



Demir cevherinin ve kabuk (scale) malzemesinin özelliklerinin belirlenmesi ve vinil boya için sentezlenmesi

Characterization of iron ore and scale for synthesizing vinyl paint

Mohammed Tayeb ABEDGHARS^{a*}, Mokhtar GHERS^b, Salah BOUHOUCHE^a ve Belgacem BEZZINA^a

^aCRI Endüstriyel Teknolojiler Araştırma Merkezi, PO 64, Cheraga 16014 Cezayir

^bBadji Mokhtar Üniversitesi Fizik Bölümü Annaba Cezayir

Araştırma Makalesi

Anahtar Kelimeler:

Pigment demir, Kabuk (kalamın-tutya taşı), Eş zamanlı ısı analizi, X-Işını Difraksiyon, Spektrofotometre.

ÖZ

Bu çalışmada vinil boya üretimine yönelik sentezleme için iki malzeme çalışılmıştır. Demir cevheri, kırmızı renkli, fosfor içerikli ve oolitik yapıda demir oksit pigmentidir. İkinci malzeme çelik yan ürünüdür. Hammaddelerin uygunlukları kimyasal, partikül boyutu, termal, XRD ve spektrofotometrik analizler ile çalışılmıştır. Pigment ve kabuğun (tutya taşı) demir içerikleri sırasıyla %53,18 ve %73,83'tür. Kabuğun öğütülebilirliği pigmentten daha iyidir. Partikül hacim dağılımı, kabuk için 0,7-32, pigment için ise 0,6-40 µm'dir. TGA ve DSC testleri, enerji tüketimi ile faz çözülmesinin pigmente ağırlık kaybettiğini ve ısının yükseldiği zaman yeni faz oluşumu ile kabuğa ağırlık kazandığını göstermiştir. Kabuğun SEM analizi, 1-10 µm arasındaki demir oksit tanelerinde homojen bir yapı olduğuna işaret etmektedir. XRD analizi, pigment içerisindeki demirin Fe₂O₃ ve FeO(OH) ve çok az miktarda da Fe₂SiO₄ olduğunu göstermiştir. Kabuk içerisindeki demir ise FeO, Fe₂O₃ ve Fe₃O₄ formlarındadır. Spektrofotometrik testler, bu iki malzemenin izlenebilir ölçekte herhangi bir emme (absorpsiyon) göstermediğini ve yansıma değerlerinin maksimum (%100) olduğunu ortaya koymuştur.

Geliş Tarihi: 12.11.2018

Kabul Tarihi: 17.07.2019

Keywords:

Pigment iron, Scale (calamine), Simultaneous thermal analysis, X-ray diffraction, Spectrophotometry.

ABSTRACT

Two materials are studied to synthesize a vinyl painting. Iron ore is an iron pigment with an oolitic structure containing phosphorus. The second material is a steel by-product. The raw materials properties were studied by chemical, particle size, thermal, XRD and spectrophotometric analysis. The iron contents of the pigment and scale are respectively 53.18% and 73.83%. The grindability of scale is better than that of the pigment. The particle volume distribution is 0.7 to 32 µm for scale and 0.6 to 40 µm for pigment. TGA and DTA tests show that the pigment loses weight with phase dissolution by consuming energy and the scale gains weight with the formation of a new phase when the temperature increases. The SEM of the scale showed a homogeneous structure of iron oxide grains ranging from 1 to 10 µm. XRD analysis shows that the iron in the pigment is in the form of (Fe₂O₃) and FeO (OH) and very little (Fe₂SiO₄). The iron in the scale is in the form of (FeO, Fe₂O₃ and Fe₃O₄). Spectrophotometric tests show that the two materials have no absorption and their reflection is maximum (100%) in the visible range.

1. Giriş

Kırmızı renkli pigmentler demir cevheridir. Bunların boya alanındaki faaliyetleri için bazı özel teknik koşullar söz konusudur.

- Kalamın çelik endüstrisinin ikincil malzeme olarak açığa çıkardığı hayati önemde bir üründür, bu ürün yan ürün olarak farklı öğütücülerde görülmektedir. Chen ve Yuen (2005) ve Umadevi vd. (2013) kalamının kabuğunun, yüksek sıcaklık koşullarında üründen döküm çeliği yapılması aşamasında, ürünün soğuması sırasındaki oksidasyonu ve tekrar ısıtılması işlemi ve sıcak oluşum aşaması süreçlerinde meydana geldiğini belirtmişlerdir.

Pigmentler yalnızca izlenebilen spektrumun belirli dalga boylarında emilme sergileyen kimyasal bileşimlerdir. Bu özellik onların rengini oluşturmaktadır.

- Pigmentler çoğunlukla ince küçük parçacıklar (partikül) halinde olup bütün çözücülerde çözülebilmektedir. Bu bileşiklerin söz konusu özellikleri 30.000 sene önce tarih öncesi çağda (prehistoric) mağaralarda kullanılmıştır. Günümüzde sanatçılar okru, sarı ve kırmızı kili veya demir oksidi yaygın şekilde kullanmaktadırlar.

Farklı tipte pigmentler bulunmaktadır:

- Doğal: Bitkiler, toprak, hayvanlar, çiçekler, ağaçlar
- Kimyasal: Çeşitli malzemelerin karışımı veya füzyonu sonucu elde edilenler

Pigmentlerin kullanımı giderek artmakta olup başlıca toner, astar boya, mürekkep, plastik, lastik, tekstil, kozmetik, yiyecek ve ilaç sanayinde yaygın olarak kullanılmaktadırlar.

Morvan (2002), pigmentlerin tane boyu analizlerinin, optik özellikler, renk, renk tonu (shade), opaklık, viskozite, parlaklık, dayanıklılık ve sedimentasyon gibi son ürün özelliklerini etkileyebileceğini belirtmiştir.

Hematit koyu kırmızı renkte olup granulometrik dağılım göstermektedir. Della vd. (2007), bu özelliklerin hematitin pigment üretiminde kapsülleme için bir renk verici olarak kullanılmasını sağladığını

göstermiştir. Pigment üretimleri hala klasik mekanik metotlarla yapılmaktadır. İlk başta kazılan malzeme taşıyıcılardan el ile çıkarılır, ayklanır, kurutulur ve öğütülür. Philip (2010), “Histoire Vivante des Couleurs” başlıklı çalışmasında malzemenin saflığı ve öğütülme inceliğinin daha sonraki aşamada kullanım alanlarını ve koşullarını etkilediğini belirtmiştir.

Husband vd. (2006), pigmentin genellikle toz olduğunu yazmıştır. Tane boyunun inceliği ve parçacıkların şekli taneciklerin yüzeyinden yansıyan ışık oranına bağlı olarak öğütülmüş pigmentin renginin önemli ölçüde değişmesine neden olur.

1.1. Tane Boyunun Etkileri

Optik özellikler, pigment tanesinin boyutu kaplanacak yüzeydeki durumu etkiler, örneğin malzemenin tane boyutuna bağlı olarak boya parlak (glossy), mat veya saten olabilir. Bu etki ışığın yayılma (difüzyon), yansıma (refleksiyon) ve kırılma (refraksiyon) durumu ile ilgilidir.

Boya kaplamasının son durumu, pigment veya boya uygulamasının rahatlığı renklendirme elemanlarının tane boyu dağılımı ile ilişkilidir. Tane boyu renklendirme kuvvetini ve doğrudan boyamanın derinliğe nüfuzunu etkiler.

Reolojik (rheological) özellikler, kaolin bazlı kaplama katmanları düzleminde pigment parçacıklarının gerilme özelliklerini inceleyen Husband vd. (2006) ve Brinke vd. (2007), parçacıkların doğal viskozitesinin (μ) aynı hacme sahip parçacıkların en boy oranıyla doğrudan ilişkili olduğunu belirtmiştir. İnce parçacıkların varlığı viskozitenin artmasına neden olmakta, bu da çökelmeyi (sedimentasyon) ve topaklanmayı (flocculation) sınırlandırmaktadır. Bu iki durum renk şiddetinin amaca uygun düzenlenmesini etkilemektedir.

Çelik endüstrisi tarafından üretilen hayati önemdeki ikincil ürünler kabuk halinde değişik öğütücülerde görülmektedir. Umadevi vd. (2013), kabuğun devam eden döküm çeliği üretiminin yüksek sıcaklıktaki oksitlenmesi ve ısıtma uygulaması ve sıcak oluşturma aşamasında meydana geldiğini göstermiştir.

Bu başlangıç aşaması çalışmasında amacımız pigment sentezlemesi için karışımları belirlemektir. Bu aşamada iki bileşenin öğütülebilirlik ile ilgili

mikro yapısı (microstructure) ve son olarak da lazer granulometresi (granulometry) ile tane boyu belirlenecektir. Bu amaca yönelik olarak, Diferansiyel Termal Analiz (DTA), Termal Varyasyon Entalpi (DSC), X-Işınları Difraksiyon (X-Ray) ve Görünür Işık Spektrofotometre çalışmaları yapılmıştır.

2. Materyal ve Metotlar

Malzemelerin kimyasal analizleri X-Işınları Floresans Spektrometresi (XRF) metodu ile yapılmıştır. Öğütme zamanı malzemenin durumuna göre farklılık göstermektedir. Her malzemenin uygun öğütülme süresinin belirlenmesi gerekmektedir. Tane boyunun ufaklığının kontrolü her numunenin 32 mikron boyutunda öğütülmesi sonrasında yapılmıştır. İki numunedeki tane boyu dağılımı 'lazer micro-granulometer-mastersizer 2000/Malvern' kullanılarak incelenmiştir. Sistem Hydro MU numune hazırlayıcısı ile birlikte çalıştırılmıştır.

Michel ve Courard (1986), yaptığı çalışmada kalker dolgu malzemesinin fiziksel karakterizasyondaki katkısını belirlemek için lazer granulometresinin tane boyu analizini yapmıştır. Michel ve Courard (1986), bu lazer dağılım (scattering) analizinin dolaylı (indirekt) bir teknik olduğunu ve çoğunlukla öğütülmüş malzeme içindeki tane boyu dağılımını belirlemede kullanıldığını ifade etmiştir. Metodun prensipleri şöylece verilebilir.

Tane boyu dağılımı belirleyicisinin (particle size analyzer) optik ünitesi, süspansiyon halindeki parçacıkların monokromatik radyasyonunun difüzyonunu (difraksiyon-diffraction, yansım-reflection, kırılma-refraction) kaydeder. Dağılım görüntüsü, teorik parçacık tane boyu dağılımına göre farklı modellere göre hesaplanır. Ölçülen görüntü ve hesaplanan görüntü küçük kareler metodu hesaplamasıyla ayarlanır.

Hammaddelerin Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ve Thermal Varyasyon Entalpi (DSC) çalışmaları için TA Instruments SDT.Q.600 cihazı kullanılmıştır.

Sentetik karışımın içeriğini uygun hale getirebilmek için kabuk malzemesi sırasıyla %5, 10, 15, 20, 25 ve 30 oranlarında doğal pigmente ilave edilmiştir. Thirion (2016) tarafından ifade edilen deneysel yönteme göre sıcaklık 1.100°C ulaşıncaya kadar alüminyum potada, dakikada 50°C ısı artışı elde edilmiştir. Mineralojik kantitatif çalışma için Amatek analizörlü Quanta 250 tip Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Kristalografik çalışma için bakır antikatot tüplü Rigaku X-Işınları Difraktometresi (XRD) kullanılmıştır. Emilme (absorption), yansıma (reflection) gibi optik aktarım (transmission) ölçümleri oda sıcaklığında UV-Visible-IR spectrophotometer Brand Agilent type Carry 5000 cihazı kullanılarak yapılmıştır.

3. Sonuçlar ve Tartışma

3.1. Kimyasal Analiz

Her iki malzeme de başlıca demir oksit içeriklidir. Bütün mineraller gibi pigment, artıktaki oksitleri içerir. Analiz sonuçları çizelge 1'de verilmektedir.

Cevher içindeki hematit ve manyetit toplam analizlerdeki toplam demir ve ferro demir içeriklerinden hesaplanmıştır. Basitleştirilmiş hesaplama yöntemiyle pigment, %72,48 oranında hematit ve %3,44 oranında manyetit içermektedir.

$$\text{Toplam Hematit} = (\text{Fe}^{\text{T}} - \text{Fe}^{+2}) \times 1,43 \quad (1)$$

$$\text{Manyetit} = \text{FeO} \times \left(\frac{232}{72} \right) \quad (2)$$

$$\text{Bileşik hematit} = \text{FeO} + \left(\frac{232}{72} \right) - \text{FeO} \quad (3)$$

$$\text{Serbest hematit} = \text{Toplam hematit} - \text{bileşik hematit}$$

3.2. Öğütme

Parça boyutu tercihi, dağılımın duyarlılık durumunu etkilemektedir.

Gerçekten mikrometrik parçacıklar ve mikrometrik boyuttaki parçacıklar, kabuk ve yüksek

Çizelge 1- Demir pigmenti ve kalaminin kimyasal analizi.

%	FeT	FeO	CaO	SiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	MnO	P ₂ O ₅	ZnO	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄
Pigment	53,18	1,07	0,76	4,23	0,36	2,13	0,64	1,63	0,75	72,48	3,44
Kabuk	73,83	56,9	0,42	0,14	0,37						

şiddetteki Van der Waals gücü tarafından boyutlarıyla orantılı olarak çekilirler.

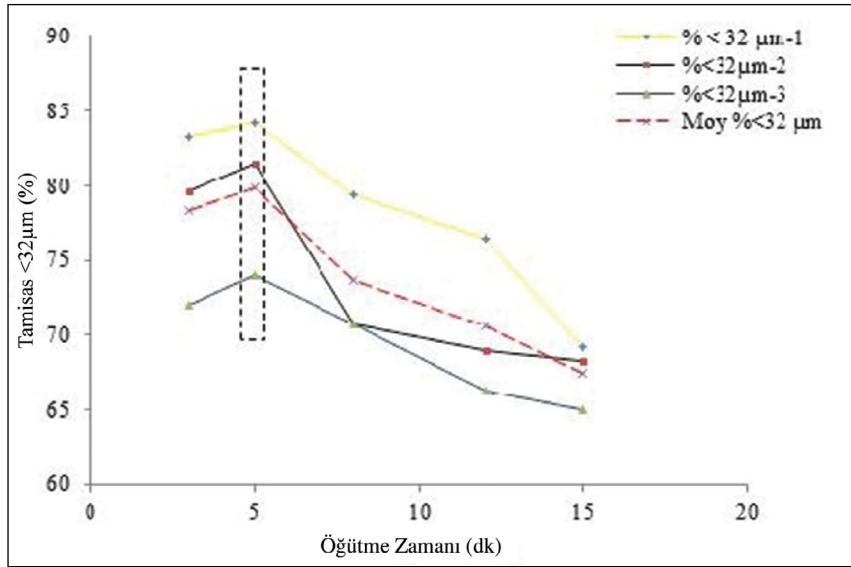
Cabane (2003), daha genel olarak tane şekillerinin, agregalaşmış yayılımların mekanik özellikleri üzerinde oldukça etkili olduğunu belirtmiştir.

Numune alma koşulları ve öğütme işlemi her iki malzeme için de aynıdır:

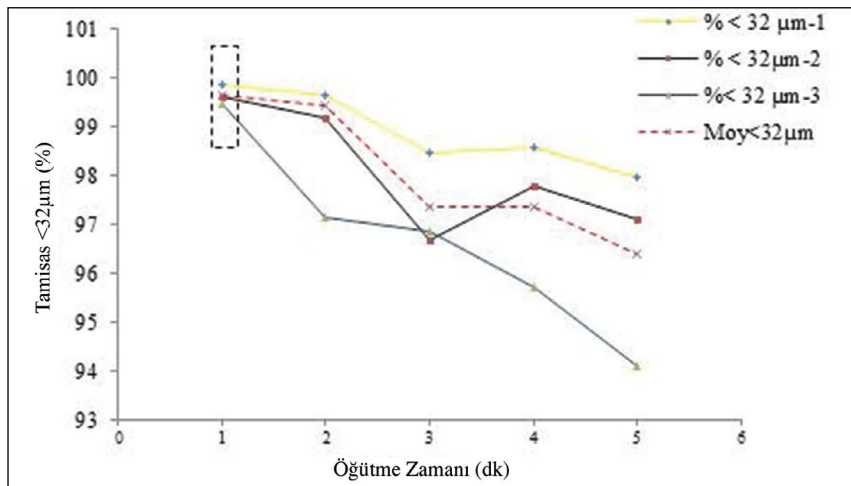
- Ham malzeme 160 mikronun altına kırılmıştır.
- 200°C’de kurutulmuştur.
- Test eşit olarak 10 gr ± 0,3 ile yapılmıştır.

- İzleme süresi: 3 dakika (emme) 32 mikronluk elekten (mesh) eleme.
- Depresyon (emme) 1.500 Paskal.

Kabuk malzemesinin pigmentte oranla daha iyi öğütülebilirlik sergilediği kabul edilmektedir. Demir pigmenti sırasıyla ayrı ayrı 3, 5, 8, 12, 15 dakika süreyle öğütülmüştür. Sonuçlar şekil 1’de gösterilmektedir. İlk belirtilere göre kabuk sert değil ve ufalanması kolaydır. Bu nedenle LRB kabuğu 1, 2, 3, 4 ve 5 dakika süreyle öğütülmüştür. Sonuçlar şekil 2’de verilmektedir. Pigmentin 5, kabuğun ise 1 dakika süreyle öğütülmesinin uygun olacağı sonucuna varılmıştır.



Şekil 1- Pigmentin ufalanabilirliği.



Şekil 2- LRB kabuğun ufalanabilirliği.

3.3. Tane Boyu

Yukarıda belirtildiği gibi tane boyu, numunenin optik özelliklerini, kaplamanın son durumunu ve reolojik özellikleri etkilemektedir. İnce taneciklerin varlığı viskoziteyi artırmakta bu da çökmeyi ve toplanmayı (floculation) sınırlandırmaktadır. Bu iki durum renk koyuluğu (şiddeti) ile ilgili düzenlemeyi önemli ölçüde etkiler. Bohic (2007)'ye göre tane boyu genel olarak 0,1 ve 50 mikron arasındadır. D50 ise 1 ile 10 mikron arasındadır. Lazer granülometresi (Hydro 2000MU) ile yapılan tane boyu ölçümü, hacim dağılımının kabuk için 0,7 ve 32 mikron, pigment için 0,6 ve 40 mikron olduğunu göstermiştir. Görüldüğü gibi D₅₀ numunesinde kabuk için ortalama çap 6,31 mikron, pigment için 7,97 mikron olup öğütme süresi kabuk için 01 dakika pigment için 05 dakika olarak belirlenmiştir. Kapladıkları alan 1,6 ve 1,5 m²/gr'dır. Öğütme işlemi laboratuvarında diskli öğütücü ile yapılmıştır. Bunun da belli başlı özellikleri olan yüzeyler için çoğunlukla uygun olacağı düşünülmektedir.

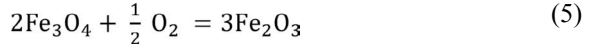
3.4. Eş Zamanlı Isı Analizi

Kabuk için yapılan 400 ve 1.000°C'lik eş zamanlı ısı analizi ağırlıkta %3,602 oranında bir artışa neden olduğu, bunun da demir oksitlerin oksidasyonu, yeni fazların oluşumu ile ilgili olduğu değerlendirildi.

yapılmıştır. Söz konusu oluşumla ilgili reaksiyon aşağıdaki formülde verilmiştir:

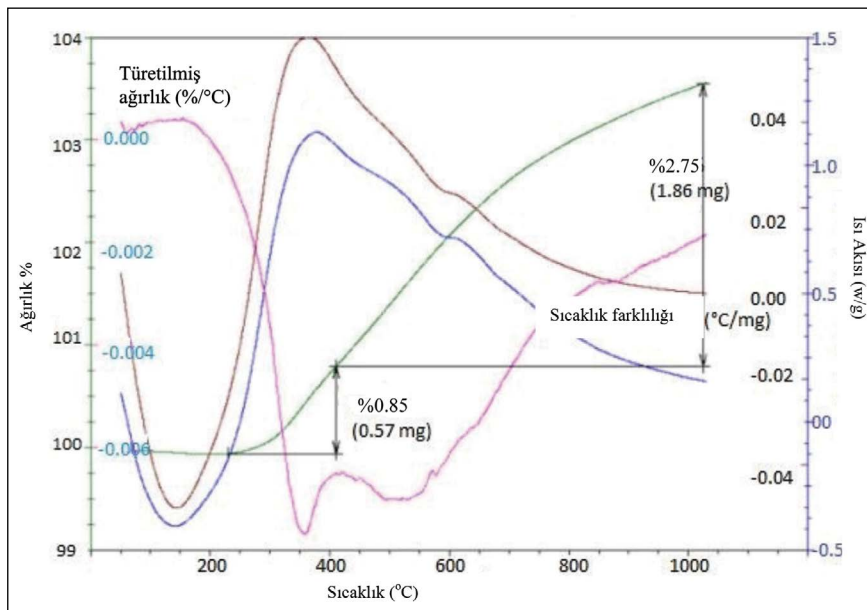


Bu reaksiyona göre sistem 850°C ve 1150°C arasında duraylıdır.

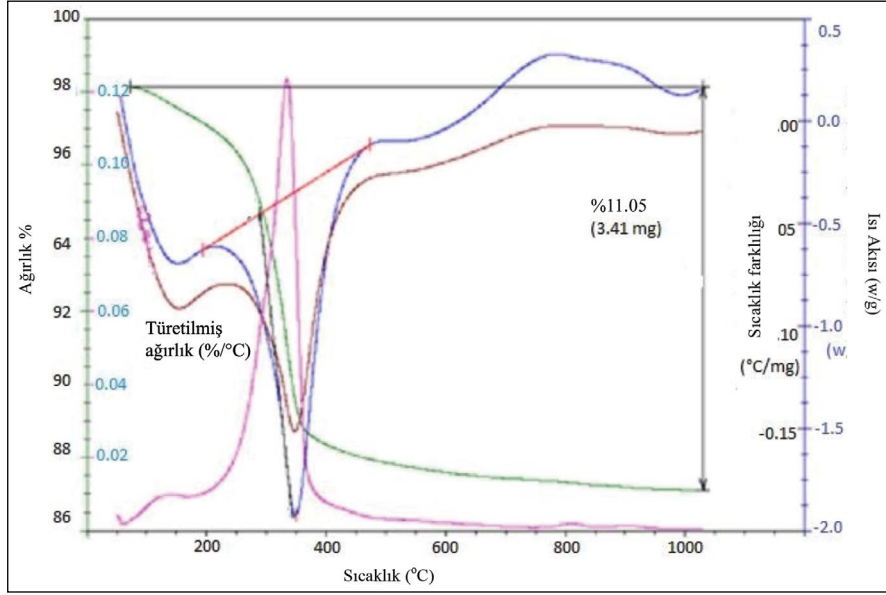


Oksidasyona %3,602 ve 1,128 W/g ağırlık kazanımı ve ısı oluşumu eşlik etmiştir (ekzotermik reaksiyon) (Şekil 3).

Demir pigment analizinde suyun buharlaşması sonucu demir hidroksitlerin (götüt FeOOH eriyiği) teşekkülü ile büyük oranda kütle kaybı meydana gelmiştir. Bu azalma 289°C ve 349°C'da %11,05 oranında olmuştur. Şekil 4'te görüldüğü gibi bu çözülmeye 1,926 W/g'ye eşit ısı emilimi (endothermic absorption) eşlik etmektedir. Goss (1987)'ye göre kinetik olarak αFeOOH (götüt)'in αFe₂O₃'e (hematit) dönüşümü, test sırasındaki ağırlık kaybı verilerine göre 255°C'nin üzerindeki sıcaklıkta olmuştur. Dehidratasyon mekanizması H₂O'nun elimine edilmesini içerir. Sentetik götüt olduğu durumda yalnızca %3,97'lik ağırlık kaybıyla hematit büyümeye başlar. Ürünün su kaybıyla (dehidratasyon) değişimi tanenin yüzeyinden başlayarak tanelerin içine ilerler. Bu işlem tanelerde gözeneklerin oluşması ve su buharının açığa çıkması sonucu gelişmektedir.



Şekil 3- Kabuğun eş zamanlı ısı analizi.



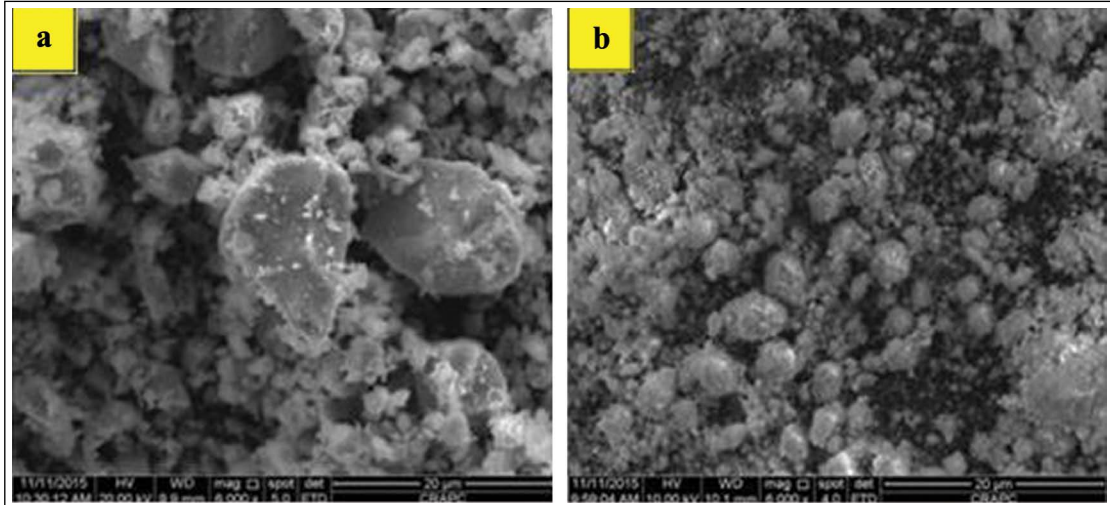
Şekil 4- Demir pigmentin eş zamanlı ısı analizi.

Şekil 4'te başlangıçta 200°C'nin altındaki bir sıcaklığın pigmentteki nemin buharlaşması için gerekli olduğunu gösteren endotermik bir pik dikkat çekmektedir. Doğal demir pigmente %5, 10, 15, 20, 25 ve 35 oranlarda kabuk ilavesiyle elde edilen karışımın termal analizi ağırlık kaybının azaldığını göstermektedir. Bu durum kabuğa oranla demir pigmentinin azalması ile açıklanabilmektedir. Ağırlık kaybı ilave edilen kabuk miktarı ile ilişkilidir. Enjekte edilen kabuk oranı arttıkça ağırlık azalmaktadır. Isı akısı, polinomiyal olarak artan bir hız alır, demir pigmentindeki demir hidroksitlerin (götitin ayrışması)

çözünmesi için harcanan enerji kabuk tarafından salınan enerji (oksidasyonu reaksiyonları) ile dengelenmiştir.

3.5. Taramalı Elektron Mikroskopi (SEM)

5 dakika süreyle öğütülen kabuk malzemesi SEM'de incelendiğinde, boyutları ve şekli 1 ve 10 mikron arasında değişiklik gösteren demir oksit bileşimindeki parçacıklarının homojen bir yapı gösterdiği görülmüştür (Şekil 5a). EDS tarafından verilen aralıktaki gözlemlerin tamamı arasındaki



Şekil 5- a) Oksit kabuk ve b) demir pigment tanelerinin boyut ve morfolojisi.

kimyasal analiz, silikon ve alüminyumun eser miktarda, manganezin çok az miktarda ve demirin ise baskın varlığını göstermektedir. Kabuğu oluşturan demir (oksitlenmiş demir), çeliğin asıl bileşeni olup manganez de çeliğin bileşiminde bulunmaktadır. İz düzeyinde bulunan Si ve Al ya demir-karbon alaşımının (çelik) kimyasal bileşiminden veya tekrar eden döküm tozundan kaynaklanmaktadır.

Kırmızı demir pigmentinin elektron mikroskobu taraması ile yapılan arama görüntüsünde en azından demir oksit ve gangdan oluşan yuvarlaklaşmış bir agrega görülmektedir (Şekil 5b). EDS ile yapılan analizde demir yatağında önemli miktarda belli başlı 4 oksit varlığı söz konusu olmaktadır. Bu 4 oksidi oluşturan elementler silikon, kalsiyum, alüminyum ve magnezyumdur.

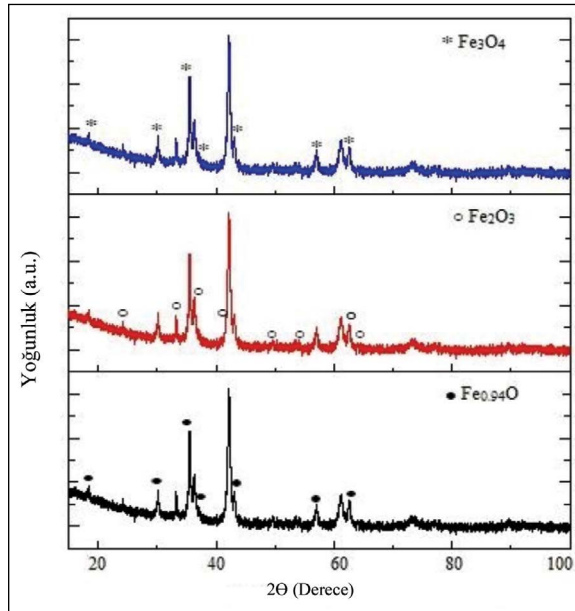
3.6. X-Işını Difraksiyon Analizi (XRD)

X-Işını difraktogramı (Şekil 6), kalaminde kristal fazın vustit, manyetit ve hematit karışımı içerdiğini göstermektedir. Vustit ($\text{Fe}_{0,94}\text{O}$) kübik, manyetit

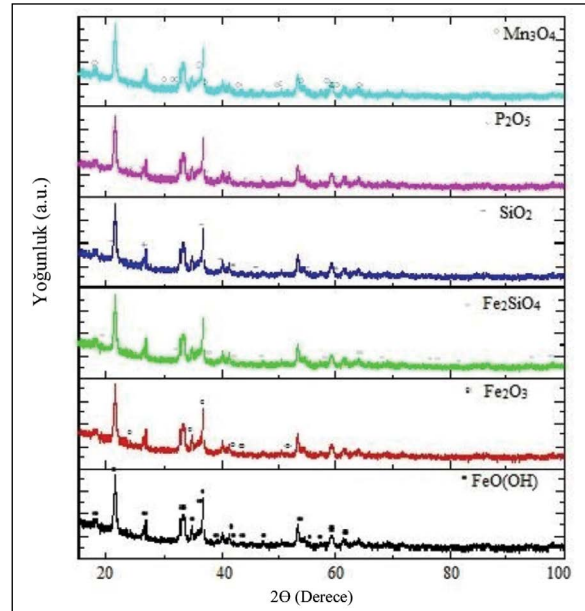
(Fe_3O_4) ortorombik ve hematit (Fe_2O_3) trigonal yapıdadır. Pigmentin X-ışını difraktogramı (Şekil 7) ise kristal fazların 6 fazın karışımından oluştuğunu göstermektedir. Bu fazlar götit, hematit, fayalit, silika, fosforlu pentoksit ve hausmanittir.

3.7. Spektrofotometre Analizi

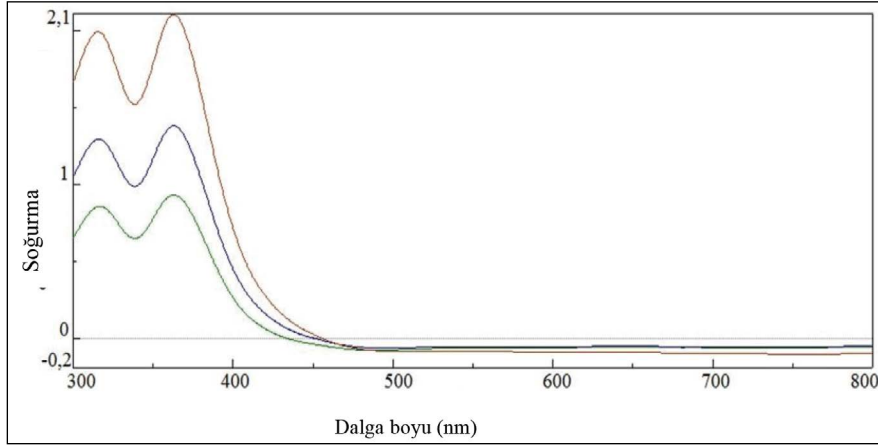
Malzemeler tarafından emilen ışığın analizi ultraviyole ve görünen ışık ortamında zayıf ve sabit emilme göstermektedir (Şekil 8). Görünen ortamda (380'den 780 nm'ye kadar) hemen hemen sıfır düzeyinde emilme görülmektedir. Renklendirme, izlenebilen tayfta ışın yayılımını (radyasyonunun) emme kabiliyetine bağlı bir durum olarak tanımlanmaktadır. İzlenebilen sınırlar içinde malzemelerin yansıma analizleri mükemmel yansıma göstermektedir, şekil 9'da eğri ortalamasının %120 olduğuna dikkat edilmesi gerekir. Buradan bu malzemelerin kendi içeriklerinin ışımının kaynağı olduğu ve bununda toplam ışımaya ilave edilebileceği sonucu çıkarılmaktadır. Değerlendirmeye dâhil edilmeyen anlık ışımaya bütünüyle yansıtılmıştır.



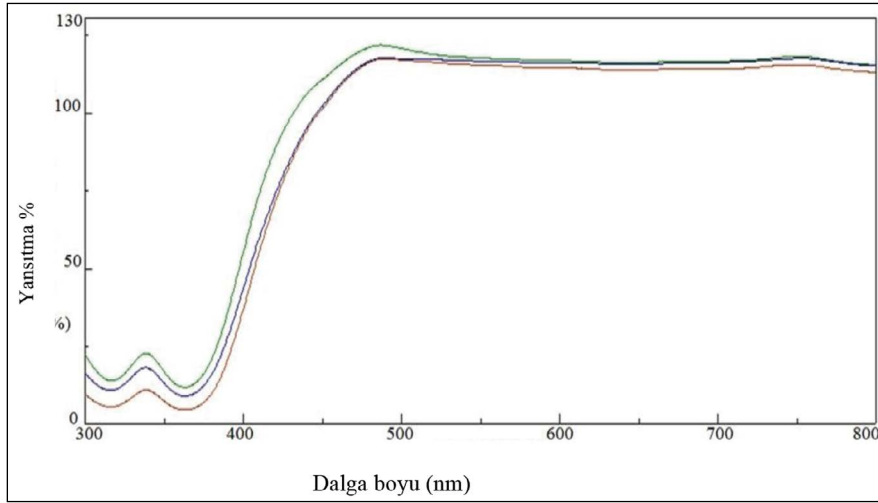
Şekil 6- Kalaminde difraktogramı (FeO -küçük, Fe_2O_3 -ortorombik ve Fe_3O_4 -trigonal).



Şekil 7- Demir pigment difraktogramı (FeOOH , Fe_2O_3 , Mn_3O_4 , SiO_2 , P_2O_5).



Şekil 8- Malzemelerin emilmeleri.



Şekil 9- Malzemelerin yansımaları.

4. Sonuç

Kimyasal analizler hammaddenin oksit halinde demir içerdiğini göstermektedir. Kabuk bütünüyle manyetit yapısına sahiptir. Pigment, demire ilave olarak silis gangı içermektedir. Kalamın ise %98 demir oksit içeriğine sahiptir.

Öncel öğütme çalışmaları pigmentin öğütülme zamanının kabuğunkinden daha önemli olduğunu göstermiştir.

Tane boyu analizleri lazer granulometresi kullanılarak yapılmıştır. Bu analiz, parçacıkların tane boyu dağılım yoğunluğunun kabuk için 0,7-32 μm , pigment için 0,6-40 μm olduğunu göstermiştir. Bu da öğütme işleminin ortalama çapı D_{50} 6,31 μm olan kabuk için 01 dakika süreyle, ortalama çapı 7,97

μm olan pigment için 5 dakika süreyle yapılması gerektiğini işaret etmektedir. Kabuğun kapladığı alan 1,6 m^2/gr , pigmentin kapladığı alan 1,5 m^2/gr 'dir.

Kalamın ile ilgili yapılan Eş Zamanlı Sıcaklık Analizi (Simultaneous Thermal Analysis) 400°C ve 1.000°C sıcaklık aralığında, ağırlığın %3,602 oranında arttığı, bunun da demir oksitlerin oksitlenme reaksiyonu ile ilgili olduğu değerlendirilmiştir (yeni fazların oluşumu).

Demir pigmenti için bu analiz, suyun buharlaşarak uzaklaşması ve demir hidroksitlerin (götüt-FeOOH çözünmesi) oluşumu sonucunda büyük kütle kaybı meydana geldiğini ortaya koymuştur.

5 dakika süreyle öğütülen kabuk malzemesi ile ilgili olarak SEM'de yapılan gözlemlerde malzemenin

boyutları 1 µm ile 10 µm arasında olan homojen yapıya sahip demir oksit taneleri olduğu görülmüştür.

Kırmızı demir pigmentin taramalı elektron mikroskopu fotoğraflarında, en azından oksit ve gangların yuvarlaklaşarak agregaları oluşturduğu görülmektedir.

X-ışını difraktogramı kalamın için kristalleşmiş fazların vustit, manyetit ve hematit karışımı, pigment için ise götit, hematit, fayalit, silika, fosforlu pentoksit ve hausmanitten oluşan 6 faz karışımı olduğunu göstermiştir.

Malzeme tarafından emilen ışığın analizi, morötesi (ultraviyole) ve görünen ışık ortamında zayıf ve sabit emilme gösterdiği ortaya koymuştur.

Malzemelerin görünen sınırlar içinde yansıma analizleri mükemmel yansıma gösterdiğini belirlemiştir. Şekil 9'daki eğrinin ortalamayı gösterdiğine dikkat edilmelidir.

Katkı Belirtme

Bu çalışma Endüstri Teknolojisi Araştırma Merkezi (Technology Research Center- CRTI) çatısı altında mineral kaynaklarının işletilmesi ve yan ürünlerin dönüşüme tekrar katılması projesinin bir bölümü olarak yapılmıştır. Yazar makalenin geliştirilmesine yönelik Prof. Ghers Mokhtar'ın yapıcı eleştirilerine teşekkür eder. Prof. Bouhouche Salah istatistiksel analizlerin geliştirilmesine yardım etmiş ve çok değerli tavsiyelerde bulunmuştur. Dr. Chouchane Toufik deneysel çalışmalarda kullanılan malzemelerin teminine maddi katkı sağlamıştır.

Değinilen Belgeler

Bohic, M. 2007. Caractérisation de la surface de pigments traités par des polyesters acrylique, thèse de doctorat, école des mines de Paris.

- Brinke, A. J. W., Bailey, L., Lekkerkerker, H. N. W., Maitland, G. C. 2007. Rheology modification in mixed shape colloidal dispersions. Part I: Pure components. *Soft Matter* 3, 1145–1162.
- Cabane, B. 2003. Formulation des dispersions, Dossier techniques de l'ingénieur, J2 185, p.13.
- Chen, R.Y., Yuen, W.Y.D. 2005. Examination of Oxide Scales of Hot Rolled Steel Products, *ISIJ International* 45(1), 52–59.
- Della, V.P., Junkes, J.A., Montedo, O.R.K., Oliveira, A.P.N., Rambo, C.R., Hotza, D. 2007. Synthesis of hematite from steel scrap to produce ceramic pigments. *Am Ceram Soc Bull* 86 (5), 9101-9107.
- Goss, C.J. 1987. The kinetics and reaction mechanism of the goethite to hematite transformation, *Mineral Mag* 51, 437-451
- Husband, J.C. Preston, J.S. Gate, L.F. Storer, A. Creaton, P. 2006. The influence of pigment particle shape on the in-plane tensile strength properties of kaolin-based coating layers. *TAPPI J* 5(12), 3-8.
- Michel, F., Courard, L. 1986. Apport de la granulométrie laser dans la caractérisation physique des fillers calcaires, Septième édition des Journées scientifiques du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton, Toulouse, France 40-49.
- Morvan, M. 2002. Fabrice, Elaboration, Caractérisation et développement de nouveaux grades de pigments aluminium, Thèse de doctorat en physico-chimie de la matière condensée, Université de Bordeaux I - France, Ecole doctorale des Sciences Chimiques, p-47, janvier.
- Philip, B. 2010. Histoire vivante des couleurs, 5000 ans de peinture racontée par les pigments. Paris, Hazan.
- Thirion, V.M. 2016. Spectrométrie de fluorescence X. Circulation et provenance des matériaux dans les sociétés anciennes, Collection Sciences Archéologiques, 9782813001634.
- Umadevi, T., Brahmacharyulu, A., Karthik, P., Mahapatra, P.C., Prabhu, M., Ranjan, M. 2013. Recycling of steel plant mill scale via iron ore sintering plant. *Journal Ironmaking and Steelmaking, Processes, Products and Applications* 39(3), 222-227.

