 | 0.07 | 0.57 | 0.05 | 8.58 | 0.07 | 0.48 |
| Siyenit | 66 | 17.1 | 2.57 | 0.36 | 0.91 | 0.53 | 4.27 | 6.61 | 1.11 |

K.K.: Kızdırma Kaybı

Çizelge 2. Killerin Mineralojik Analiz Sonuçları.

| Hammadde | Kaolinit | Serbest Kuvars | K. Feldispat | Demir Min. | Diğer |
|----------|----------|----------------|--------------|------------|-------|
| Kil - 1 | 64 | 17 | 14 | 2.3 | 2 |
| Kil - 2 | 63 | 16 | 14 | 2.7 | 4 |
| Kil - 3 | 61 | 15 | 17 | 3.5 | 4 |

Çizelge 3. Feldispat Hammaddelerinin Mineralojik Analiz Sonuçları.

| Hammadde | Ortoklas | Albit | Anortit | Serbest Kuvars | Demir Min. | Diğer |
|----------|----------|-------|---------|----------------|------------|-------|
| Siyenit | 43 | 40 | 4 | 10 | 2.35 | - |
| Albit | 2.5 | 76 | 2.4 | 17.4 | - | 1.74 |

Çizelge 4. Yer Karosu Masse Reçetesi.

| Hammaddeler | Kil 1 | Kil 2 | Kil 3 | Albit | Siyenit | Silis Kumu |
|-------------|-------|-------|-------|-------|---------|------------|
| % | 18 | 18 | 13 | 10 | 35 | 6 |

Hammaddelerin nem tayinleri yapılarak her biri 10 kg.'lık 3 adet değirmen hazırlanmıştır. Değirmenler sırasıyla 6, 10 ve 16 saat süre ile yaş öğütme yapılmıştır. Elde edilen çamur etüvde kurutulduktan sonra, 0.7 mm.'lik elekten geçecek şekilde kırılıp, % 7 oranında nemlendirilerek 100 x 200 mm. boyutlarında laboratuvar tipi presle 137 bar (260 kg/cm²) basınçla preslenmiş ve 1140 °C, 1160 °C, 1180 °C ve 1200 °C sıcaklıklarda laboratuvar tipi elektrikli kamara fırında pişirilmiştir.

3. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

Yer karosu massesini oluşturan hammaddelerin öğütülmesi sonucu tane inceliği sinterleşmede oldukça önemli rol oynamaktadır. Killerin yanında sert bir yapıya sahip olan albit, siyenit, pegmatit gibi sert hammaddeler ve silis kumunun bilyalı değirmenlerde öğütülerek tamamının masse reçetesine geçmesine dikkat edilmelidir. Çünkü bilyalı değirmenden boşaltılan çamurda eleme sonucu elek üstünde kalan feldispat ve silis kumu bakiyesi reçeteye girmeyeceğinden bünye kompozisyonunu bozup yanaltıcı sonuçlara neden olabilmektedir (Kingery, 1960, Reed, 1988).

Bu nedenle öğütülme sonucu değirmenin 63 μm 'luk % elek bakiyesi % 5,5 - 6,5 oranını geçmemelidir. Öğütülmeye tabi tutulan masselerin % elek bakiyeleri aşağıdaki gibidir.

Öğütme boyutunun öğütme süresine bağlı olarak etkisini görebilmek için feldispat denemelerindeki %35 siyenitli reçetede 3 adet değirmende 6 saat, 10 saat, 16 saat sürelerle çalıştırılmıştır. Bu sonuçlara göre 10 saat süre ile öğütülen massenin tane boyut dağılımı Şekil 1'de görülmektedir.

Değirmen No:1 (6 saat) : % 6.4 (63 μm % Elek Bakiye)

Değirmen No:2 (10 saat): % 4.8 (63 μm % Elek Bakiye)

Değirmen No:3 (16 saat): % 2.7 (63 μm % Elek Bakiye)

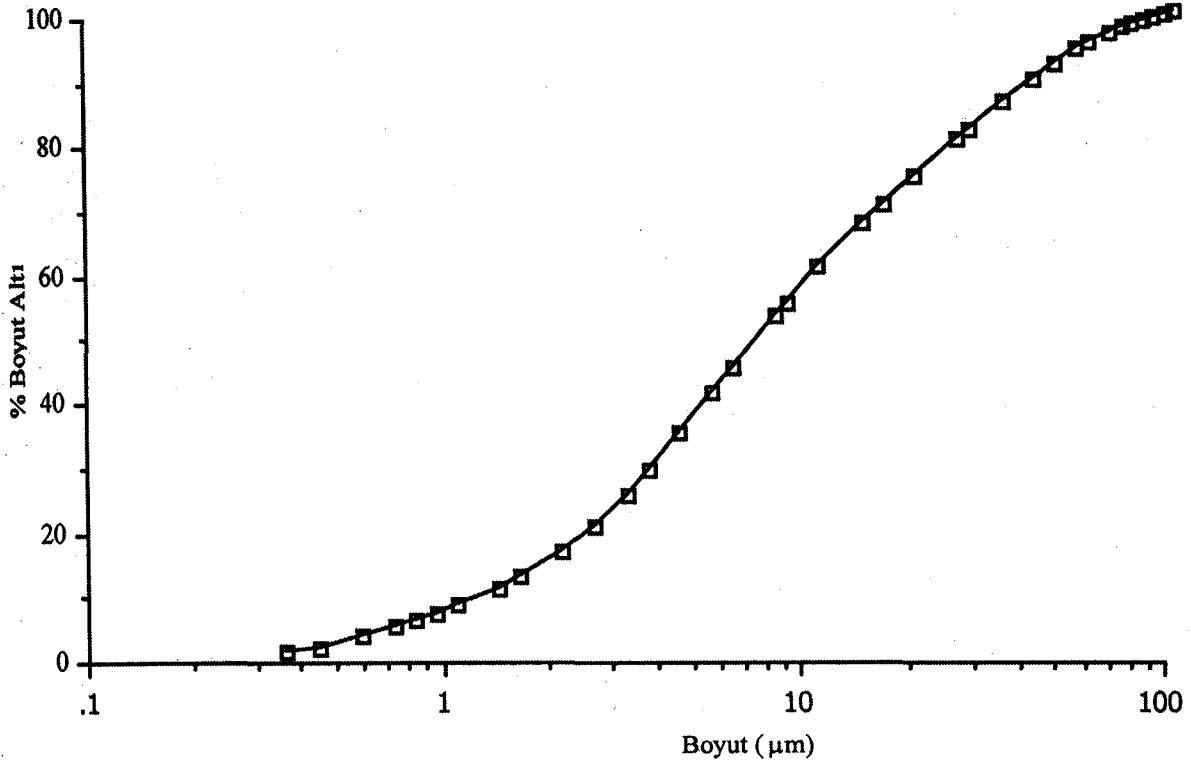
Şekil 1'de 10 saat süre ile öğütülen yer karosu masse granülünde tane boyut dağılımı % 10'u 1.16 μm . 'un, % 50'si 8.16 μm . 'un, % 90'ı 60.71 μm . 'un altında tane boyutuna sahiptir.

Öğütme süresinin ve pişirme sıcaklığının artması ile yer karosu massesinde pişme küçülmesinin arttığını görülmektedir. (Çizelge 4)

Su emme ise öğütme süresine bağlı olarak sinterleşme öncesi artmakta, sinterleşme sonrası ise azalmaktadır. (Çizelge 5)

Kırılma mukavemeti değerinde öğütme süresine bağlı olarak artış görülmektedir. (Çizelge 6)

Uzun süre öğütülmeye tabi tutulan masse, granül haline getirildikten sonra, aynı şekillendirme şartlarında daha gevşek bir yapı elde edilmesine yani düşük ham mukavemete sebebiyet verir. Başka bir deyişle dar tane boyut dağılımına sahip masse granülünün preslenmesinde tanelerin paketlenmesi zordur. Bu durum



$$D(0.1)= 1.16 \mu\text{m}. \quad D(0.5)= 8.35 \mu\text{m}. \quad D(0.9)= 60.71 \mu\text{m}.$$

Şekil 1. % 35 Siyenit İçeren Yer Karosu Masse Granülünün 10 Saat Süre ile Öğütülmesi Sonucu Elde Edilen Tane Boyut Dağılımı.

Çizelge 5. Öğütme Süresi ile Pişme Küçülmesi Arasındaki İlişki.

| Pişirim Sıcaklığı (°C) | PİŞME KÜÇÜLMESİ (%) | | |
|---------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------------------|
| | Değirmen No:1 (6 saat) | Değirmen No:2 (10 saat) | Değirmen No:3 (16 saat) |
| 1140 | 6.71 | 6.72 | 6.81 |
| 1160 | 6.82 | 6.85 | 6.87 |
| 1180 | 6.84 | 6.9 | 6.95 |
| 1200 | 6.9 | 6.95 | 7.01 |

Standart Sapma: % 0,07

Çizelge 6. Öğütme Süresi ile Su Emme Arası İlişki.

| Pişirim Sıcaklığı (°C) | SU EMME (%) | | |
|---------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------------------|
| | Değirmen No:1 (6 saat) | Değirmen No:2 (10 saat) | Değirmen No:3 (16 saat) |
| 1140 | 2.06 | 0.13 | 0.09 |
| 1160 | 0.64 | 0.05 | 0.1 |
| 1180 | 0.53 | 0.11 | 0.06 |
| 1200 | 0.5 | 0.19 | 0.08 |

Standart Sapma: % 0,11

Çizelge 7. Öğütme Süresi ile Eğilme Dayanımı Arası İlişki.

| Pişirim Sıcaklığı (°C) | EĞİLME DAYANIMI (kg/cm ²) | | |
|---------------------------|---------------------------------------|----------------------------|----------------------------|
| | Değirmen No:1 (6 saat) | Değirmen No:2 (10 saat) | Değirmen No:3 (16 saat) |
| 1140 | 212.6 | 286.1 | 330.4 |
| 1160 | 233.7 | 403.2 | 420.6 |
| 1180 | 310.1 | 409.8 | 470.4 |
| 1200 | 316.8 | 401.3 | 465.2 |

Standart Sapma: % 0,9

başlangıçta sinterleşmeyi olumsuz etkiler, yani daha düşük yoğunluk gözlenir. Daha sonra sinterleşme sıcaklığına ulaşıldığı an küçük tane yapısına sahip olan masse daha kolay reaksiyona girerek etkin bir şekilde daha düşük sıcaklıkta camlaşmaya (vitrifikasyon) ulaşılır (Zheng- Johnson ve Reed, 1990; Leiser ve Whitmore, 1970). Böylece daha fazla pişme küçülmesi değerine sahip, düşük su emmeli, yüksek mukavemetli yoğun yapı elde edilir. Şekil 1'de 10 saat süre ile öğütülen massenin tane boyut dağılımı ve Çizelge 1, 2, 3'te fiziksel özellikleri verilmektedir.

Kısa süreli öğütmeye tabi tutulan masse, sabit granül nemi ve presleme basıncında geniş tane boyut dağılımına sahip olduğundan yüksek ham mukavemete sahiptir. Massenin paketlenmesi iyi ancak sinterleşmesi, içerdiği iri taneciklerden dolayı daha düşüktür. Dolayısıyla massenin fiziksel özellikleri göreceli olarak daha düşüktür. Pişmiş masse daha az pişme küçülmesi göstermesine rağmen, yüksek su emmeli ve düşük mukavemete sahiptir (Zheng ve Reed, 1988).

Sonuç olarak siyenitli yer karosu reçete değirmenleri öğütülürken feldispat hammaddelerinin daha etkin

olarak eriticilik görevini yapabilmesi için 63 µm. altına indirilmesi gerekmektedir.

Yeterli öğütmenin olmadığı masselerin pişirimi sonucunda üründün fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerini oluşturan reaksiyonların gecikmesine, ya da bir kısmının hiç oluşmamasına sebep olmaktadır. Sonuçta seramik bünye iskeleti tamamlanmaz, vitrifikasyon gecikir, ve tüm fiziksel özellikler olumsuz yönde etkilenir. Bu nedenle, değirmen çıkışı çamuru % elek bakiyesi ve tane boyut dağılım sonuçlarına bakarak yetersiz öğütme durumunda öğütme süresi uzatılarak optimum öğütme süresi belirlenmelidir.

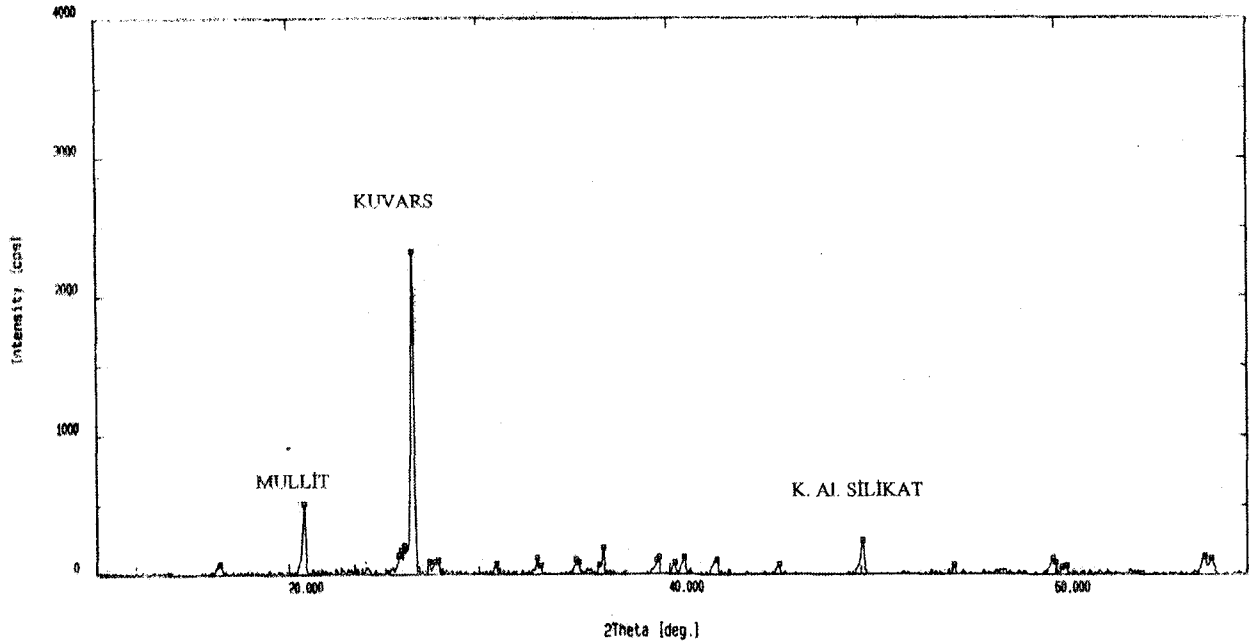
Feldispat reçete denemelerinde siyenit ve albit hammaddelerinin tane büyüklüğü, pişme esnasında meydana gelen reaksiyonlar üzerinde önemli etkide bulunur. Eğer masse granülündeki feldispatlar iri taneli ise, sinterlenen üründün feldispatik cam merkezleşmesine sebebiyet verir. Reçete fazla öğütüldüğü takdirde ise kuvars taneleri ile feldispatlar birbirleri ile reaksiyona girmeye fırsat bulamadan kaolinitle çok çabuk reaksiyona girer ve mullit kümelerinin bünyede heterojen bir şekilde dağıtılmasına sebebiyet verir. Orta tane iriliğinde öğütülmüş feldispat bünyede homojen bir mullit kristal ağının gelişmesini sağlar. Yüksek mukavemet için homojen bir mullit ağı şarttır (Kingery, 1960). Şekil 2'de 10 saat süre ile öğütülen yer karosu massesinde oluşan fazlar görülmektedir

4. SONUÇ

Yer karosu bünyesinde kullanılan hammaddelerin öğütme süresinin artması ile tane boyutu küçülür ve küçük çaplı feldispat taneleri daha kolay erir, buna bağlı olarak da sıvı cam faz oluşur ve diğer tanelerin teması cam faz ile kolaylaşır. Öğütme süresi arttıkça, bünyede;

- Sinterleşmenin kolaylaştığı,
- Sinterlenen masselerin pişme küçülmelerinin arttığı,
- % su emmenin azaldığı,
- Kırılma mukavemetinin arttığı,
- 10 saatlik öğütmenin ürün kalitesi bazında yeterli olduğu saptanmıştır.

Endüstriyel ölçekte ise optimum öğütme süresi, bu verilerin doğrultusunda, öğütme süresinin maliyeti ve tesisin ürünü sinterlemede uyguladığı fırın rejimi göz önüne alınarak yapılacak fizibilite çalışmaları sonucunda belirlenmesi gerekmektedir.



Şekil 2. 10 Saat Süre ile Öğütülmesi Sonucu Elde Edilen % 35 Siyemit İçeren Yer Karosu Ürününün X-Ray Analiz Sonucu.

KAYNAKÇA

- Cornelius, S. ve Hurlbut, J.R. (1982). *Mineraller*, Cilt 2. Çeviren: İnan C., Tanyolu, S., Doyuran Matbaası, İstanbul.
- Fugmann, K.G. ve Reh., H. (1992). How to Produce Tiles. *Interceram*, 5, 41-49.
- Kingery, W. D. (1960). *Introduction to Ceramics*, Chapter 13 John Wiley & Sons Inc., New York.
- Leiser, D. B. ve Whitmore O. J. (1970). Compaction behaviour of ceramic particle. *American Ceramic Society Bulletin*, 49 (8), 714-717.
- Reed, J. S. (1988). *Principles of Ceramics Processing*, Second Edition. John Wiley & Sons Inc., Newyork.
- Sanchez, E., Garcia, J., Sanz, V. ve Ochandio, E. (1990). Raw material selection criteria for the production of floor and wall tiles. *Tile & Brick*, 6 (4), 21-27.
- Zheng, J., Johnson, P. F. ve Reed, J. S. (1990). Improved equation of the continuous particle size distribution for dense packing. *Jornal of American Ceramic Society* 73, 323-325.
- Zheng, J. ve Reed, J. (1988). Particle and granule parameters affecting compaction efficiency in dry processing. *Journal of American Ceramic Society*, 71, 456-458.



H. Gürkan Yersel, 1951 yılında Eskişehir'de doğdu, 1973 yılında Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesinden Jeoloji Yüksek Mühendisliğinden mezun oldu ve MTA Genel Müdürlüğünde göreve başladı. Almanya'da Clausthal Teknik Üniversitesinde Doktora çalışmasını 1983 yılında bitirdi ve MTA'da Seramik-Refrakter Hammaddeler servisinde uzman olarak görevde bulundu. 1987 yılından bu yana Anadolu Üniversitesinde öğretim üyesi olarak çalışmaktadır. Uzmanlık alanı, Seramik ve Refrakter Hammaddeler ile Mühendislik Ekonomisi'dir. Halen Seramik Mühendisliği Bölümünde öğretim üyesi olarak görev yapmaktadır.



İrfan Töre, 1973 yılında Eskişehir-Mahmudiye'de doğdu. 1995 yılında Osmangazi Üniversitesi Maden Mühendisliği Bölümünden mezun oldu. 1999 yılında Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Seramik Mühendisliği Bölümü'nde yüksek lisansını tamamladı. Uzmanlık alanı, Seramik Hammaddeleri ve Cevher Hazırlamadır. Halen Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Cevher Hazırlama A.B.D'nde doktora eğitimini sürdürmekte olup, Anadolu Üniversitesi Seramik Mühendisliği Bölümünde araştırma görevlisi olarak çalışmaktadır.